研究論文

ひずみを導入した AZ91D マグネシウム合金の
半熔融成形加工関原 一敏*・大西 智*
鎌土 重晴**・小島 陽**

Semi-solid forming of strain-induced AZ91D magnesium alloy

Kazutoshi SEKIHARA*, Satoshi OHNISHI*
Shigeharu KAMADO** and Yo KOJIMA**

Strain-induced AZ91D magnesium alloy bulk was semi-solid press-formed. Microstructure and mechanical properties of the formed specimen were investigated. By using strain-induced bulk, a microstructure is able to be obtained in which fine and nearly spherical magnesium solid solution distributes uniformly. Furthermore, the eutectic phase becomes finer by rapid cooling. The tensile properties of the press-formed specimen are sufficiently superior to those specified in JIS. Particularly, 0.2% proof strength of the formed specimen remarkably surpasses that of JIS specification due to the formation of fine eutectic phase. Since the eutectic phase is the initiation of fracture, however, the mechanical properties are greatly influenced by the quantity and distribution of eutectic phase. For instance, ductility of formed specimen is considerably small because of the existence of continuous eutectic phase at grain boundaries. Nevertheless tensile properties could possibly be improved (better than JIS specification) owing to disappearance of the eutectic phase by T4 or T6 treatment.

Keywords: AZ91D magnesium alloy, strain-induced bulk, semi-solid press-forming, structure, tensile property

(Received April 6, 1995)

1. 緒 言

半熔融成形加工法は、一般鋳造品に見られるデンドライトのない微細な組織が得られ、また、ダイカスト法と比較しても低気孔で高密度、成形後の熱処理が可能であり、さらに鋳造装置への熱負荷が少ないなど多くの利点を有することから、各方面で研究開発が進められている^{1)~3)}。欧米では、数社がアルミニウム合金を用いた半熔融成形加工の実用化に成功し、商業生産も始まっている^{4),5)}。その主流は、電磁攪拌した材料を半熔融温度まで再加熱して加圧成形する、いわゆるチクソキャスト法と呼ばれるものである。

これまで、著者らは AZ91D マグネシウム合金チップ材を用いて、半熔融温度における組織変化を調査した⁶⁾。その結果、加工時にひずみが導入されるチップ材では加熱中に再結晶が生じ、再結晶粒が分離、球状化して半熔融温度では微細かつ球状なマグネシウム固溶体となることがわかった。さらに、半熔融温度まで加熱した後にチップ同士を結合させる目的で等温攪拌を施すと、液相量が多く、かつマグネシウム固溶体の粗大化も少ない組織が得られた。そこで、攪拌凝固させたチップ材を半熔融

温度まで再加熱し、加圧成形を行った⁷⁾。その結果、組織的には微細化できるものの、スラリー表面の酸化物の巻き込みにより、強度および延性が顕著に劣化することが判明した。より高い機械的性質を得るためには、介在物生成の原因となる攪拌を施さずに半熔融温度で微細かつ球状のマグネシウム固溶体を形成させ、加圧成形するプロセスが必要である。従来の研究で、ひずみを導入したバルク材は半熔融温度でチップ材と同様な微細かつ球状のマグネシウム固溶体を有する組織となった⁶⁾。そこで、本研究では、マグネシウム合金の半熔融成形加工で優れた機械的性質を得るための一つの方法として、ひずみを導入したバルク材を供試材とするプロセスを提案する。

2. 実験方法

本プロセスの特徴は、供試材に塑性ひずみを導入したバルク材を用い、半熔融温度まで加熱後、ただちに加圧成形を行うことである。供試材には、現在構造用マグネシウム合金として最も使用実績のある Mg-9.1 mass% Al-0.7 mass% Zn-0.23 mass% Mn の AZ91D マグネシウム合金を用いた。実験プロセスを Fig. 1 に示す。はじ

* 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).

Fig. 1 Experimental process of semi-solid press-forming using strain-induced bulk.

Fig. 2 Microstructural changes of strain-induced AZ91D magnesium alloy bulk during heating.

めに、市販のインゴットより母材を切出し、直径40 mm、高さ28.3 mmの円柱状に機械加工した。そして、試料を220°Cまで電気抵抗炉中で加熱した後、油圧プレスを用いて15%の圧縮変形を施し、直径40 mm、高さ24 mmに機械加工して供試材とした。マグネシウムは稠密六方晶で底面すべりしか起こらないため、冷間での塑性加工は困難である。内部に割れ等の欠陥を生じせずにひずみを導入するためには、柱面すべりや錘面すべりの起こり得る温度、すなわち200°C以上へ加熱する必要がある。そこで、本実験では圧縮加工に使用する装置の容量なども踏まえて220°Cで圧縮加工を行った。また、ひずみ量は、マグネシウム固溶体が確実に球状化する条件⁶⁾として15%とした。

供試材を電気抵抗炉中で予熱したコンテナ内に挿入して平均加熱速度76°C/minで半熔融温度まで加熱し、目

標温度到達後、ただちに高圧鋳造機を用いて加圧成形した。コンテナは試料の全表面から加熱可能な構造とした。その際の試料中央部と端から5 mmの位置の温度差は1°C以内であり、試料温度はほぼ均一であった。さらにコンテナ底部はスライドする機構とし、試料をすばやく金型中に落下させることが可能になっている。成形条件は、加圧力49 MPa、加圧速度0.05 m/s、加圧保持30 s、金型温度300°C、プランジャチップ温度200°Cとした。得られた直径55 mm、高さ12.8 mmの円板状試料の中央部からマイクロ、マクロ組織観察用試料および引張試験片を採取した。引張試験片は各試料より2本採取し、平行部直径6 mm、平行部長さ25 mmに機械加工した。

3. 結果および考察

3.1 加熱時のマイクロ組織変化

Fig. 3 Macro-and microstructures of AZ91D magnesium alloy fabricated by semi-solid press-forming at 575°C. Raw material; strain-induced bulk.

Fig. 2 に、ひずみを導入した試料の半熔融温度におけるミクロ組織変化を示す。室温では、ひずみ導入による亀裂あるいは双晶と思われる線がマグネシウム固溶体中に観察される。そして、加熱の間にひずみにより再結晶が生じ、加熱温度の上昇とともにマグネシウム固溶体は分離、球状化し、570~580°Cでは微細かつ球状となる。590°Cに達するとマグネシウム固溶体は合体により粗大化し、同時に液相量が増加する。以上の観察結果より、成形加工時の流動性を確保する観点から、マグネシウム固溶体がほぼ分離・球状化を完了し、粒径も小さく、かつその周囲が液相に覆われる575°Cを成形加工温度とした。

3.2 半熔融成形加工後のマクロおよびミクロ組織

Fig. 3 に本プロセスで成形加工した試料のマクロおよびミクロ組織を示す。試料角部への液相の偏り等は観察されず、試料全域に微細かつ球状なマグネシウム固溶体が一様に分布した組織となる。しかし、試料中央上部および下部では一部球状化していないマグネシウム固溶体が観察される。これは、試料圧縮加工時にこの領域ではひずみ量が少なくなるため、加熱時に生じる再結晶粒が粗大になったためと思われる。

また、本プロセスは、半熔融攪拌ならびに等温保持を行わないため、成形品の固相率は平衡固相率(575°C; 45%)よりもかなり高い。しかしながら、流動性の不足による成形欠陥は、本実験条件および成形品形状では認められない。ちなみに、ひずみを導入していない試料を同じ条件で成形加工した場合、Fig. 4 に示すようにデン

ドライトが押しつぶされた形状のマグネシウム固溶体が分布した組織となる。また、マクロ組織では試料端部に液相の大きな偏りが発生し、このような単純な形状でも表面にはひび割れが生じ、十分な充填ができない。これは、マグネシウム固溶体が粗大で、さらにデンドライト状のため、成形時に速やかに分離、流動できず液相のみが流動したものと思われる。

しかし、本プロセスでもまれに Fig. 5 に示す湯境のような欠陥が、端部 (Fig. 3 の左側の写真の上側および下側の位置) に認められた。低倍率では亀裂のように見えるが、右図の写真に見られるように急冷された液相部分の多い領域 (写真中右側) と少ない領域 (写真中左側) の境界であることがわかる。これは、加熱中コンテナに接触していたことによって加熱速度が早く、しかも温度が高くなり、液相量の多くなった試料表面部が加圧成形時に内部に取り込まれたために生じた欠陥であると考えられる。その際、破断した酸化膜もこの境界部分に存在しているものと推察される。

Fig. 6 に本プロセスで成形加工した試料と過熱処理を施していない as-cast 材のミクロ組織の比較を熱処理後も併せて示す。as-cast 材は JIS 規格に基づき 415°C-20 h の溶体化処理後、215°C-4 h の時効を施した。半熔融成形加工材は、同じ溶体化処理条件では粒界に微細な化合物が連なって残留し、成形後の組織を維持していたため、処理時間を長くし、415°C-24 h の条件で行った。その後、215°Cにおける時効特性を調査し、ピーク時効条件の 215°C-8 h で時効を施した。

Fig. 4 Macro-and microstructures of AZ91D magnesium alloy fabricated by semi-solid press-forming at 575°C. Raw material; non-strained bulk.

Fig. 5 Microstructural defects of AZ91D magnesium alloy fabricated by semi-solid press-forming at 575°C. They are observed at the edge side shown at the upper and lower sides in left hand photographs given in Fig. 3. Raw material; strain-induced bulk.

as-cast 材はマグネシウム固溶体内部および粒界に沿って粗大な共晶化合物 $Mg_{17}Al_{12}$ が存在する。また、粒界に沿って凝固後室温に冷却されるまでに析出した $Mg_{17}Al_{12}$ およびマグネシウム固溶体のラメラ組織が見られる。一方、本プロセスで成形した試料は、微細な共晶組織となる。これらは、半溶融温度からの加圧急冷によりこのように微細になったものと考えられる。

T6 処理後は、as-cast 材は粒界から粒内に向かって粒界反応型析出と粒内析出が生じる。本プロセスで成形した試料にも粒界反応型析出が認められるが、その量は as-cast 材よりも多く、溶質元素が十分に拡散した比較的粒径の小さな粒内および成形後に液相の偏っていた領域に近接した粒内にも析出が認められる。

Fig. 7 にチップ攪拌凝固材を半溶融成形加工した試料のミクロ組織⁷⁾との比較を示す。本プロセスでは、チッ

プ攪拌凝固材を半溶融成形加工した試料よりも均一微細な組織となる。導入されているひずみ量および熱履歴が異なるため一概に比較できないが、同じひずみを導入した供試材を用いても攪拌の有無でこのような差が出るものと考えられる。すなわち、本プロセスは供試材を半溶融温度まで加熱した後、ただちに加圧成形しているため、マグネシウム固溶体の粗大化が少なく、また、高固相率である。一方、後者は半溶融攪拌した試料をいったん凝固させ、それを半溶融温度まで再加熱して加圧成形する。そのため、再加熱中に急冷されていた液相部分から 50~100 μm の微細なマグネシウム固溶体が生成するものの、攪拌中ならびに再加熱中にマグネシウム固溶体は粗大化し、また、攪拌の効果³⁾により液相量の多い組織となる。

T6 処理後では、チップ攪拌凝固材を半溶融成形加工

Fig. 6 Microstructures of as-fabricated and heat-treated AZ91D magnesium alloy. a) as-cast, b) strain-induced and semi-solid press-formed at 575°C.

Fig. 7 Microstructures of as-fabricated and T6-treated AZ91D magnesium alloy fabricated by semi-solid press-forming.

Fig. 8 Tensile properties of AZ91D magnesium alloy fabricated by semi-solid press-forming.

した試料は、液相であった部分で粒界反応型析出が生じるものの粒内にはほとんど析出が見られない。これは、半溶融撹拌によりマグネシウム固溶体内の溶質元素濃度が低くなり、しかも粗大であるため溶体化処理時に粒内まで十分に溶質元素が拡散できず、そのため、粒内析出が少なくなるものと考えられる。本プロセスで成形した試料は、T6 処理後にも析出領域が試料全域に均一に分布した組織となる。本プロセスでは半溶融撹拌ならびに加熱後の等温保持を行わず、目標温度まで加熱後、ただちに加圧成形するため、マグネシウム固溶体内の溶質元

素濃度がそれほど下がらないと推察される。さらに、微細かつ球状なマグネシウム固溶体が均一に分布し、粒界部分の液相量も少ないため、溶体化処理により試料全域の溶質元素濃度が均一になりやすいものと思われる。そのため、均一な析出組織が得られるものと考えられる。

3.3 半溶融成形加工後の引張特性

Fig. 8 に本プロセスで成形加工した試料の引張特性を示す。比較のために、過熱処理を施していない as-cast 材および半溶融成形加工したチップ撹拌凝固材の結果⁷⁾

Fig. 9 Microstructures near the fractured surface of AZ91D magnesium alloy fabricated by semi-solid press-forming at 575°C. Raw material; strain-induced bulk.

も併せて示す。また、引張破面近傍のミクロ組織観察結果を Fig. 9 に示す。

本プロセスで成形加工した試料の引張特性は、すべての処理条件で JIS 規格値を十分に満足し、特に 0.2% 耐力については大きく上回る結果が得られた。これは、微細なマグネシウム固溶体を有することのほか、半溶融温度からの加圧急冷により微細となった共晶相が大きく寄与しているものと思われる。しかし、Fig. 9a) に示すように、共晶相は微細となっているものの、粒界で連続しているため亀裂の伝播を容易にし、加圧成形したままの試料 (F 材) の伸びは 2% 程度と低い値となった。また、本プロセスでは、チップ攪拌凝固材を半溶融成形加工したものと比較して引張強さ、伸びは上回るものの、耐力はほぼ同等となった。これは、チップ攪拌凝固材を半溶融成形加工した場合にも共晶部分は微細となるため、そして、共晶部分は亀裂が伝播するという同じ破壊形態となるためである。硬くて脆い領域、すなわち共晶相は応力集中が生じるため、共晶相は亀裂の発生、伝播に対する感受性が高いものと推察される。チップ攪拌凝固材の半溶融成形加工材は、共晶相が多く、さらに共晶内に介在物を多く含有するため引張強さ、伸びが著しく減少するものと思われる。

本プロセスで成形した試料の T4 処理材は、Fig. 9b) に示すように粒界の共晶化合物が溶体化処理により消失するため、亀裂は粒界のみならず粒内をも伝播し、その結果、良好な機械的性質を示す。T6 処理材は、Fig. 9c) に示すように亀裂は粒界、粒内ともに進行し、この試料は引張強さ 250 MPa を示した。しかし、Fig. 9d) に示す試料は粒界反応により析出した部分が連なり、亀裂はその析出物が連続した硬くて脆い領域で発生、伝播する。

その結果、この試料の引張強さは 210 MPa と低い値を示した。これらの観察結果より、半溶融成形後の機械的性質は粒界の共晶部分および析出物に大きく影響を受けることがわかる。このことから、より高い機械的性質を得るためには、成形性を確保できる範囲内で破壊の起点となり、亀裂の伝播を容易にする共晶相を少なくすることが有効であると考えられる。

4. 結 言

半溶融成形加工により一般鋳造材よりも優れた機械的性質を得ることを目的として、AZ91D マグネシウム合金を用い、ひずみを導入したバルク材を直接半溶融成形加工することを試みた。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) ひずみを導入したバルク材を半溶融温度まで加熱後ただちに成形加工することで、微細かつ球状のマグネシウム固溶体が均一に分布した組織が得られる。
- (2) ひずみ導入後、半溶融成形加工した試料の機械的性質は JIS 規格値を十分満足し、特に 0.2% 耐力は大きく上回る。
- (3) 共晶相の集中した部分は破壊の起点となるため、成形加工後の機械的性質は粒界の共晶相の量、分布に大きく影響を受ける。
- (4) 半溶融成形加工後の組織は、粒界に脆い共晶相が連続するため、延性に劣る。しかし、これは T4 あるいは T6 処理を行うことで JIS 規格値以上に改善することが可能である。

参 考 文 献

- 1) S. C. Erickson: Proc. 44th Annual World Magnesium Conf., Tokyo, International Magnesium Association, (1987), 39.
- 2) R. Carnahan, R. M. Hathaway, R. Kilbert, L. Pasternak and P. Rohatgi: Proc. the International Symposium on Light Metals Processing and Applications, The Metall. Soc. of CIM, (1993), 325.
- 3) R. Carnahan, R. F. Decker, D. Ghosh, C. VanSchildt, P. S. Frederick and N. Bradley: Magnesium alloys and Their Applications, DGM Informationsgesellschaft, (1992), 69.
- 4) K. P. Young and R. Fitze: Proceedings of the 3rd International Conference on PROCESSING OF SEMI-SOLID ALLOYS AND COMPOSITES. Edited by M. Kiuchi, (1994), 155.
- 5) G. Hirt, R. Cremer, A. Winkelmann, T. Witulski and M. Zillgen: *ibid.*, 107.
- 6) 松井伸司, 関原一敏, 鎌土重晴, 小島 陽: 軽金属, 45 (1995), 15.
- 7) 関原一敏, 大西 智, 鎌土重晴, 小島 陽: 軽金属, 45 (1995), 516.