

# 半凝固 A7075 アルミニウム合金ビレット及び AZ91D マグネシウム合金 インゴットの半溶融押出しと押出し材の特性評価

富山県立大学 総合研究所

助教授 上谷保裕

(平成 12 年度研究開発助成 AF-2000014)

キーワード: 半溶融押出し, 難加工性アルミニウム合金半凝固ビレット, AZ91D マグネシウム合金

## 1. 研究の目的と背景

アルミニウム合金の半溶融押出しにおいては、ビレットの変形抵抗の低下、流動性の増加、工具間との摩擦抵抗の低減などの熱間押出しに比較して優れた長所があり、加工装置・設備の小型化にも絶大の効果が期待されている<sup>1)</sup>。また、この特徴を生かすことにより、薄肉・小型・複雑断面形状製品の製造が可能とされており、半溶融押出し加工プロセスの確立が望まれている<sup>1)</sup>。

半溶融押出しに関する研究は、既に木内らにより試みられている<sup>2)4)</sup>。彼らは、難加工材の代表である 7075 アルミニウム合金や 2000 系及び 5000 系の展伸用アルミニウム合金を用いて半溶融押出しを行い、表面状態が健全な棒材や管材の製造が可能であることを示している。しかし、半溶融押出し材の強度や伸びなどの機械的性質の詳細は明らかにされていないし、用いた素材ビレットが鋳塊ではなく、熱間押出し棒であり、半凝固・半溶融加工において、一般に必要とされる非樹枝状の微細組織<sup>5)</sup>を有するビレットを用いた実験はなされていない。また、現在までのところ、半溶融押出しにおいて、ダイス冷却の効果<sup>6)</sup>といった加工プロセス上の課題以外には、押出し性や押出し材の機械的性質に及ぼすビレット組織の影響はほとんど考慮されていない。

著者は、難加工材である高強度展伸用アルミニウム合金や過共晶組成の Al-Si 系鋳造用合金の半溶融押出しにおいても、半溶融加工に適した非樹枝状の微細組織を有する半凝固ビレットを使用した方が良いとの観点から、単純な機械攪拌法でそれらの合金ビレットの連続鋳造を試みてきた。その結果、7075 アルミニウム合金や過共晶系の A390 アルミニウム合金において、半凝固ビレットの連続鋳造が可能となった<sup>7)8)</sup>。そこで、本研究においては、これらの半凝固ビレットと通常の鋳造組織を有するビレットを用いて半溶融押出しを行い、ビレット組織の違いによる押出し性を比較した。また押出し材の機械的性質や、7075 アルミニウム合金では時効特性も調べて、通常の熱間押出し材の場合も含めて比較検討を行った。

一方、近年、構造用金属材料の強靱化に超高加工度の加工を加えることで、成果が挙げられているが、従来の固体状態での加工とは異なり、半溶融状態で加工された状態をもたらす半溶融押出しが一つの新しい特性改善プロセスとなる可能性については確認されていない。従って、

本研究においては、難加工性の AZ91D マグネシウム合金についても、半溶融押出しを行い、押出条件による押出材の機械的性質の変化を調べて、半溶融押出しによる特性改善効果を検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試料

半凝固ビレットは表 1 に示す化学組成の 7075 と A390 アルミニウム合金の DC ビレットを再溶解して、機械攪拌を併用した型半連続鋳造装置を用いて直径 51mm の細棒として鋳造した。図 1 は、未攪拌と攪拌した半凝固ビレットの縦断面マイクロ組織であり、7075 合金半凝固ビレットでは未攪拌の樹枝状組織に比べて微細、粒状化しており、平均粒径が 30 $\mu\text{m}$  程度となっている<sup>7)</sup>。また、A390 合金半凝固ビレットでは、初晶シリコン粒子に少し凝集が見られるが、非樹枝状晶、粒状化しており<sup>8)</sup>、いずれの半凝固ビレットも半溶融加工に適したマイクロ組織となっている。AZ91D マグネシウム合金は、表 2 の化学組成のインゴットを SF<sub>6</sub> ガス雰

表 1 使用した DC ビレットの化学組成 (mass%)

合金	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Ti	Mn	Zr	Al
7075	5.37	2.44	1.56	0.00	0.01	0.00	0.00	0.21	Bal.
A390	-	1.10	4.50	0.50	14.8	0.03	0.20	-	Bal.

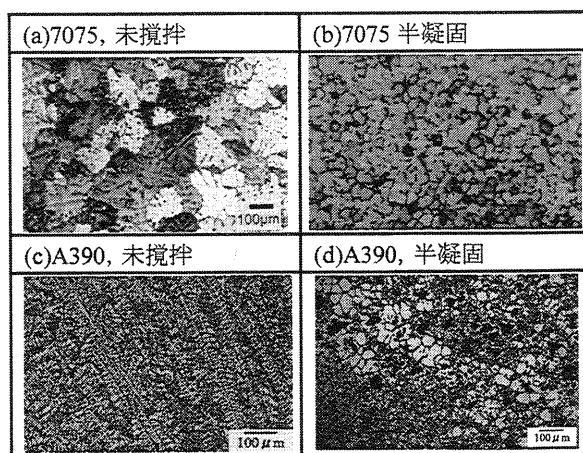


図 1 供試材のアルミニウム合金ビレットの縦断面マイクロ組織

囲気下で溶解し、直径 32mm の棒状鋳塊に鋳造した。こ

れらから、機械加工により直径 30mm で高さが 40mm の円柱試料を作製し、半溶融押し用の試料とした。

表 2 使用したマグネシウム合金インゴットの化学組成 (mass%)

合金	Al	Zn	Mn	Si	Cu, Ni, Fe, Be	Mg
AZ91D	9.12	0.74	0.21	0.027	<0.01	Bal.

## 2.2 半溶融押し

アルミニウム合金半凝固ビレットについては、昇温の熱分析曲線から得られた固液共存温度域、また、AZ91D マグネシウム合金鋳塊では平行状態図の固液共存温度域に基づいて押し温度範囲を決定した。表 3 には、各合金の押し温度、押し比及びラム速度の各条件を示す。図 2 の模式図のような容量 20t の縦型プレスを用い、高周波誘導加熱炉により、試料下部で測温しながら目的温度に約 600s で昇温させて 300s 保持後、各押し条件で主として丸棒の押しを行った。また、7075 合金では、厚さが 1mm で幅が 20mm の板の半溶融押しも試みた。

表 3 各合金の半溶融押し条件

合金	7075	A390	AZ91D
温度, $T$ / $^{\circ}\text{C}$	540, 560, 580, 600, 615	515, 535, 550, 557	475, 500, 525, 550
押し比, $R$	36, 144, 36**	25, 36, 144	36, 100
ラム速度, $V$ / $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	5, 10, 20	10, 20	0.5, 1, 5, 10

\*\* 断面形状:  $1\text{mm}^t \times 20\text{mm}^w$

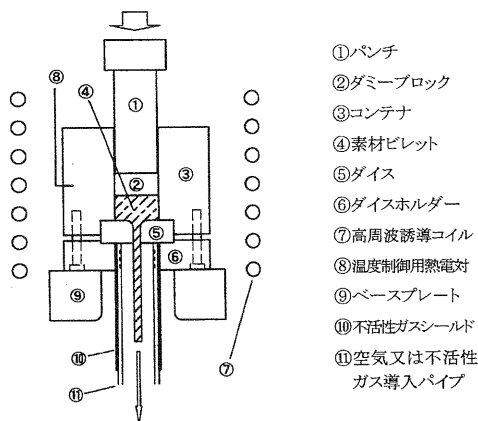


図 2 半溶融押し装置の模式図

## 2.3 押し材の諸特性の評価

いずれの押し材も主に縦断面について顕微鏡による組織観察を行った。引張試験は平行部直径 3mm, 平行部長さ 18mm に機械加工した試験片を用いて室温にて引張速度  $1.67 \times 10^{-6} \text{ms}^{-1}$  で行った。

## 3. 実験結果と考察

### 3.1 7075 アルミニウム合金

#### (a) ダイス形状とダイス冷却の影響

小型半凝固鋳塊を用いて半溶融押し(以下、押しとする)を行った既報<sup>9)</sup>において、ラム速度を  $V=5\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$  と上げたときに発生した、ダイス穴が平行でベアリング長さ 15mm のダイスによる押し材の表面割れは、ダイス穴にダイス上部に広がった  $2^{\circ}$  の傾斜を付けることで、割れ発生が抑制され、健全な表面状態となった。本半凝固ビレットは、小型半凝固鋳塊に比べて、平均粒径が細かく、かつかなり均一な粒状組織であるので、流動性も良いと思われた。そこで、通常の熱間押しの場合と類似したベアリング長さ 3mm のダイスも使用して、 $T=560^{\circ}\text{C}$ ,  $R=36$ ,  $V=5\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$  で丸棒の押しを行ってみた。傾斜穴を付けたダイスでは押し材に割れは発生しなかったが、予想に反して、ベアリング付きのダイスでは、図 3(a)の未攪拌試料の押し材に見られた表面割れと類似した割れが生じた。ダイス底部に圧縮空気を吹き付けることによるダイス冷却を効かせて、割れ発生を抑制しようとしたが、ほとんどその効果は見られなかった。従って、丸棒押し用のダイス穴形状はダイス上部に向かって  $2^{\circ}$  程度広がった傾斜が付いたものが最適で、特に強制的なダイス冷却は不要と考えられた。7021 合金熱間押し棒を素材とした押しにおいて、ダイス冷却を行った報告<sup>11)</sup>があるが、本半凝固ビレットを素材とする場合には冷却が不要であり、特筆できる。

#### (b) 丸棒押しに及ぼす素材組織の影響

傾斜穴の付いたダイスを用いて、先ず、 $V=5\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$  と  $R=36$  とを一定にして、 $T=540\sim 615^{\circ}\text{C}$  で、未攪拌と半凝固試料を押ししてみた。未攪拌試料の押しにおいては、 $T=540\sim 600^{\circ}\text{C}$  では、いずれの温度においても、図 3(a)に示すように押し材表面には割れ(矢印)が無数に入っていた。図 3(c)の  $T=615^{\circ}\text{C}$  では、割れは発生しなくなったが、矢印の箇所のように、部分的に凝固表面のようになって直径が細くなっていた。これは、液相が多くなることで流動性が上がって割れにくくとも、固相と液相が均一に混ざらず、固相率が下がったために生じたと推測される。これに対して、半凝固試料では、図 3(b), (d)のように、

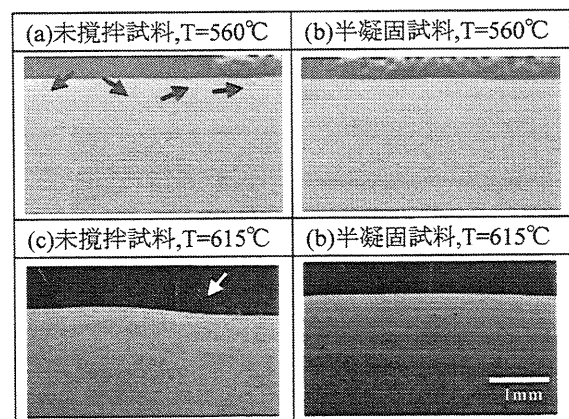


図 3 7075 アルミニウム合金の押し材 ( $V=5\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $R=36$ ) の表面状態

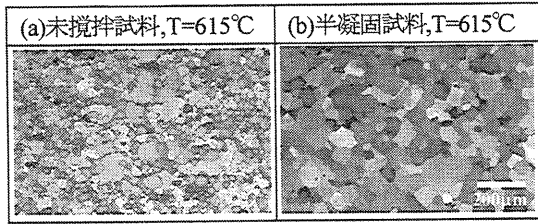


図 4 7075 アルミニウム合金の押出し材 ( $V=5\text{mm/s}^{-1}$ ,  $R=36$ ) の縦断面マイクロ組織

典型例を示すように、すべての温度範囲で表面に割れの無い押出し材となっていた。図 4 は、図 3(c), (d) の押出し材のマイクロ組織であり、半凝固試料は押出し前に比べて粗大化しているが、かなり均一な組織となっている。これに対して、未攪拌試料では微細な領域と粗大な組織が混在して不均一な組織となっており、このような半凝固と未攪拌試料の押出し材におけるマイクロ組織の特徴は、押出し温度が違って、温度が低いほど平均粒径が細かいという相違を除いて、類似していた。既報<sup>9)</sup>において、 $V=2\text{mm/s}^{-1}$  と今回よりもラム速度が遅かったが、やはり割れが発生した押出し材のマイクロ組織は不均一となっていた。この要因は粗大な固相粒子による流動性の悪さにと関係すると推察した。今回の  $V=5\text{mm/s}^{-1}$  でも未攪拌試料の押出し材は不均一な組織となっており、割れ発生は同様の要因によると考えられた。

図 5 は、半凝固試料を用いて、 $V=5\text{mm/s}^{-1}$  で  $T=580^\circ\text{C}$  において、 $R=144$  のかなり高い押し比で押し出したときの押出し材を示しているが、表面が割れの無い健全な押し出しが可能であった。表 4 は、本実験の各種条件で押し出したときの、表面状態をまとめたものである。本実験の押し出し条件では、 $V=20\text{mm/s}^{-1}$  の高速では範囲はかなり狭くなるが、半凝固試料のみが健全な押し出し材が押し出し可能であり、半熔融押し出しにおいても、通常の半熔融加工のように非樹枝状の微細組織素材が有効であることが確認された。

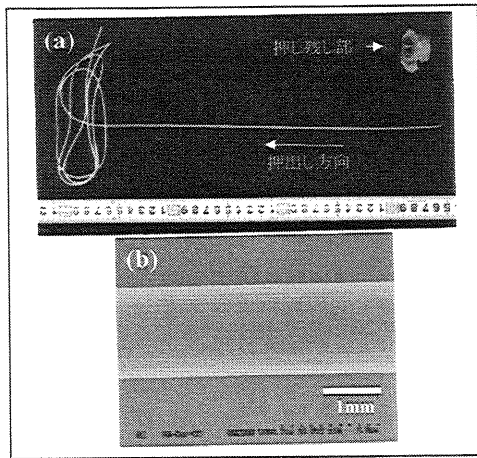


図 5 7075 アルミニウム合金の押出し材 ( $V=5\text{mm/s}^{-1}$ ,  $T=580^\circ\text{C}$ ,  $R=144$ ) の表面状態

表 4 7075 アルミニウム合金押し出し材の表面状態  $V=5\text{mm/s}^{-1}$

$T/^\circ\text{C}$		540	560	580	600	615
未攪拌	$R=36$	×	×	×	×	×
	$R=144$	×	×	×	×	×
半凝固	$R=36$	○	○	○	○	○
	$R=144$	-	-	○	○	○

$V=10\text{mm/s}^{-1}$

$T/^\circ\text{C}$		540	560	580	600	615
半凝固	$R=36$	○	○	○	○	○
	$R=144$	-	-	○	○	○

$V=20\text{mm/s}^{-1}$

$T/^\circ\text{C}$		540	560	580	600	615
半凝固	$R=36$	×	×	×	○	○
	$R=144$	-	-	-	○	○

○:割れ無, ×:割れ発生, -:荷重不足で押し出し不可

### (c) 時効特性と機械的性質

図 6 は、半凝固試料の押し出し材 ( $T=560^\circ\text{C}$ ,  $R=36$ ,  $V=5\text{mm/s}^{-1}$ ) の時効硬化能を調べたものである。図中の液相の流出が著しかった  $V=0.2\text{mm/s}^{-1}$  の押し出し材と比べて、時効硬化能が大きく改善されており、ラム速度が  $5\text{mm/s}^{-1}$  以上では液相の流出がかなり防止されたことによると思われる。また、図 7 は、ピーク強度時における押し出し材と熱間押し出し材の透過電子顕微鏡像であり、両者の析出物の

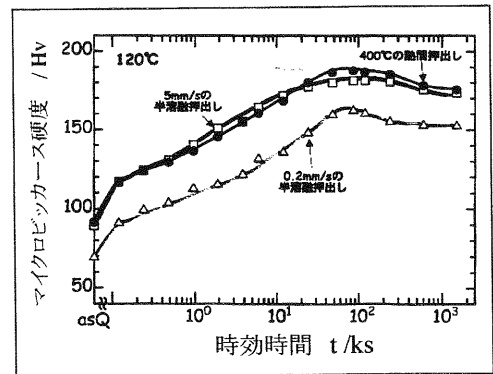


図 6 7075 アルミニウム合金の各種押し出し材の時効曲線

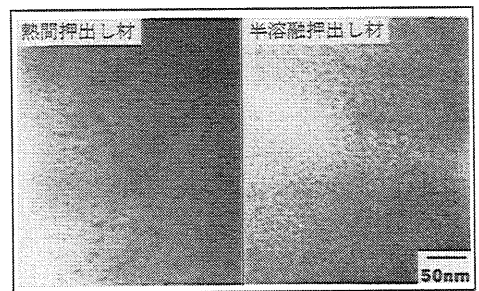


図 7 7075 アルミニウム合金押し出し材の透過電子顕微鏡像

大きさや分布状態にほとんど相違が無く、時効硬化特性が同一と考えられる。このピーク強度時(T6)の各試料を引張り試験したときの応力-ひずみ曲線が図8であるが、強度はやはり熱間押し材のそれに匹敵している。しかし、伸びが小さく、延性の改善が今後の検討課題である。

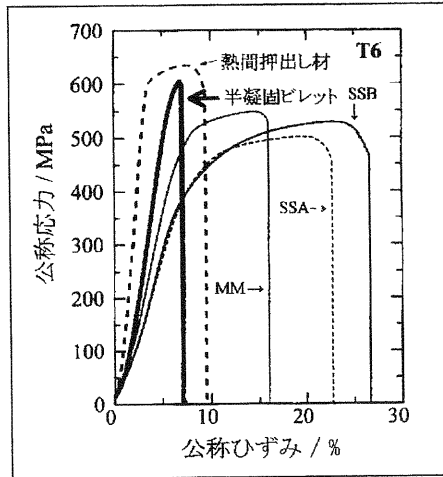


図7 7075 アルミニウム合金の各種押し材の T6 処理後の応力-ひずみ曲線(MN:未攪拌, SSA:半凝固鑄塊, SSB:半凝固ピレット,  $V=0.2\text{mm/s}^{-1}$ )

(d)板の押し

半凝固ピレットを素材とし、厚さが 15mm で丸棒用の穴に付けたのと同様の素材側に広がった傾斜したベアリング面を持つ半割ダイスを用いて、 $T=560^\circ\text{C}$ ,  $V=5\text{mm/s}^{-1}$  の押し条件で厚さ 1mm, 幅 20mm の板の押しを試みた。その結果、熱間押しの場合に類似した端割れが発生し、健全な押し板が得られなかった。熱間押しにおける端割れを抑制するのに、フローガイドが有効<sup>10)</sup>とされているので、本押しにおいても、板の断面各部に流入する素材の流速が大体同じになると思われる穴形状のフローガイドを製作して、再度押しを行った。このフローガイドによって端割れの発生は少し減少したが、改善効果が小さく、フローガイドの穴形状は勿論、厚さも含めて再検討が必要である。

3.2 A390 アルミニウム合金

(a)丸棒押しに及ぼす素材組織の影響

表5は、 $V=10\text{mm/s}^{-1}$  の場合における押し材の表面状態

表5 A390 アルミニウム合金押し材の表面状態  $V=10\text{mm/s}^{-1}$

$T/^\circ\text{C}$		515	535	550	557
未攪拌	$R=25$	○	○	△	△
	$R=36$	○	○	△	△
	$R=144$	○	○	○○*	○○*
半凝固	$R=25$	○	○	○	○
	$R=36$	○	○	○	○
	$R=144$	○	○	○○*	○○*

○(○\*:  $V=20\text{mm/s}^{-1}$ ):割れ無, △:膨れ発生

態をまとめたものである。7075 アルミニウム合金の場合と異なり、A390 アルミニウム合金では大半の押し条件下において、素材組織の相違が押し材の表面状態に及ぼす影響はほとんど見られず、表面割れのない健全な押しが可能であった。特に $R=144$ の高押し比においても、未攪拌及び半凝固試料のいずれも、図8のようなコイル状の押し材が得られた。 $T=550$ と $557^\circ\text{C}$ で、 $V=20\text{mm/s}^{-1}$ の押しを行ったが、これらの場合も全て表面割れの無い押しが可能であった。しかし、未攪拌試料において、 $T=550$ と $557^\circ\text{C}$ の押しでは、 $R\leq 36$ の場合に、図9(a)に矢印で示すように表面に膨れが生じた。また、この膨れの発生原因は現在不明であるが、図9(c)のように膨れた箇所下部近傍では大きいポア(矢印)が存在していた。

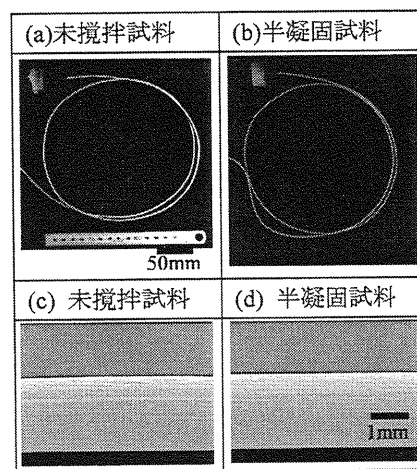


図8 A390 アルミニウム合金の押し材 ( $V=10\text{mm/s}^{-1}$ ,  $T=550^\circ\text{C}$ ,  $R=144$ ) の表面状態

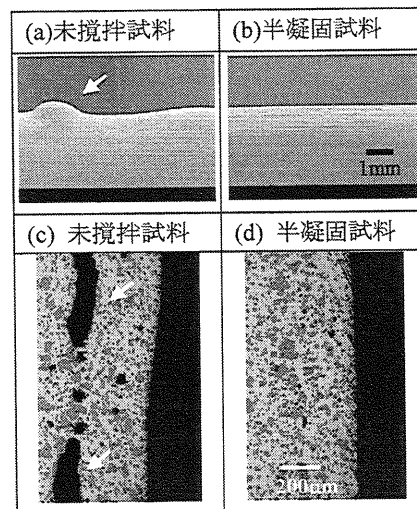


図9 A390 アルミニウム合金の押し材 ( $V=10\text{mm/s}^{-1}$ ,  $T=550^\circ\text{C}$ ,  $R=36$ ) の表面状態と縦断面マイクロ組織

図10は、未攪拌と半凝固試料における押し材の典型的な縦断面マイクロ組織である。押し温度の増加に伴って

少し粗大化するが、いずれも初晶シリコン粒子が小さくなっており、半凝固試料の押し出し材では $\alpha$ 粒子の粒状化が見られるもの両者に大きい相違は見られない。

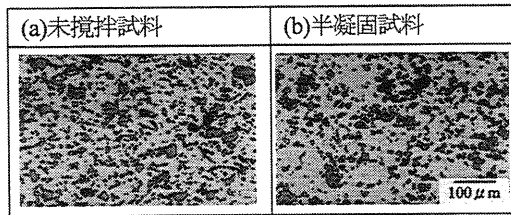


図 10 A390 アルミニウム合金の押し出し材 ( $V=10 \text{ mms}^{-1}$ ,  $T=530^\circ\text{C}$ ,  $R=36$ ) の縦断面マイクロ組織

### (b)機械的性質

表 6 は、 $T=515$  と  $550^\circ\text{C}$  において  $R=36$ ,  $V=10 \text{ mms}^{-1}$  で押し出した F 材の引張り試験の結果を DC 及び半凝固鑄造材の結果とともにまとめたものである。半凝固試料の  $T=515^\circ\text{C}$  押し出し材では強度が最も高く、特に伸びが他に比べて 2% 近くと大きく向上している。従って、押し出し材の健全性では、未攪拌と半凝固試料の押し出し材にはほとんど差異は見られないが、機械的性質、特に延性の点で後者が優れており、A390 アルミニウム合金の押し出しにおいても、半凝固ビレットを素材とした方が良い。しかし、高温になると、強度、伸びともに劣化し、その要因は初晶シリコン粒子の粗大化によると推察しているが、高温での押し出しは不適當と結論される。

表 5 A390 アルミニウム合金押し出し材 ( $R=36$ ,  $V=10 \text{ mms}^{-1}$ ) と鑄造材の機械的性質

試験片	引張り強度 / MPa	伸び / %
DC 鑄造材	~240	~0.5
半凝固鑄造材	~255	~0.6
未攪拌	$T=515^\circ\text{C}$	~250
	$T=550^\circ\text{C}$	~200
半凝固	$T=515^\circ\text{C}$	~290
	$T=550^\circ\text{C}$	~220

### 3.3 AZ91D マグネシウム合金

#### (a)押し出し材のマイクロ組織に及ぼす押し出し条件の影響

7075 や A390 アルミニウム合金で使用したのと同じ形状のダイスを用いて、表 3 に示した種々の押し出し条件で丸棒の押し出しを行った。押し出し材表面の健全性を調べた結果の一例として、図 11 に押し出し温度とラム速度の関係でまとめたものを示すが、半凝固試料でなくても図中に太線で囲ったように、表面割れのない適正加工条件が存在することが見出された。また、これらの押し出し材のマイクロ組織観察例として、図 11 と図 12 に、それぞれ押し出し温度と押し出し比、及びラム速度がマイクロ組織に及ぼす影響を示す。これらより、ラム速度は粒径にほとんど影響を及ぼさないが、押し出し温度が低い場合や押し出し比が高くなると、微細化する

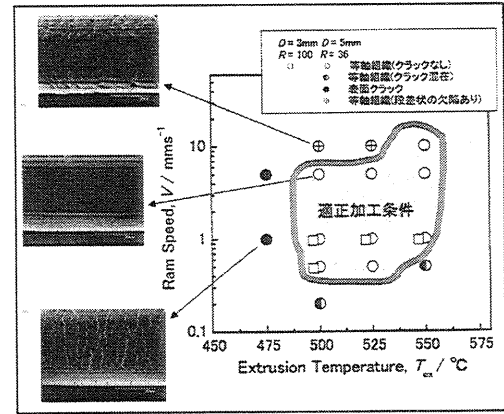


図 11 AZ91D マグネシウム合金の適正押し出し条件

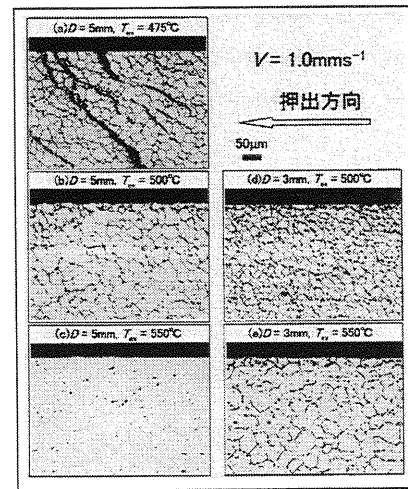


図 12 温度と押し出し比の異なる AZ91D マグネシウム合金押し出し材のマイクロ組織

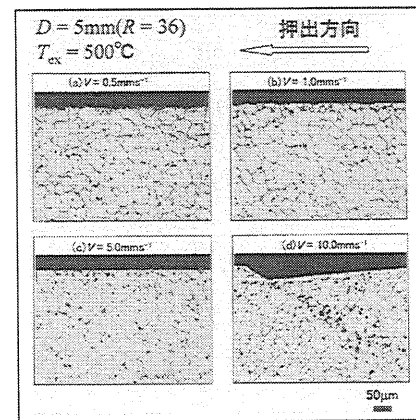


図 13 ラム速度が異なる AZ91D マグネシウム合金押し出し材のマイクロ組織

傾向が見られる。このような傾向を、平均粒径と押し出し温度との関係で見たのが図 14 であり、温度の低下に伴い、 $30\mu\text{m}$  以下にまで微細化している。また、各温度に昇温時の粒径に比べて、いずれの押し出し条件によっても著しく微細化しているのが分かる。

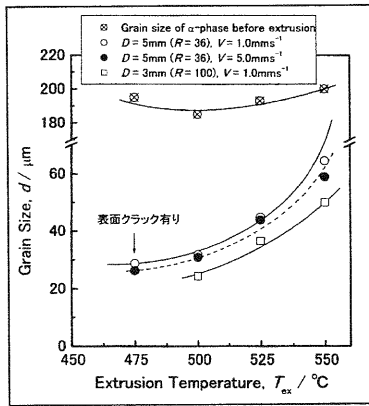


図14 AZ91Dマグネシウム合押し材の平均粒径と押し出し温度の関係

### (b)機械的性質

図15は、図14に対応した押し出し材を引張り試験した結果であり、ダイキャスト材と比較して、押し出し温度が低い場合には強度が300MPa程度に上昇し、特に伸びが20%以上と、ダイキャスト材からは想像できないような高延性が得られている。また、さらに注目すべきは0.2%耐力がより低いことであり、高加工硬化性を示している点である。このことは、押し出しにより薄板が製造できれば、従来铸造用途が主であった本合金でも、プレス成形用素材となることを示唆している。従って、本押し出しは、マグネシウム合金の機械的性質、特に延性改善のための新しいプロセスとして有望と期待できる。

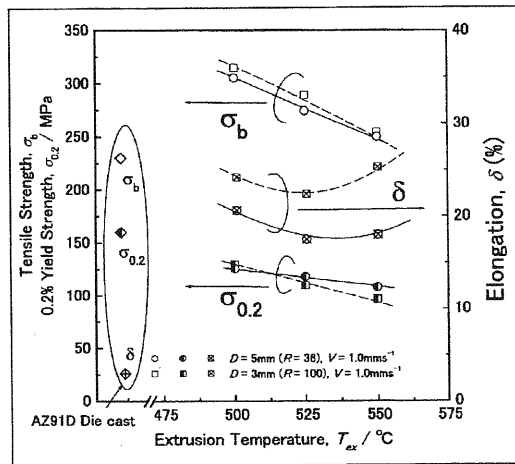


図15 AZ91Dマグネシウム合押し材の機械的性質と押し出し温度の関係

## 4. 結言

半凝固7075, A390アルミニウム合金ビレット及びAZ91Dマグネシウム合金鋳塊を素材として、半熔融下における押し出しを行い、以下の結果が得られた。

出しを行い、以下の結果が得られた。

(1)7075 アルミニウム半凝固ビレットは、未攪拌ビレットに比べて、格段に優れた押し出し成形能を有し、その時効硬化能は熱間押し出し材のそれに匹敵した。

(2)A390 アルミニウム合金半凝固ビレットの押し出し成形能は未攪拌材のそれと大きな差異は見られなかった。しかし、押し出し材の機械的性質は、半凝固ビレットを素材とした方が優れており、特に著しい伸びの改善効果が認められた。

(3)AZ91D マグネシウム合金は、半凝固素材でなくても、適正な押し出し条件を選定すれば、健全な押し出しが可能であった。また、押し出し材はダイキャスト材に比べて、優れた機械的性質、特に伸びの著しい改善効果が得られ、高強度、高延性マグネシウム合金部材の新しい製造法としての可能性が見出された。

## 5. 謝辞

本研究は天田金属加工機械技術振興財団の研究開発助成(AF-2000014)により遂行された。ここに記して深甚な謝意を表す。また、実験の遂行に多大なご協力を頂いた富山県工業技術センター中央研究所 副主幹研究員土肥義治博士、富山合金(株)技術課主任 高木英俊氏並びに当時、富山大学大学院生であった日原樹史君に感謝申し上げる。

### 参考文献

- 1)平成10年度 我が国機械産業に資する非鉄金属産業技術戦略策定に係る調査研究報告書、(社)日本機械工業会 (社)日本アルミニウム協会、(1999), 59.
- 2)木内 学, 福岡新五郎, 新井博雄:塑性と加工, **18**(1977), 633.
- 3)木内 学, 杉山澄雄, 新井博雄:塑性と加工, **20**(1979), 762.
- 4)木内 学, 杉山澄雄, 新井博雄:塑性と加工, **20**(1979), 826.
- 5)難波明彦:軽金属, **45**(1995), 346.
- 6)R. Kopp, H.-P. Mertens, M. Wimmer, G. Winning and N. Witulski: Proc. of the 5th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1998), 283.
- 7)上谷保裕, 高木英俊, 松田健二, 池野 進:軽金属, **50**(2000), 203.
- 8)土肥正芳, 上谷保裕, 高木英俊, 松田健二, 池野 進:軽金属学会第99回秋期大会講演概要, (2000), 97.
- 9)上谷保裕, 早川敦史, 森本英樹, 松田健二, 品川不二雄, 池野 進:铸造工学, **70**(1998), 641.
- 10)高辻則夫, 時沢 貢, 室谷和雄, 松木賢司:塑性と加工, **25**(1984), 1000.