研究論文

加圧成形した AZ91D マグネシウム合金の
組織、流動性および機械的性質由浅 明*・松井 伸司*
鎌土 重晴**・小島 陽**Structure, fluidity and mechanical property of semi-solid
AZ91D magnesium alloy fabricated by pressure castingAkira YUASA*, Shinji MATSUI*
Shigeharu KAMADO**, Yo KOJIMA **

An AZ91D magnesium alloy was reheated to the temperature of the semi-solid state and was pressure-cast by employing a die casting machine. The effects of casting conditions on structures, fluidity and mechanical properties were investigated. Fluidity is improved by using stir-cast materials and by increasing both the reheating temperature from 570°C to 580°C and the plunger speed from 0.6 m/s to 1.1 m/s. The improved fluidity results in the uniform flow of the solid and liquid and produces sound products without any macroscopic defects caused by the entrapping gas bubble. But low temperatures of the permanent mold and the temperature drop of the semi-solid materials in shot sleeve lead to form microscopic defects. Tensile strength of the specimen with good fluidity is 140~200 N/mm² and is higher than that of an as-stirred specimen, but is lower than that of a die-cast specimen.

Keywords: AZ91D magnesium alloy, semi-solid slurry, thixocasting process, diecasting, fluidity

(Received April 7, 1993)

1. 緒 言

近年、軽量化が重要な課題である自動車・精密機械等の分野を中心にマグネシウムの需要の拡大が見込まれ、その要求に見合う合金の開発および製造方法の確立が求められている。半溶融状態での成形法は合金を完全に溶解しないため、(1)作業が安全かつ容易である、(2)省エネルギーである、(3)合金の酸化ロスが少ないなどの利点を有することから、マグネシウム合金の成形法として適した方法であるといえる。これまで半溶融状態のマグネシウム合金を攪拌する際の組織あるいは見かけの粘性の変化については調査されているものの¹⁾、その後の成形法について検討した報告はない。今後の自動車部品等への

応用を考慮した場合、ダイカスト機のような加圧機構を持つ装置を用いて成形する方法がコスト、生産性の面から有利と考えられる。

そこで本研究では、半溶融状態での加工法が良質なマグネシウム合金を供給し得る技術として確立するための基礎的要因の解明を目的とした。半溶融凝固状態の AZ91D 合金の性状について調査した著者ら¹⁾の結果に基づき、半溶融攪拌凝固させた AZ91D マグネシウム合金を再加熱し、ダイカスト機で加圧成形を行うチキソキャスト^{2)~6)}を行った。その際の攪拌時間、再加熱条件ならびに加圧成形条件が機械的性質および金型中への流動性に与える影響について調査した。

* 長岡技術科学大学大学院 (長岡市)。Graduate School, Nagaoka University of Technology (Nagaoka-shi, Niigata).

** 長岡技術科学大学 (長岡市)。Nagaoka University of Technology (Nagaoka-shi, Niigata).

2. 実験方法

本実験では、供試材に AZ91D ダイカスト用合金を使用し、市販材（結晶粒径500～700 μm ）と、それに850°C-15 min の過熱処理を施し、結晶微細化を図った過熱処理材（結晶粒径約100 μm ）と、結晶粒径の異なる2種類の試料を供試材とした。

実験プロセスを Fig. 1 に、実験条件を Table 1 に示す。加圧成形に用いた試料は、固相率約35%の585°Cまで加熱し、0.5 h の等温保持後、撈拌子による機械的撈拌を加え、その後ろつばごと水冷し、凝固させた¹⁾。撈拌条件は撈拌による α 相の球状化が進み、粒径が比較

Fig. 1 Process of thixocasting.

Table 1 Experimental conditions for thixocasting

Run No.	Holding temp. (°C)	Fraction solid (%)	Holding time (min)	Plunger speed (m/s)	Raw material*	Stirring time (h)
1	570	50	0	0.6	A.R.	0.0
2	570	50	10	0.6	A.R.	0.0
3	570	50	20	0.6	A.R.	0.0
4	570	50	0	0.6	A.R.	1.0
5	570	50	10	0.6	A.R.	1.0
6	570	50	20	0.6	A.R.	1.0
7	570	50	0	0.6	A.R.	2.0
8	570	50	10	0.6	A.R.	2.0
9	570	50	20	0.6	A.R.	2.0
10	570	50	0	0.6	S.H.	0.0
11	570	50	10	0.6	S.H.	0.0
12	570	50	20	0.6	S.H.	0.0
13	570	50	0	0.6	S.H.	1.0
14	570	50	10	0.6	S.H.	1.0
15	570	50	20	0.6	S.H.	1.0
16	570	50	0	0.6	S.H.	2.0
17	570	50	10	0.6	S.H.	2.0
18	570	50	20	0.6	S.H.	2.0
19	570	50	0	1.1	A.R.	0.0
20	570	50	10	1.1	A.R.	0.0
21	570	50	20	1.1	A.R.	0.0
22	570	50	0	1.1	S.H.	0.0
23	570	50	10	1.1	S.H.	0.0
24	570	50	20	1.1	S.H.	0.0
25	580	40	0	1.1	A.R.	0.0
26	580	40	0	1.1	A.R.	0.5
27	580	40	0	1.1	A.R.	1.0
28	580	40	0	1.1	S.H.	0.0
29	580	40	0	1.1	S.H.	0.5
30	580	40	0	1.1	S.H.	1.0

*A.R. is an as-received sample and S.H. is a superheated sample.

Fig. 2 Schematic illustration of a die casting.

Fig. 3 A: Schematic illustration of die cavity. B: Semi-solid materials forced into permanent mold cavity by die casting. Strirring time: (a) 0.0 h, (b) 1.0 h, (c) 2.0 h, holding temperature: 570°C, raw material: as-received sample, plunger speed: 0.6 m/s.

的小さくなる¹⁾パドル型の攪拌子を用い、攪拌速度を 8.33 s^{-1} とした。また攪拌時の溶湯高さを110 mm とし、攪拌によるガス気泡の巻き込みが発生しないようにした¹⁾。攪拌時間は攪拌トルクが低下し、流動性の向上が期待できる2.0 h、2.0 h よりも比較的 α 相の粒径が小さく機械的性質の向上が期待できる1.0 h および0.5 h とした。

攪拌後凝固させた試料から $\phi 36 \times 80 \text{ mm}$ の丸棒を切出し、電気炉内で再加熱し、等温保持した。その際、保持温度は固相率約40%の580°C、約50%の570°Cの2種類の温度とし、それぞれ0、10および20 min 保持した。その後、炉外にすばやく取出し、Fig. 2 に示すようにダイカスト機のスリーブ内に挿入し、加圧力52.3 N/mm²、プランジャ速度0.6および1.1 m/s で加圧成形した。

Fig. 3 に本実験で使用した ASTM 規格 E8 および E23 に相当する引張試験片および衝撃試験片採取用金型の模式図ならびに加圧成形した試料の外観図を示す。流動性は金型内へ射出された試料のスリーブ部分を除いた残りの質量を測定することで評価した。

Fig. 4 Temperature drops of a semi-solid AZ91D alloy caused by taking out of the furnace to die casting.

組織観察は加圧成形した試料のランナ部およびスリーブ部の断面のマクロおよびミクロ組織を観察した。

機械的性質は加圧成形した試料から切出した試験片を用い、室温で引張試験を行った。試験片はスリーブ部から直径6 mm、平行部長さ20 mm、標点間距離18 mm の丸棒試験片を4本作製し、またランナ部から7.5×5.0 mm 断面、平行部長さ22 mm、標点間距離18 mm の板状試験片を作製した。

3. 結果および考察

3.1 加圧成形時の試料の温度

ダイカスト機を使用して試料を加圧成形する場合、試料の加圧直前の温度が低いと固相率が増加し、流動性や強度に大きな影響を及ぼす⁶⁾。そこで試料の実際の温度変化を正確に把握するため、ダイカスト機のスリーブ内に挿入した試料の温度変化をCA熱電対により測定した。その結果をFig. 4 に示す。試料を炉外に取出し、ダイカスト機のスリーブ内に挿入する直前までの温度低下は少なく、約4~5°Cである。しかしスリーブ内に挿入してからは急速に低下し、試料上部では約8°C、中心では約30°C、下部では試料とスリーブが接触するため冷却速度が大きく、約70°Cも低下した。

3.2 流動性の評価

Fig. 5 に各条件で加圧成形した際の金型中へ流入した試料の質量、すなわち流動性を示す。供試材のミクロ組織、等温保持時間、再加熱温度、プランジャ速度が同じ条件の場合、攪拌を施した試料は無攪拌の試料よりも流動性が向上するが、攪拌時間を1.0 h と2.0 h に選んだことによる時間の効果は認められない。Fig. 6 に攪拌試料と無攪拌試料のスリーブ出口付近のミクロ組織を示す。

Fig. 5 Fluidity of semi-solid materials forced into permanent mold cavity by die casting.

Fig. 6 Microstructures of sleeve exit of semi-solid materials. Raw materials: (a, c) superheated sample, (b) as-received sample, holding time: 0.0 h, holding temperature: (a) 570°C, (b, c) 580°C, plunger speed: (a) 0.6 m/s, (b, c) 1.1 m/s.

白い塊状の領域が固相 (α 相), その周りおよび固相中の微細な組織を呈している領域が加圧成形時に液相であった部分に相当する。無攪拌試料は, 加圧成形時に固相内に液相が多く閉じ込められ, 固相の周りで流動に寄与すると考えられる液相の量が少ない。また, 固相の形状も攪拌試料と比較して複雑である。攪拌により固相の破砕や合体が起こり, 固相内の液相は放出される。そのため半溶融攪拌凝固試料では, 固相粒子間に存在し, 流動に寄与する液相量が増加することと, 固相の球状化による流動抵抗の減少により流動性が向上するものと考えられる。

再加熱温度580°Cでの加圧成形は, 570°Cよりも高い流動性を示した。580°Cでは固相率が低く⁷⁾, 液相の量が増加して, 流動性が向上するものと考えられる。

Fig. 7 Cross sections of runner part of semi-solid materials. Holding time: 0 min. Values of 0, 0.5, 1 and 2 represent stirring time in hour respectively.

市販材, 過熱処理材ともプランジャ速度を1.1 m/sにすることにより流動性は向上する。半溶融スラリーの場合, 凝固潜熱が小さいため凝固が速く進むが, プランジャ速度を大きくすることにより凝固の進行しない間に多くの半溶融金属が金型内を流動し, 流動性が向上したのと考えられる。しかし, 供試材のマイクロ組織および保持時間が流動性に及ぼす影響は特に認められない。

3.3 加圧成形した試料の健全性

Fig. 7 に加圧成形した試料のランナ部の断面写真を示す。流動性の評価実験において最も流動性のよい条件である再加熱温度580°C, プランジャ速度1.1 m/sで加圧成形した試料は市販材, 過熱処理材とも攪拌の有無にかかわらずマクロ的欠陥はまったく観察されず, 高い健全性を示した。しかし, 流動性の悪い570°C, 0.6および1.1 m/sの条件で加圧成形した試料中には, 気泡状のマクロ欠陥が多く観察される。しかし, 攪拌試料はマクロ欠陥が少なく, 健全性の向上が認められる。これらの断面のマクロ組織を Fig. 8 に示す。黒色粒状に見える相が α 固相粒子である。再加熱温度580°C, プランジャ速度1.1 m/sの試料は液相と固相の両相が流動するが, 570°C, 0.6および1.1 m/sの試料は固相の流入が少ない。これは570°Cでは固相率が高く, 固相がスリーブ内で成長および合体することにより粗大化し, ランナ部まで流動せず, 固相間から液相のみがランナ部に流入するためと考えられる。次にこれらの試料のランナ部のマイクロ組織を Fig. 9 に示す。ここで特徴的なことは, ランナ部中心近傍で流動方向に向かって2本のマイクロ欠陥の流れが存在することである。ランナ部に流入したスラリーは半溶融状態であるため, 凝固潜熱が小さく, 金型内壁近傍から凝固が速く始まる。しかし, ランナ部中心を流れるスラリーの凝固速度は内壁近傍と比較して遅く, スラリーは凝固した領域の間隙を流動すると考えられる。中

Fig. 8 Macrostructures of runner part of the semi-solid materials. Holding time: 0 min. Values of 0, 0.5, 1 and 2 represent stirring time in hour respectively.

Fig. 9 Microstructures of runner part of the semi-solid material. Plunger speed: 1.1 m/s, holding time: 0 min, holding temperature: 580°C, raw material: superheated sample, stirring time: 0.5 h.

心を流動するスラリーは半熔融状態であり、粘性が高く、デンドライトの間に液相が十分に浸透できないためと考えられる。またもう一つの理由として、スラリーの流動がデンドライト組織の凹凸を含む固液界面の先端に対してせん断力として働き、その先端部を剥離させ、欠陥を生じさせるものと考えられる。

本研究ではダイカスト機および金型を利用して実験を行ったが、半熔融スラリーを金型キャビティ全体に充填させることはできなかった。この原因として Fig. 4 に示した加圧成形直前の試料温度の低下や、金型温度が通常の220~280°C⁸⁾に対して約170~190°Cの低い温度を選んだ点が挙げられる。試料および金型温度が低下する

Fig. 10 Microstructures of the semi-solid material. (a) cross section of specimen, (b) cross section of runner part. Plunger speed: 1.1 m/s, holding time: 0 min, holding temperature: 580°C, raw material: superheated sample, stirring time: 0.5 h.

と、固相率が高くなり、固相粒子の合体が促進され、湯流れ、充填性が低下する。また、この他の原因として、以下に説明するように、試料の Mikro 組織、特に固相粒子の大きさと金型キャビティの寸法の関係が考えられる。

Fig. 10 に示すように、(a) 試験片内部の Mikro 組織と (b) 加圧成形した試料のランナ部からゲートにかけての Mikro 組織を比較すると、固相は試験片内部には流入しない。固相の粒径はゲート厚さ1000 μm に対して約200~300 μm と小径であるが、複数の固相が合体し、ゲート厚さより大きくなっている。そのためゲート部入口で固相の流入が止まり、液相のみがゲート部を通過し、試験片部へ流入する。ダイカスト用金型は凝固速度、ガスの巻き込み防止、湯まわりなどを考慮してゲートの形状および断面積が決定される⁹⁾。そのため、半熔融スラリーをダイカスト機を使用して加圧成形を行う場合、固相の粒径を考慮した金型を設計し、併せて、過熱処理、攪拌方法、再加熱方法あるいは加圧などの成形条件の選択により固相をさらに微細化する方法を検討する必要があると思われる。

3.4 機械的性質

Fig. 11 にダイカスト機を用いて加圧成形した半熔融 AZ91D 合金の引張試験結果を示す。試験片は流動性、健全性が最も良好な条件で加圧成形した市販材、過熱処理材の攪拌材および無攪拌材から採取した。攪拌時間は0.5 h と1.0 h の2種類とした。試験片としてはスリーブ内にスペーサを入れずに金型中に射出した試料のランナ部から板状の試験片を採取した。また、スリーブ出口にスペーサを挿入し、ランナ部への試料の流出を防止し、スリーブ内のみで加圧成形した試料から丸棒試験片を1成形につき4本採取した。さらに参考として580°Cで2.0 h の等温保持後凝固させたままの、加圧成形をしていない攪拌材および無攪拌材から採取した丸棒試験片の

Fig. 11 Ultimate tensile strength of an AZ91D alloy fabricated by thixocasting process.

Fig. 12 Microstructures and macrostructures of runner part of semi-solid materials. Plunger speed: 1.1 m/s, holding time: 0 min, holding temperature: 580°C, raw material: (a, b) as-received sample, (c, d) superheated sample, stirring time: (a, c) 0.0 h, (b, d) 0.5 h.

結果も示す。

Fig. 11(b)に示すように引張強さは加圧成形をすることにより、攪拌材、無攪拌材とも大きくなる。しかし、AZ91D合金を完全溶融状態からダイカストした場合の標準値である200~250 N/mm²には及ばないが、0.5 hの攪拌材で約140~200 N/mm²で、無攪拌材よりやや高い値を示す。これは攪拌により流動性が向上し、ミクロ欠陥が少なくなるためと考えられる。しかし、攪拌時間1.0 hの試料の引張強さは、0.5 hの試料より低く、無攪拌材とほぼ同等な値となった。これは攪拌時間が長くなるにつれて、固相粒子が合体により粗大化する¹⁾ためと考えられる。また、ランナ部とスリーブ部からの試験片採取位置の違いおよび市販材と過熱処理材のミクロ組織の違いによる強度差は明確には認められない。

加圧成形した試料は金型全体を充滿していないため、加圧が充分に行われていない可能性が考えられる。次に

Fig. 13 Microstructures and macrostructures of sleeve center of semi-solid materials. Plunger speed: 1.1 m/s, holding time: 0 min, holding temperature: 580°C, raw material: (a, b) as-received sample, (c, d) superheated sample, stirring time: (a, c) 0.0 h, (b, d) 0.5 h.

ランナ部およびスリーブ内の加圧を充分に行う目的で金型のランナ部から引張および衝撃試験片部にかけてアルミニウム合金のダイカスト材をストッパーとして取付け、ランナ部までの加圧を行った。得られた加圧成形材のランナ部とスリーブ部の2箇所から試験片を作製し、引張試験を行った。Fig. 11(a)に見られるように無攪拌材ではストッパーなしの試料の130~150 N/mm²に対して160~180 N/mm²と強度の増加が認められた。しかし、攪拌材はストッパーなしの試料の約140~200 N/mm²と比較して約140~160 N/mm²と最大値は低下し、無攪拌材よりも低い値となった。

ストッパーを取付けて加圧成形した試料のランナ部から採取した試験片のマクロおよびミクロ組織をFig. 12に示す。攪拌材、無攪拌材ともストッパーなしの試料に比べてランナ部には多くの固相が分布している。攪拌材では固相の球状化が認められるが、比較的粒径が大きく、またミクロボロシティも観察される。これらのことが強度が向上しない原因と考えられる。また、無攪拌材が攪拌材に比べて高い強度を示すが、これは市販材の無攪拌試料は他の3試料に比較して溶質濃度の高い液相量が多いため、また過熱処理材の無攪拌の試料は固相粒子が微細であるため、強度が向上したものと考えられる。

Fig. 13にストッパーを取付けて加圧成形した試料の

スリーブ部のマイクロおよびマクロ組織を示す。ランナ部と同様に攪拌材は α 相の球状化が認められるが、加圧により多くの液相がランナ部へ流入するため固相率の高い状態となる。そのため凝固後、微細な組織となり強度に寄与する液相量が減少し、加圧による大きな強度の向上が認められないものと考えられる。

4. 結 言

本研究では半熔融状態で攪拌を施し、凝固させたAZ91D マグネシウム合金を再加熱し、ダイカスト機により加圧成形を行った。その際の諸条件が機械的性質および金型中への流動性に与える影響について調査した。その結果、以下のことが明らかになった。

(1) 半熔融攪拌凝固させた試料を用い、再加熱温度を570°Cから580°Cに、さらにプランジャ速度を0.6 m/s から1.1 m/sにすることにより、流動性は向上し、固相と液相が均一に流動し、ガス気泡の巻込みによるマクロ的欠陥のない高い健全性を示すようになる。しかし、低い金型温度やショットスリーブ内での試料温度の低下により、一部マイクロ欠陥が認められた。

(2) 流動性のよい条件で加圧成形した試料の引張強さは、140~200 N/mm²で半熔融攪拌凝固させたままの試

料に比べて引張強さは大きくなるが、AZ91D 合金を完全熔融状態からダイカストした試料と比較した場合、まだ満足のいく値は得られなかった。

参 考 文 献

- 1) 鎌土重晴, 由浅 明, 人見高久, 小島 陽: 軽金属, **42** (1992), 734.
- 2) A. Tissier, D. Apelian and B. Regazzoni: J. Mat. Sci., **25** (1990), 1148.
- 3) R. Mehrabian and M. C. Flemings: Trans. AFS, **80** (1972), 173.
- 4) K. P. Young, R. G. Reik and M. C. Flemings: Solidification and Casting of Metals, (1979), 510.
- 5) P. S. Frederick, N. L. Bradley and S. C. Erickson: Advanced material & processes inc. METAL PROGRESS, **10** (1988), 53.
- 6) Y. V. Murty, D. G. Backman and R. Mehrabian: Proc. Workshop on Rheocasting, (1977), 510.
- 7) 軽金属協会: 素形材センター調査研究報告395, 半熔融凝固法によるマグネシウム合金鑄造品の製造技術(1), (1991), 30.
- 8) 鷹城一夫: '87マグネシウムマニュアル, 軽金属協会, (1987), 3.
- 9) 菅野友伸, 植原寅藏: ダイカスト技術入門, 日刊工業新聞社, (1981), 95.