

半凝固法により作製したAZ91Dマグネシウム合金の組織と機械的性質

長田貢一*1 彦坂武夫*1 木村與司雄*1 黒澤和芳*1

Microstructure and Mechanical Properties of AZ91D Magnesium Alloy Produced by Semi-Liquid Method

Kohichi OSADA, Takeo HIKOSAKA, Yoshio KIMURA and Kazuyoshi KUROSAWA

Technical Consulting Division, AITEC *1

AZ91Dマグネシウム合金を基に、溶湯攪拌を用いた半凝固法により固相率の異なる供試材を作製し、さらに、加工熱処理を行い、機械的性質に優れたマグネシウム合金の開発を試みた。1wt% Ca、0.2wt% Sbを添加した固相率13%の供試材の熱間押出材は、平均固相粒径 $2.7\mu\text{m}$ と最も微細化でき、引張強さが382MPaと高強度であった。圧延材の機械的性質は、固相粒径が熱間押出材よりも若干大きくなったため、幾分低い値を示した。いずれの加工材も鋳造材に比べ著しい強度の改善が図られた。

1. はじめに

実用金属の中で最も軽いマグネシウムは、比強度が高く、電磁遮蔽性、放熱性、寸法安定性、制振性などの特性に優れている。また、プラスチックとの比較では、剛性とリサイクル性に優れている。そのため、電子機器の筐体やカメラのボディなどに広く利用されてきている。さらに、自動車をはじめとする輸送機器においても、軽量化による燃費向上が図れることから、マグネシウム合金の利用が積極的に行われており、今後一層の高機能なマグネシウム合金の開発が期待されている。

半凝固法は、液相線と固相線の間の温度領域で溶湯攪拌して、急冷凝固させる方法であり、液相線以上の温度から凝固させる普通の鋳造法に比べて結晶粒の微細化などが図られ、機械的性質の向上が期待される。

これまでAZ91Dマグネシウム合金を半凝固状態で成形する試みはいくつか報告されているが¹⁾、半凝固法で鋳造した材料を加工熱処理する試みは報告されていない。

本研究は、マグネシウム合金により優れた機械的特性を付与した材料を開発する目的で、機械攪拌を行いつつ半凝固状態に保った溶湯を溶湯鍛造法により鋳造した。さらに熱間押出加工および圧延加工を行うことで組織の微細化を図った。そして、供試材の作製条件、加工材の組織および機械的性質について検討した。

2. 実験方法

2.1 半凝固成形

表1に実験に使用したAZ91Dマグネシウム合金の化学組成を示す。この合金4kgを図1に示す溶湯攪拌装置に装入して1023Kで溶解した後、攪拌羽根で溶湯を攪拌しながら後述する結晶粒微細化剤を0.2wt%添加した。その後溶湯温度を半凝固温度に下げ等温保持した状態で、攪拌により固相組織の球状化と微細化を図った。

表1 AZ91Dマグネシウム合金の化学組成

| (wt%) | | | | | | | | |
|-------|------|------|-------|--------|-------|-------|--------|-----|
| Al | Zn | Mn | Si | Cu | Ni | Fe | Be | Mg |
| 9.22 | 0.71 | 0.21 | 0.030 | 0.0012 | 0.001 | 0.003 | 0.0011 | Bal |

溶湯温度は、923、863、853、843K、攪拌条件は、攪拌羽根回転数3.3、6.7、10、13.3 s^{-1} 、攪拌時間3.6、7.2、10.8ksとした。溶解中は溶湯の酸化と燃焼を防止するため、Caを0~2wt%添加した³⁾。また、CO₂とSF₆を10:1に混合したガスをステンレス製のつぼの上部から吹き付けてシールドした。

次に、溶湯温度、攪拌条件および結晶粒微細化剤が固相や共晶組織に及ぼす

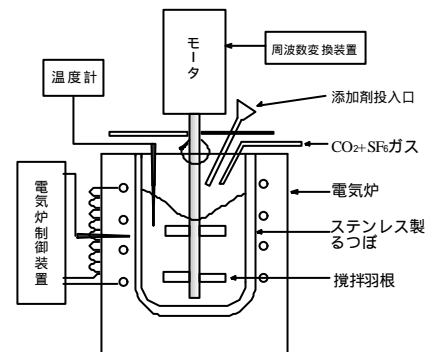


図1 溶湯攪拌装置

*1技術支援部加工技術室

影響を調べるため、半凝固状態の溶湯を小型ステンレス製るつぼで汲み出し、直ちに水中急冷して組織観察用の試料を採取した。

供試材の作製は、150tf溶湯鍛造機により100MPaで加圧鋳造し、65×120mmの鋳造材を得た。溶湯量は約700g、金型温度は573Kとした。

2.2 熱間押出加工

供試材を60×100mmに切削した後、酸化防止のためアルミ箔でくるみ²⁾、643Kに予熱し、コンテナ温度593K、押出比56で熱間押出加工し、8mmの丸棒にした。

また、Ca添加の効果を確かめる実験では、押出比36で10mmの丸棒に加工した。

2.3 圧延加工

2.2節の8mmの熱間押出材を6×45mmに切削した。圧延加工は、単ロール式圧延装置によるバック圧延法²⁾で行った。まず、供試材を573Kに1.8ks保持し、1パスひずみ量0.1%で圧延した。その後1パスごと再加熱、0.3ks保持、加工を繰り返す操作を行い、最終板厚0.8mmまで加工した。

2.4 熱処理

いずれの加工材も電気炉中で688Kに86.4ks保持して溶体化処理を行った後水中急冷し、さらに443Kに61.2ks保持後炉冷して時効硬化させるT6熱処理を行った。なお、加工材の酸化防止のため、溶湯の溶解中と同様に流量比100:1のCO₂とSF₆の混合ガスを電気炉中に流した。

2.5 組織観察

試料の組織観察は、耐水研磨紙で粗研磨した後アルミナ懸濁液により鏡面仕上げし、AZ91D(T6熱処理材)用腐食液³⁾(酢酸20ml、硝酸1ml、エチレングリコール60ml、および蒸留水90mlを混合した水溶液)により腐食した後、光学顕微鏡により行った。

2.6 引張試験

引張試験は、T6熱処理後の試料から試験片を作製し、室温においてインストロン型引張試験機を用いて引張速度0.033mm/sで行った。試験片の寸法を以下に示す。

熱間押出材は、平行部径6mm、標点間距離21mmとし、Ca添加量を変えた試験片は平行部径8mm、標点間距離25mmとした。

圧延加工材は、平行部幅4mm、厚さ0.8mm、標点間距離10mmとした。

3. 実験結果および考察

3.1 半凝固成形条件の検討

3.1.1 Ca添加の影響

半凝固成形時に溶湯の燃焼および酸化防止⁴⁾のために添加したCaが組織と機械的性質に及ぼす影響を調べた。

図2に、Ca無添加および1wt%Ca添加した時の組織を示

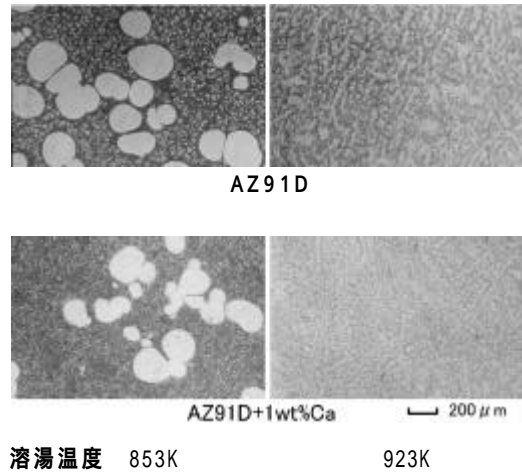


図2 Ca添加が組織に及ぼす影響
溶湯温度 853K 923K

す。固相を晶出した853Kでは、Ca添加が固相粒径に及ぼす影響は小さいことが分かる。また、Caの添加によりいずれの溶湯温度の場合も共晶組織(Mg₁₇Al₁₂)の微細化が図られた。

図3に、Ca添加量と引張強さ、0.2%耐力および伸びとの関係を示す。Ca添加量が増加すると、引張強さ、0.2%耐力ともに微減し、伸びは増加している。

一般にCaを添加すると、引張強さは低下するといわれている。すなわち、ラメラ状の化合物(AlCa)が晶出し、硬く脆いMg₁₇Al₁₂の晶出が減少するためである⁴⁾⁵⁾。

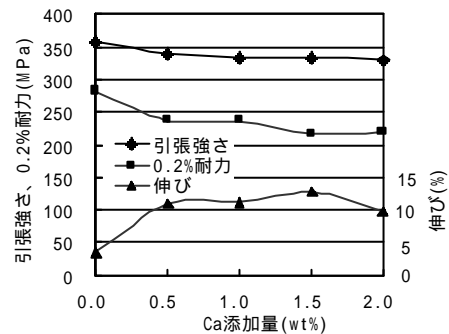


図3 Ca添加量と引張強さ、0.2%耐力および伸びの関係 (熱間押出材、T6熱処理)

一方、T6熱処理によるAlCaの粒状化の促進が伸びを向上させているものと考えられる。この結果から、Caの添加は、1wt%程度の添加量では機械的性質にはあまり影響しないと言える。そこで、以後の実験では1wt%Caを添加した。

3.1.2 組織微細化剤

一般に鋳造時に微細化剤を添加すると、組織が微細化して材料の機械的性質が向上する。マグネシウム合金についても種々の微細化剤が用いられている。そこで、C(C&I)、Na、Sb、Li、Sr、Sn、Teを添加し、組織に及ぼす影響を調べた。溶湯温度853K、攪拌羽根回転数10s⁻¹、

攪拌時間3.6ksの条件で溶製した時の溶湯性状および急冷凝固試料の固相粒径と共晶組織を各々比較した。その結果、微細化に優れていたのはC、Na、SbおよびLiであった(いずれも固相粒径は120~140 μm で、共晶組織も微細化された。)が、その中でも溶湯の酸化物の発生が少なかったのは、NaおよびSbであった。Naは反応性が高く取り扱いには危険が伴うので、本実験ではSbを採用した。

3.1.3 溶湯温度

半凝固成形したAZ91D合金およびAZ91D合金に1wt%Caを添加した合金を示差熱分析した結果、いずれも868Kから初晶が晶出し始めることが分かった。

この結果をもとに溶湯温度を833~868Kと変化させて、各々を急冷凝固させたときの固相粒径と固相率の関係を調べた。その結果を、図4に示す。

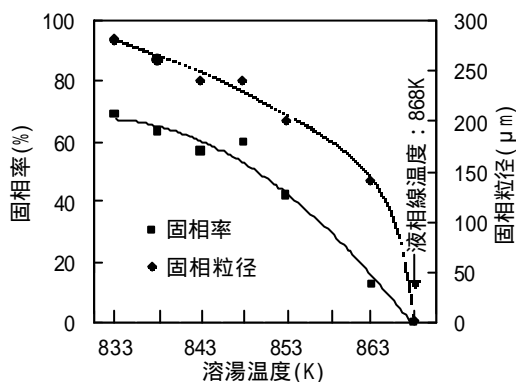


図4 溶湯温度と固相率および固相粒径との関係

固相率の863~868Kの緩やかな変化に対して、固相粒径は急激に変化している。これは、攪拌装置の都合上、液相線付近での急冷が困難であり、微細な初晶ができなかったためと思われる。

そこで、鑄造材を作製することが可能な溶湯温度923K(固相率0%)、863K(13%)、853K(42%)、843K(56%)を選択し、以降の実験を行った。

3.1.4 攪拌時間および攪拌羽根回転数

攪拌羽根回転数を変えたときの攪拌時間と固相粒径との関係を図5に示す。いずれの回転数でも攪拌時間の経過とともに固相粒径が大きくなることが分る。しかし、短時間の攪拌では球状化が十分ではなく、長時間攪拌により、図2の溶湯温度853Kの組織で示したように球状化した。そこで、攪拌時間としては固相の粒形が球形に近くかつ固相の粒径も比較的小さい17.2ksを選んだ。

ところで、図5で、攪拌羽根回転数が多いほど溶湯の攪拌力により固相粒径が小さくなると予想されたが、13.3 s^{-1} を除いて回転数が低いほど小さくなった。比較的低回転数では固相同士が衝突する際に破碎されるのではな

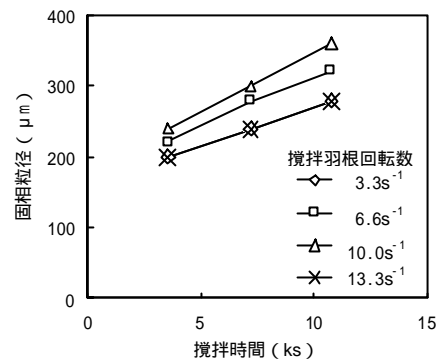


図5 攪拌羽根回転数および攪拌時間が固相粒径に及ぼす影響(溶湯温度:853K)

く、むしろ固相の融合化が促進されるために粒径が大きくなる傾向にあり、一定以上の回転数では固相同士の衝突力がお互いを破碎するのに十分な攪拌力になり固相粒径が減少したと考えられる。したがって、固相粒径も小さく、攪拌力が大きい13.3 s^{-1} が望ましいが、今回の攪拌装置の能力では、回転力によって生じる軸ぶれ振動で溶湯の飛散やシールドガスの破れが生じる危険性がある。そのため固相粒径は比較的大きいが、攪拌力が大きく球状化の効果が得られる10 s^{-1} を選んだ。

3.2 加工材の組織および機械的性質

3.2.1 熱間押出材

図6に、T6熱処理した各固相率の熱間押出材を押出方向に平行に観察した組織を示す。白く見える部分が固相部、黒い帯状に見える部分が共晶部である。ただし、固相率0%はすべて共晶部である。

いずれの場合も再結晶した微細組織が見られる。固相部の微細化の程度は固相率により変化することが分かる。すなわち、鑄造時に大きな固相を持つ組織は、再結晶により微細化される効果が小さい傾向がある。その結果、最も微細化されたのは固相率13%で、平均固相粒径2.7 μm であった。続いて、42%が4.7 μm 、56%が10 μm で、0%は34 μm であった。

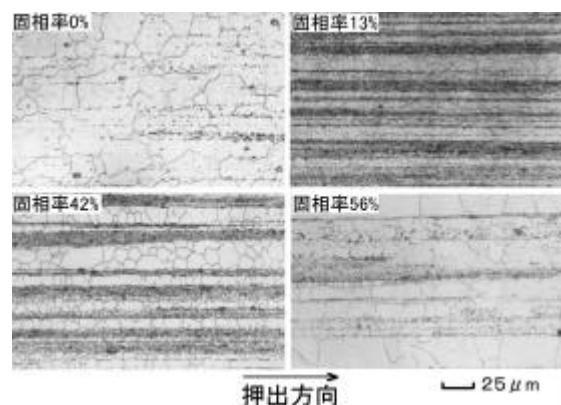


図6 熱間押出材の組織(T6熱処理)

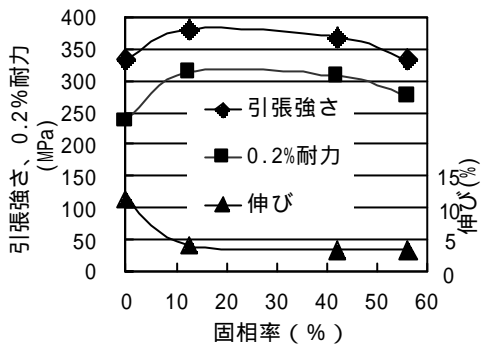


図7 固相率と引張強さ、0.2%耐力および伸びとの関係 (熱間押出材、T6熱処理)

図7は、固相率と引張強さ、0.2%耐力および伸びの関係を示す。固相率0%材は、引張強さ、0.2%耐力がそれぞれ334MPa、231MPaであった。最も微細な組織が得られた固相率13%材は引張強さ382MPa、0.2%耐力314MPaであった。引張強さのピークは固相率13%付近にあると思われる。図6の組織の微細化度合からも分かるように、固相率56%以上では引張強さが低い値を示した。

一方、固相率0%材の伸びは11%が得られ、その他の場合は3%程度であった。

3.2.2 圧延材

図8は、T6熱処理後の圧延材の各固相率の組織写真を示す。組織は、熱間押出材と同様に固相率13%材が最も微細化されたが、微細化の効果は予想外に小さかった。これは、加工時に長時間にわたり予熱(573K)したことや加工時の変形ひずみが小さかったためと考えられる。

図9は、圧延材の固相率と引張強さおよび伸びとの関係を示す。熱間押出材の場合と同じ傾向が見られた。引張強さは、固相率13%付近にピークが認められた。伸びは固相率0%が12%で、熱間押出材とほぼ同じである。他はいずれの固相率の場合も5~6%で、熱間押出材に比べ少し改善された。

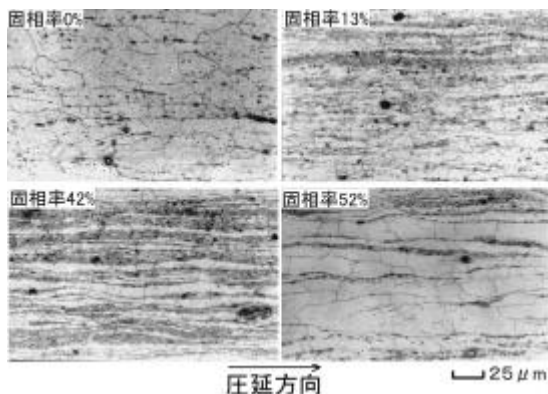


図8 圧延材の組織 (T6熱処理)

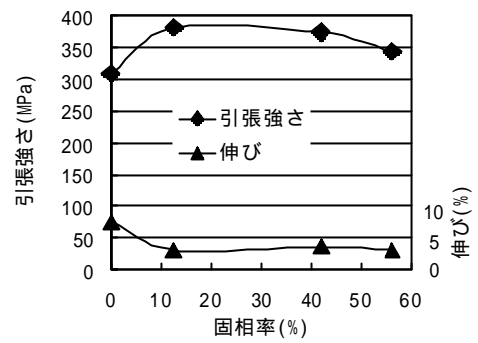


図9 固相率と引張強さおよび伸びの関係 (圧延材、T6熱処理)

4. 結び

マグネシウム合金AZ91Dを用い、溶湯攪拌による半凝固成形法により作製した供試材の熱間押出や圧延などの加工熱処理を行い、組織および機械的性質について検討した。今回は、固相率が3水準のみの検討であったが、溶湯の温度管理の精度を上げて水準を増やし詳細なデータを採取し、さらに、装置の剛性を改良して広範な半凝固成形条件を探れば、固相率13%材(溶湯温度863K)よりも引張強さ、0.2%耐力および伸びの高い材料が得られると思われる。

また、本技術の応用については、マグネシウム合金のセラミック微粒子との複合化による強度、耐摩耗性等の向上によって高機能部材の創製の可能性があり、今後検討していきたい。

文献

- 1) 例えば、人見, 由浅, 鎌士, 小島: 軽金属; 42(9), 504(1992)
- 2) 彦坂, 木村, 川本, 黒澤: 愛知県工業技術センター報告; 31, 59(1995)
- 3) 日本マグネシウム協会, (財) 素形材センター: マグネシウム鋳物の組織制御技術に関する技術開発報告書(), P58(1997), 日本マグネシウム協会, (財) 素形材センター
- 4) 秋山茂: 鋳物; 66, 38(1994)
- 5) 荒木, 加勇田, 鎌士, 小島: 軽金属; 51(11), 608(2001)