

## マグネシウム合金の casting 組織微細化に関する研究

金森 陽一\*, 家城 悌\*, 尾崎 公洋\*\*, 小林 慶三\*\*

### Grain Refinement of Casting Structure of Magnesium Alloy

by Yoichi KANAMORI, Tei IEKI, Kimihiro OZAKI and Keizo KOBAYASHI

#### 〔要旨〕

マグネシウム合金の casting には結晶粒の微細化処理が必要となるが、現在の6塩化エタンを使う方法では環境面で問題が多い。このため、振動付加による微細化について検討した。その結果、①振動付加により凝固組織は微細化する。②振動付加の平均粒径に及ぼす効果は波のエネルギーにより表すことができる。③波のエネルギーが大きくなるほど平均粒径は小さくなる。④振動子直下5mmの位置では、波のエネルギー $10\text{W}/\text{m}^2$ で平均粒径は約 $70\mu\text{m}$ まで小さくなるが、さらに波のエネルギーを増加させてもその後の微細化の効果は小さい。⑤振動子からの距離が長くなるほど、平均粒径が大きくなることが明らかになった。

#### 1. はじめに

現在、マグネシウム合金において冷却速度の遅い砂型や金型 casting 材では、機械的性質や耐食性を向上させるため、注湯前に結晶粒の微細化処理が行われている。最も一般的な結晶粒微細化処理は6塩化エタン添加法である。しかし、塩素ガス発生の問題から6塩化エタンの使用が今後禁止されることが予想されている。このため凝固組織を微細化するための別の手法の開発が必要となっている。これまで、Al, Znなど多くの金属について凝固組織と振動の関係が研究され、凝固中に振動を付加すると凝固組織は微細化することが知られている<sup>1)</sup>。しかしながらマグネシウム合金についてはほとんど研究されていない。本研究では、マグネシウム合金溶湯に振動を付加させながら凝固させたときの凝固組織に及ぼす振動付加の効果について検討した。

#### 2. 実験方法

供試材には市販のAZ91Dマグネシウム合金を用いた。 $\phi 20\text{mm} \times 90\text{mm}$ の鉄製のつぼに供試材を約16.5g挿入し、電気炉で加熱した。1043Kまで昇温後、鉄製のつぼを加振装置に移し、973K

まで放冷した。図1に加振装置の概略図を示す。振動子は $\phi 8\text{mm}$ の黒鉛製とし、溶湯の液面から5mmの位置まで挿入した。

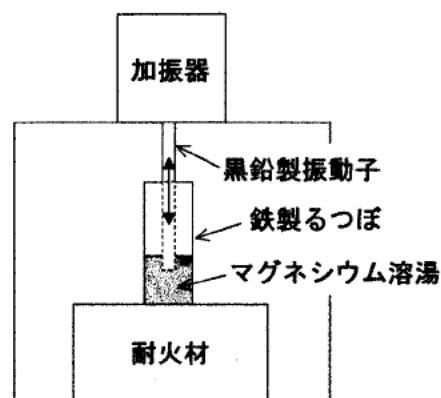


図1 加振装置の概略図

973Kから振動子を上下に振動させ振動付加を開始した。この際の冷却速度は約 $1.3\text{K}/\text{sec}$ である。検討した周波数および振幅の範囲はそれぞれ $0 \sim 500\text{Hz}$ ,  $0 \sim 820\mu\text{m}$ である。ただし、使用した加振器の性能から発生可能な振幅は周波数に依存し、周波数が高くなると振幅は小さくなる。例えば、500Hzでの最大振幅は $33\mu\text{m}$ である。

所定の温度(固相率)まで振動付加した後、水中急冷し組織を固定した。

\* 金属センター研究グループ

\*\* 名古屋工業技術研究所

振動付加凝固実験後の試料については研磨を行い、光学顕微鏡によりマイクロ組織の観察を行った。また、663K×8hの溶体化処理を行い粒界を明瞭にした後、平均粒径を求めた。

### 3 実験結果と考察

#### 3.1 固相率と凝固組織

図2に各種固相率まで振動付加した際の凝固組織を示す。振動付加条件は周波数200Hz、振幅210 $\mu\text{m}$ である。また、観察位置は振動子直下5mmの位置である。それぞれの写真の白い部分が初晶の $\alpha$ 相、黒い部分が急冷前は液相であった部分である。固相率11%では振動付加の有無に係わらず、微細なデンドライトが見られ、

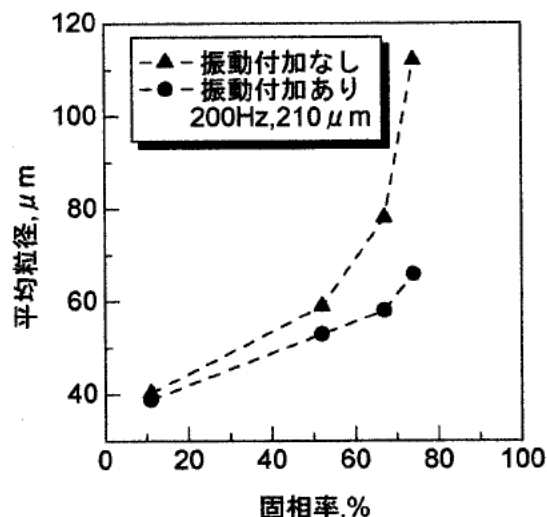


図3 平均粒径と固相率の関係

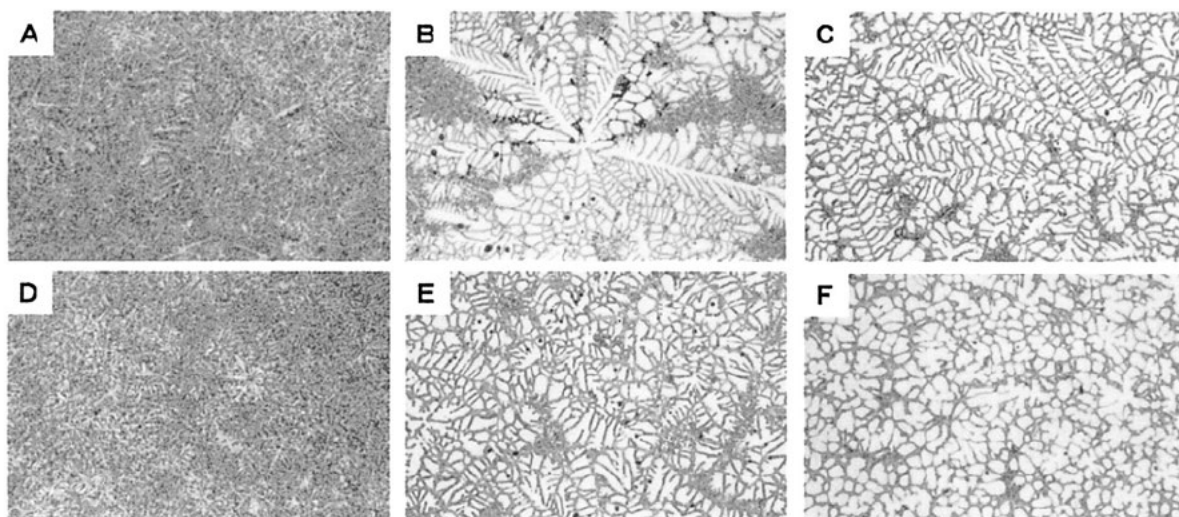


図2 各種固相率まで振動付加した際の凝固組織  
(A)振動付加なし,11% (B)振動付加なし,52% (C)振動付加なし,75%  
(D)振動付加あり,11% (E)振動付加あり,52% (F)振動付加あり,75%

200  $\mu\text{m}$

振動の有無による凝固組織の差は見られなかった。固相率52%では、振動ありなしともにデンドライトが成長しているが、振動付加ありのデンドライトのサイズが小さくなった。固相率75%では、振動付加なしではさらにデンドライトが成長しているが、振動付加ありではデンドライトは小さくなりかつ形状が丸くなった。この結果から振動付加は組織の微細化に効果があることがわかった。

次に、これらの試料を熱処理して平均粒径を求めた結果を示す。図3は平均粒径と固相率の関係である。固相率11%では振動付加の有無に係わらず平均粒径は約40 $\mu\text{m}$ であった。固相率が高くなるに従って、振動付加ありとなしの平均粒径の差は大きくなり、固相率75%では振動

付加なしでは約115 $\mu\text{m}$ 、ありでは約65 $\mu\text{m}$ になった。

この平均粒径の差の理由は他の金属の結果と同様に振動付加による核生成数の増大<sup>2)</sup>、デンドライトの破碎<sup>3)</sup>などが推測されるが、今後さらに詳細に検討する必要がある。

#### 3.2 振動付加条件の影響

図4に各種振動付加条件で固相率75%まで振動付加した際の凝固組織を示す。観察位置は振動子直下5mmの位置である。それぞれの写真の白い部分が初晶の $\alpha$ 相、黒い部分が急冷前は液相であった部分である。振動付加なしでは、巨大なデンドライトが観察された。これに対し、周波数100Hzの結果では、振幅33 $\mu\text{m}$ の凝固組織は振動付加なしとほぼ同じになっているが、

振幅が大きくなるとデントライトは小さくなり丸くなった。また、200Hzでも同様に振幅が大きくなるにつれてデントライトが小さく丸くなった。500Hzでは、振幅が33 $\mu\text{m}$ と小さいにもかかわらず、100Hzや200Hzの結果と比べると巨大なデントライトは少なくなった。この結果から、振動付加条件により凝固組織が変わることがわかった。

図5に、各種周波数における平均粒径と振幅の関係を示す。

図から、すべての周波数において振幅が大きくなると、平均粒径は小さくなることがわかった。また、周波数により傾きが異なり、周波数が大きくなるほど傾きが大きくなっていることがわかった。この結果は、平均粒径は振幅と周波数の両方の影響を受けることを示している。

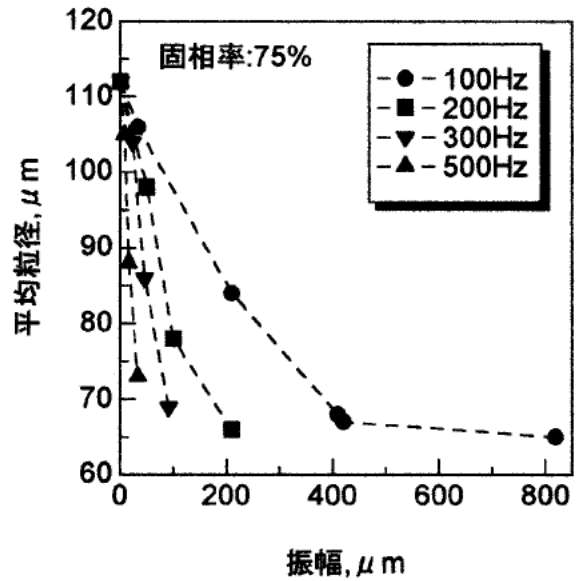


図5 平均粒径と振幅の関係

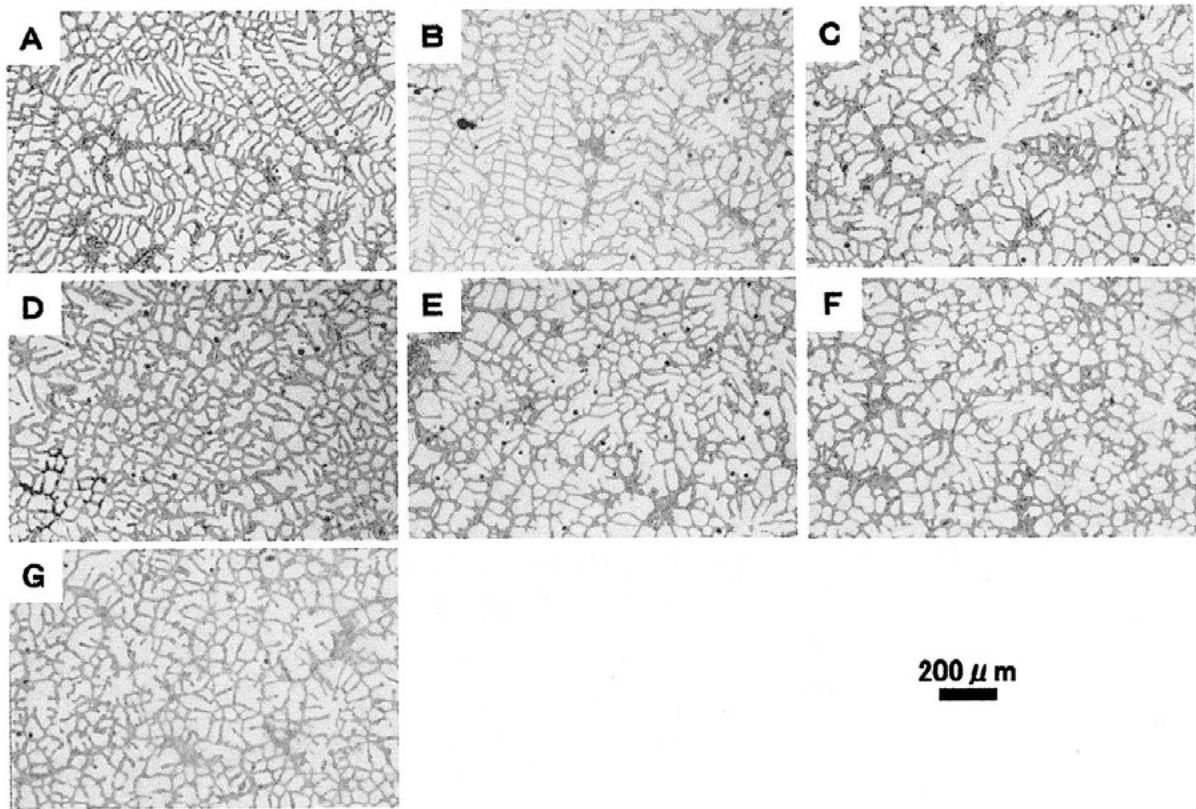


図4 各種振動付加条件で固相率75%まで振動付加した際の凝固組織  
 (A)0Hz (B)100Hz,33 $\mu\text{m}$  (C)100Hz,210 $\mu\text{m}$  (D)100Hz,820 $\mu\text{m}$   
 (E)200Hz,33 $\mu\text{m}$  (F)200Hz,210 $\mu\text{m}$  (G)500Hz,33 $\mu\text{m}$

そこで、振動付加の平均粒径に与える効果を周波数と振幅を併せた1つのファクターで整理することを検討した。今、密度 $\rho$ の溶媒中を周波数 $f$ 、振幅 $d$ 、速度 $v$ の波を考える。波の進行方向に垂直な単位面を単位時間に流れる波のエネ

ルギー $I$  ( $\text{W}/\text{m}^2$ )は式(1)で表すことができる<sup>4)</sup>。

$$I = 1/2 \rho (2 \pi f)^2 d^2 v \quad (1)$$

ただし、次のように3つの仮定を行った。

- ①加振器から発生した波は、AZ91D合金溶湯に損失などなくそのまま伝わる。

従って、式の $f$ と $d$ には加振器から発生した波の周波数と振幅の値を代入する。

②加振器から発生する波は縦波なので、波長は振幅の2倍に等しい。

従って波の速度は $f \times 2d$ で表せる。

③AZ91D合金の溶湯の密度は $1.81\text{g/cm}^3$ 一定とする。

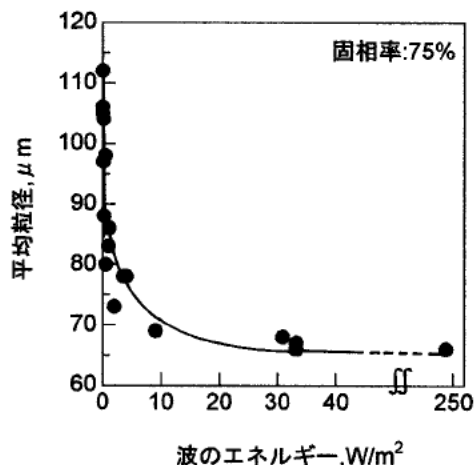


図6 平均粒径と波のエネルギーの関係

図6は図5の振幅と周波数から波のエネルギーを求めて、プロットし直した結果である。

図6をみると、周波数と振幅が異なる条件でも波のエネルギーが大きくなると平均粒径は小さくなっており、一本の曲線で整理できることがわかった。特に、小さいエネルギーであっても急激に平均粒径が小さくなり、波のエネルギー $10\text{W/m}^2$ で平均粒径は約 $70\mu\text{m}$ まで小さくなった。しかし今回の実験範囲では、さらに波のエネルギーを増加させても、その後の微細化の効果は小さく、平均粒径は約 $65\mu\text{m}$ で一定になることがわかった。この結果から、振動付加の平均粒径に及ぼす効果を振幅と周波数の両方の効果を加味した波のエネルギーによりうまく表すことができること、波のエネルギー $10\text{W/m}^2$ で平均粒径は約 $70\mu\text{m}$ まで小さくなるが、さらに波のエネルギーを増加させてもその後の微細化の効果は小さいことがわかった。

### 3. 3 深さの影響

図7に波のエネルギー $247\text{W/m}^2$ (今回の実験の範囲で最大の波のエネルギー)で固相率75%まで振動付加した際の平均粒径と振動子からの距離の関係を示す。今回検討した範囲では振動子からの距離が長くなるほど、平均粒径が大きくなっていることがわかった。この理由としては、液面に近いほど凝固が早く進行するため、

液面から遠くなるほど振動が伝わりにくくなるためであると考えられる。この結果は振動付加による微細化の効果が振動子からの距離により異なることを示している。これは均質な材料を作成する上で問題となる。従って、今後は、振動子からの距離による平均粒径の差をなくすと同時に微細化できる範囲を広げていく必要がある。

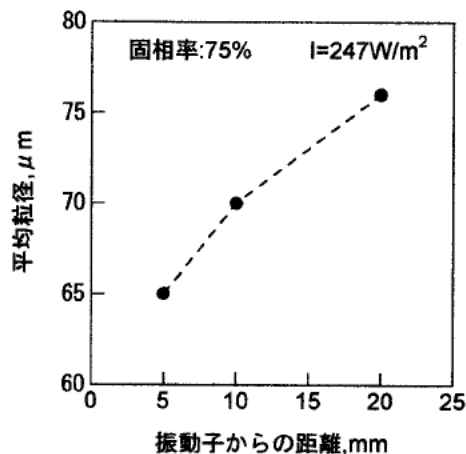


図7 平均粒径と振動子からの距離の関係

## 4. まとめ

AZ91Dマグネシウム合金の凝固時に $0\sim 500\text{Hz}$ の低周波振動を付加した際の凝固組織に及ぼす振動付加の効果を調べた結果、以下のことが明らかになった。

- (1)振動付加により凝固組織は微細化する。
- (2)振動付加の平均粒径に及ぼす効果は振幅と周波数の両方の効果を加味した波のエネルギーにより表すことができる。
- (3)波のエネルギーが大きくなるほど平均粒径は小さくなる。
- (4)振動子直下 $5\text{mm}$ の位置では、波のエネルギー $10\text{W/m}^2$ で平均粒径は約 $70\mu\text{m}$ まで小さくなるが、さらに波のエネルギーを増加させてもその後の微細化の効果は小さい。
- (5)振動子からの距離が長くなるほど、平均粒径が大きくなる。

## 参考文献

- 1)例えば 大谷, 坂井, 星野, 黒沢: 鋳物, 59, p590, (1987)
- 2)岡本, 鈴木訳: 金属の凝固, p258, (1997)
- 3)大野, 早田: 鉄と鋼, 56, p230, (1970)
- 4)物理学事典編集委員会編: 物理学辞典, p108, (1992)