

平成 25 年度 博士論文

その場観察法による耐熱マグネシウム合金の
ダイカスト成形および半凝固射出成形における
凝固割れ感受性評価と凝固割れ発生予測に関する研究

(Evaluation and prediction of solidification cracking susceptibilities
of heat resistant magnesium alloys during die-casting and semi-solid
injection process using in-situ observation method)

平成 26 年 3 月

藤井 敏男

目 次

第1章 緒論	1
1.1 本研究の背景および目的	1
1.2 本論文の構成	3
参考文献	6
第2章 ダイカスト成形における凝固割れに関する従来研究の現状と問題点	7
2.1 従来研究	7
2.1.1 凝固割れ発生のメカニズムについて	7
2.1.2 固液共存温度域における力学物性取得に関する研究	9
2.1.3 凝固割れ感受性評価に関する研究	11
2.1.4 半凝固・半溶融成形プロセスに関する研究	12
2.2 凝固割れ発生予測をする上での課題	14
2.3 半凝固射出成形の課題	14
2.4 本研究の目的	15
参考文献	16
第3章 固液共存領域における凝固割れ発生限界ひずみの取得方法の開発	19
3.1 緒 言	19
3.2 使用材料と実験方法	19
3.2.1 供試材料	19
3.2.2 試験片	19
3.2.3 拘束緩和式U型高温割れ試験方法とその原理	21
3.2.4 組織観察方法	24
3.2.4(a) 光学顕微鏡による組織観察方法	24
3.2.4(b) 走査型電子顕微鏡による組織観察と元素分析方法	24
3.2.4(c) X線回折による晶出物の同定方法	24

3.2.5	熱分析による固相線・液相線温度測定方法	24
3.3	その場観察法による高温延性値取得方法	25
3.4	実験結果および考察	28
3.4.1	凝固割れ発生挙動のその場観察	28
3.4.2	凝固割れ発生までの表面温度およびひずみ量の変化	31
3.4.3	凝固割れ部分の破断面 SEM 観察結果	32
3.4.4	マグネシウム合金の高温延性曲線の比較	34
3.4.5	金属組織と凝固割れ感受性の関係	38
3.5	結 言	40
	参考文献	41
第 4 章	実用合金の流動凝固および熱応力連成解析による凝固割れ発生予測	42
4.1	結 言	42
4.2	供試材料	43
4.3	実験方法	43
4.3.1	ダイカスト試験片の凝固割れ感受性評価方法	43
4.3.2	高周波誘導加熱装置及び可視化装置を用いた高温引張試験方法	45
4.4	流動凝固及び熱応力連成解析方法	49
4.5	応力-ひずみ曲線と温度の関係	51
4.6	破断面と温度の関係	59
4.7	凝固割れ感受性評価金型を用いた凝固割れ発生の結果	67
4.8	凝固割れ感受性評価金型における凝固割れ発生予測	69
4.8.1	凝固割れ発生予測	69
4.8.2	凝固割れ発生予測方法の検証	72
4.9	結 言	73
	参考文献	74

第5章 耐熱マグネシウム合金半凝固射出成形材の凝固割れ感受性評価	75
5.1 緒言	75
5.2 2MN 半凝固射出成形装置の試作	75
5.2.1 半凝固射出成形機の仕様	75
5.2.2 半凝固射出成形機の動作	77
5.3 使用材料および実験方法	78
5.3.1 使用材料	78
5.3.2 組織観察試料および EBSD 試料の作製方法	80
5.3.3 固相率の測定方法	80
5.3.4 高温引張試験	82
5.3.5 その場観察法による高温延性曲線の取得方法	82
5.3.6 凝固割れ感受性評価方法	82
5.3.7 熱応力連成解析方法	83
5.4 半凝固射出成形法で作製した Mg 合金の組織形態	86
5.5 実機鋳造での凝固割れ感受性	86
5.6 半凝固射出成形による凝固割れ感受性の改善機構	87
5.6.1 高温延性曲線と凝固割れ感受性の関係	87
5.6.2 ひずみ解析による凝固割れ発生予測	89
5.6.3 凝固割れ発生限界ひずみに及ぼす組織の影響	90
5.6.3.(a) 共晶量	90
5.6.3.(b) 結晶粒径	93
5.7 結言	95
参考文献	96
第6章 耐熱マグネシウム合金を用いた実部品の試作	97
6.1 緒言	97

6.2	ダイカスト成形によるベアリングビーム部品の試作	98
6.2.1	試作品の形状	98
6.2.2	試験材料	99
6.2.3	解析モデル	99
6.2.4	解析結果	101
6.3	半凝固射出成形機によるクラッチピストンの試作	105
6.3.1	試作品の形状と適用場所	105
6.3.2	試験材料	105
6.3.3	クラッチピストンの耐久性評価	106
6.3.4	試作品に発生する欠陥状況	106
6.3.5	鋳造シミュレーションによるゲート厚さの設計	107
6.3.6	最適鋳造条件の検討	109
6.3.7	耐久性評価試験の結果	111
6.4	結 言	114
第7章	総 括	115
	謝 辞	119
	本論文に関連した発表論文	120

第1章 緒 論

1.1 本研究の背景および目的

近年，地球環境を保護するため，温室効果ガスである二酸化炭素の削減が全世界で大きな課題となっている．日本で排出される二酸化炭素のうち，自動車などの運輸分野から排出される二酸化炭素の割合は約2割に達し¹⁾，自動車の燃費向上が喫緊の課題となっている．自動車の燃費支配要因の40%程度が車体重量²⁾で占められ，車体軽量化の意義は大きい．例えば，一般の1,000kg～1,500kgのガソリン車では100kgの軽量化によって，燃料消費量を8%以上低減させることができ，燃費を約1km/l向上させると言われている^{3), 4), 5)}．そのため，「軽量化」は自動車産業において共通の重要な取り組み課題の一つとなっている．

軽量化は素材から様々なアプローチがなされ，アルミニウム合金，マグネシウム合金などの軽金属素材の利用や樹脂化，複合材料化による材料置換が検討される一方，信頼性が求められる重要保安部品の多くは，高張力鋼板による薄肉化，中空化によって軽量化が図られている⁶⁾．

特に，軽金属素材を用いた自動車部品の多くは，量産性に優れ，複雑形状を有する部品の一体化が図れるダイカスト成形によって製造されている．ダイカスト成形の課題は，酸化物，ガスおよび破断チル層の巻き込み，鑄巣，湯境，凝固割れなどによるさまざまな欠陥が発生しやすいことであり，そのため，従来は強度部材としての利用よりも，カバー類や筐体などの部材として利用されることが多かった．最近では，高圧凝固鑄造（スクイズキャスト），高真空ダイカスト，半熔融・半凝固成形（チクソモールドィング，レオキャスト）などの新しい生産プロセスや鑄造シミュレーション技術によって欠陥を減少できるようになり，エンジン・駆動系などのパワートレインをはじめ，足回り部品やフェンダーなど高延性アルミニウム合金ダイカストによる部品の適用が進んでいる．

マグネシウム合金は実用金属中で最も比重が小さく，比剛性，比強度が高いことから，

特に剛性設計に適しており，さらなる軽量化材料として大変有望視されている材料である．規格材料として AZ91 や AM60 などのアルミニウムを含むマグネシウム合金が市販されており，マグネシウム合金ダイカスト成形品として，シリンダヘッドカバー等のカバー類，シートフレーム，ステアリングなどの自動車部品としてすでに採用されている．さらに，家電や精密機械分野においては，プラスチックの代替材料として AV 機器，ノート型パソコン，携帯電話，カメラ等の電子機器筒体などダイカスト成形品⁷⁾やチクソモールドディング成形品⁸⁾として利用されている．しかしながら，自動車のパワートレインに採用するには，市販のマグネシウム合金はアルミニウム合金に比べ耐熱性が低く，クリープ特性が劣る．そこで，Ca, Si, RE, Sr, Y などを添加して耐熱性を向上させた合金^{9)~13)}が開発され，トランスミッションケース，シリンダブロック，オイルパン等のエンジン・駆動系部品への適用が試みられている^{9),10)}．

このような高延性アルミニウム合金や耐熱性を向上させたマグネシウム合金の多くはダイカスト成形時に，複雑なリブ形状部分に割れが発生しやすいため，鑄造性に課題があると報告されている¹⁴⁾．その割れの多くは，ダイカスト成形の凝固過程で発生する凝固割れ^{15),16)}であると言われている．そのため，これら合金を用いたダイカスト成形を行う場合には，凝固割れを抑制する技術の開発が必要である．

そこで，本研究では耐熱マグネシウム合金を用いたダイカスト成形時の凝固割れ発生を防止するため，凝固割れの発生が予測できる技術および新しい成形技術の確立を目指し，以下の検討を行った．

- ① 凝固割れ発生を支配する材料的因子として，凝固割れ発生限界ひずみを実験的に求める方法を提案し，その有効性を確かめる．
- ② その実験手法によって各種耐熱マグネシウム合金の凝固割れ感受性を評価する．
- ③ 鑄造シミュレーションを用いて金型内で凝固中の耐熱マグネシウム合金に発生するひずみを求めるために固液共存温度域を含む機械的な材料物性値を取得する．
- ④ 鑄造シミュレーションにより金型内で凝固中の耐熱マグネシウム合金に発生するひ

ずみと①により求めた凝固割れ発生限界ひずみとの関係から鑄造凝固割れ発生の予測を行う。

- ⑤ 各種耐熱マグネシウム合金を用いて、実機鑄造による凝固割れ試験結果と比較し、凝固割れ発生予測の有効性を示す。
- ⑥ さらに、半凝固射出成形装置を開発し、半凝固射出成形による凝固割れ感受性を評価し、半凝固射出成形法によって凝固割れが抑制できることを示す。

1.2 本論文の構成

本論文の構成は、第1章の緒言において本研究の背景と目的について述べた。

本研究では、比剛性に優れたマグネシウム合金ダイカスト成形による部品化を進める際の問題点を整理し、まず、第2章において、これまでに明らかになっている凝固割れ発生のメカニズムや従来研究における凝固割れ発生ひずみの測定方法について取りまとめ、従来研究における課題を調査し、本研究の目的を明確にした。

第3章において、凝固割れ発生を支配する材料的因子として、凝固割れ発生限界ひずみを実験的に求める方法を検討した。ダイカスト成形時と同じ冷却速度を再現しながら冷却過程で凝固割れ発生ひずみを精度良く計測するのは非常に難しいため、ダイカスト試料を急速加熱して凝固割れ発生ひずみを精度良く計測する方法を提案した。この方法は拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具を用いてダイカスト成形した耐熱マグネシウム合金試験片の中央部を YAG レーザスポットで局所的に急速加熱して半熔融状態にし、その局所に引張ひずみを加え、凝固割れが発生するまでのひずみをその場観察法によって取得するものである。この方法によって、5 種類の耐熱マグネシウム合金の延性曲線を求め、それら合金の凝固割れ感受性の比較を行い、組織形態による凝固割れ感受性への影響について考察を行った。

金型内で凝固中に発生するひずみを実測することは困難であるが、このひずみを熱応力連成解析によって求めることができる。そこで、第4章では、金型内で凝固中に発生

するひずみを熱応力連成解析が可能な鋳造シミュレーションソフトを用いて求め、各種耐熱マグネシウム合金の高温延性値と金型内で凝固中に発生するひずみの大小関係により、凝固割れ発生予測の可能性を検討した。さらに、簡易形状金型を用いた実機ダイカスト成形を行い、凝固割れ発生予測の精度の検証を行った。

第5章では、高い固相率で成形できる新たな半凝固射出成形プロセスを考案し、半凝固射出成形装置を開発した。半凝固射出成形プロセスにより凝固割れ感受性が低下するかどうかについて調べた。拘束緩和式 U 型高温割れ試験機を用いて半凝固材の高温延性曲線を求め、半凝固組織が凝固割れ感受性に及ぼす影響について考察を行った。

第6章では、耐熱マグネシウム合金を用いたダイカスト成形および半凝固射出成形で成形品の試作を実施し、凝固割れのない成形ができることを実証するとともに、耐久試験を実施し、耐クリープ性の優れた部品であることを明らかにした。

最後に第7章の総括では、本研究によって得られた結果について総括をしている。

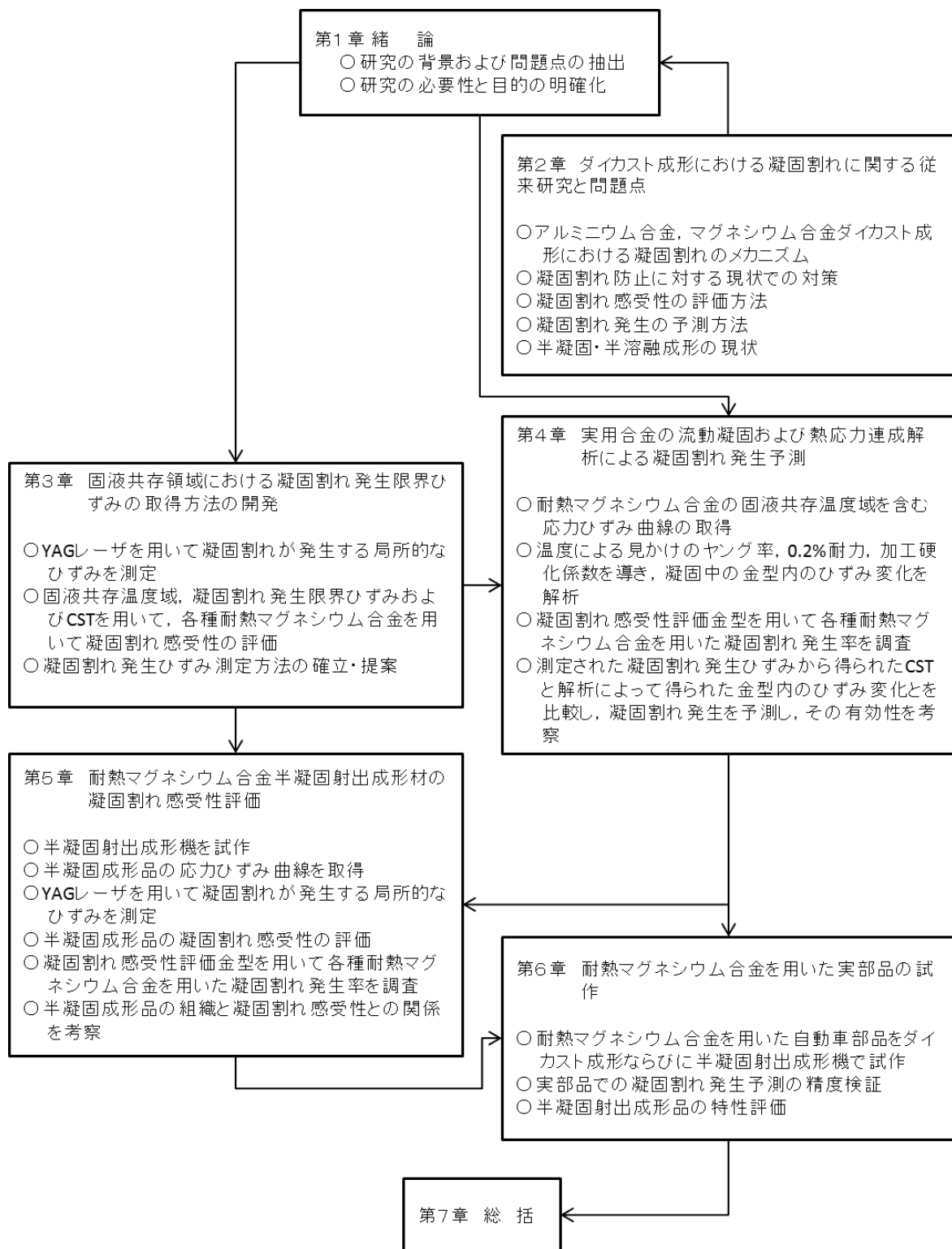


Fig.1.1 Flow chart of this study

参考文献

- 1) 独立行政法人国立環境研究所 2011 年度（平成 23 年度）の温室効果ガス排出量
<http://www.nies.go.jp/whatsnew/2013/hrfba300000ar23o-att/gaiyou.pdf>
- 2) 大楠恵美：三井物産戦略研究所 資料
http://mitsui.mgssi.com/issues/report/r1205m_ookusu.pdf
- 3) 保谷敬夫：化学と教育 54 巻 4 号（2006）228-231.
- 4) 真 鍋明：材料と環境 48, (1999), 463-468.
- 5) 向井敏司：2006 年度物質材料研究アウトLOOK 361.
- 6) 高 行男：日本自動車工業会 JAMAGAZINE 2006 年 3 月号
- 7) 井藤忠男，白井秀友：軽金属，42(1992)，707-719.
- 8) 附田之欣，斉藤研：軽金属，47（1997），298-305.
- 9) 小島 陽：軽金属,58 (2008),526-548
- 10) 才川清二：軽金属,60 (2010),571-577
- 11) 小島陽：軽金属，（2008），526-548.
- 12) 坂本和夫，山本研一：軽金属,52（2002），437-441.
- 13) 川畑博之，西野直久，相川智広，大竹和実，弦間喜和：軽金属，60（2010），596-601.
- 14) E. Aghion, B. Bronfin, D. Eliezer, F. Von Buch, S. Schumann and H.Friedrich: Materials Science Forum, 419-422（2003）, 407-418.
- 15) W.S.Pellini:Foundry,80 (1952),124-133
- 16) 大中逸雄，荒木孝雄：溶融加工学，コロナ社，（2001），55

第2章 ダイカスト成形における凝固割れに関する 従来研究の現状と問題点

2.1 従来研究

2.1.1 凝固割れ発生メカニズムについて

溶融した合金を冷却して凝固する際に、固液共存温度域を経て凝固が完了する。その固液共存温度域において極めて延性の低い領域があることが知られおり、この領域を凝固脆性温度領域(Solidification brittleness temperature range: BTR)と呼んでいる。この領域において金属に凝固収縮に伴う変形などにより、一定値以上のひずみがかかると割れが発生する。この割れを凝固割れ(Solidification cracking)と呼んでいる。

凝固割れに関するメカニズムは Singer^{1),2)}や Pellini^{3),4)}により報告されたのち、Borland⁵⁾は「Generalized theory」を提唱し、凝固を①液相中に固相が晶出し始めた段階、②初晶が互いに絡み合ってくる段階、③結晶粒界の形成段階、④完全凝固段階の4段階に分けて整理している。その4段階のうち、凝固割れは、③結晶粒界を形成する段階において発生すると考えられている。この段階において、液相は網目状に残留し、融液は互いに自由移動できない状態になっている。この段階を臨界凝固領域(Critical solidification range)と呼び、この臨界凝固領域が大きい合金の方が、また、二平面角の小さい残留融液相をもつ合金ほど凝固割れが発生しやすいと述べている。溶接や鋳造のように急冷凝固を伴う場合、平衡凝固とはならないため、多成分系の合金では固相線温度が低温側に移行し、臨界凝固領域が大きくなるため、凝固割れが発生しやすくなる。

北岡^{6),7)}は、Al-Si系、Al-Cu系の固液共存状態における、収縮開始温度と収縮応力発生温度及び引張強さを測定した。その結果から、固液共存状態は収縮開始温度と、引張強さ発生温度(または収縮応力発生温度)という2つの境界値によって分けられることを明らかにした。さらに、Singerらの説とBorlandの説をふまえて、状態図の固液共存領域の各領域に準液相(Semi-Liquid)、第1の準固相(Primary Semi-Solid)、第2の準固相(Secondary Semi-Solid)、第1の準固相線(Primary Semi-Solidus)及び、第2の準固相線

(Secondary Semi-Solidus) に分けた。凝固割れの発生は合金の凝固収縮により、最終凝固部に応力が発生する状態で起こるため、比較的小さい強度があり、かつ伸びの少ない第2の準固相線や第2の準固相温度範囲を対象として評価するのが適当であると考えた。また、凝固割れが発生する条件は、溶湯が型に充填され凝固収縮する際に、収縮に伴い発生する収縮応力が、第2の準固相での引張強さを上回った場合であると述べている。

Prokhorov⁸⁾は材料の高温における延性または変形量を Fig. 2.1 のように示した。材料の延性は液相線温度より少し低い温度で急激に低下し、固相線温度以下になると延性が急激に回復する曲線で示され、この曲線を延性曲線(Ductility curve)と定義している。この曲線より、延性が急激に低下し始める温度と回復し始める温度範囲を BTR で表し、 ϵ_{\min} および D_{\min} は凝固中の金属の最低延性値(Minimum ductility)として整理している。

図中の破線①、②および③は凝固中の金属に加わる変位またはひずみを示している。延性曲線と交わる破線③は、材料特性である延性曲線よりも大きな変位またはひずみ加わるため、凝固割れが発生する。破線②では延性曲線よりも小さい変位またはひずみしか加わらないため、凝固割れが発生しない。破線①は延性曲線と接しており、凝固割れが発生するかしないかの限界としている。

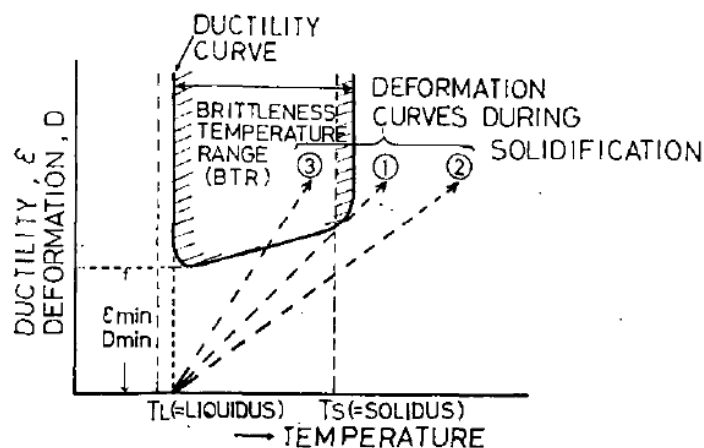


Fig. 2.1 Schematic explanation for the occurrence of solidification cracking from a view-point of the relationship between ductility of alloy and deformation.⁹⁾

仙田, 松田⁹⁾らは破線①の横軸に対する勾配を CST (Critical strain rate for temperature drop) とし, これを凝固割れ感受性の重要な指標として評価した. この CST は BTR の大きさや ϵ_{\min} , D_{\min} の大きさなど延性曲線の形態に影響されずに評価できる指標として有効であると述べている.

2.1.2 固液共存温度域における力学物性取得に関する研究

凝固割れは, 溶湯金属の凝固収縮を, 金型などが拘束することにより生じる引張応力により発生すると考えられるため, これまでの研究では, 固液共存温度域における力学物性取得は, 引張試験によるものが多い.

固液共存温度域での力学特性値の取得方法には, 試験片を固液共存温度域に調整する際に①再加熱して半熔融状態において試験する方法と②溶湯を冷却して凝固過程の半凝固状態で試験する方法の 2 種類に分けることができる.

北岡ら^{6,7)}は凝固過程における収縮量, 引張強さを測定した. 雄谷, 大滝ら¹⁰⁾は凝固過程における引張強さ, 破断伸びに相当する変形能の測定を行った. 梅田ら¹¹⁾, 水上ら^{12)~15)}, 長海ら^{16),17)}は高周波加熱を用いて一部を熔融させたのち, 固液共存温度域まで冷却したのち, 高温引張試験機を用いて引張強さを測定した. 梅田らは冷却速度 (0.17 K/s) で試験片を冷却することで, 炭素鋼の連続鋳造時の固液共存状態の組織に相当する組織で引張試験している. 水上らは炭素鋼, ステンレス鋼, 高クロム鋼等の引張試験において, 高速度ビデオカメラを使用し, 外径 1mm のアルミナ製マーカーによる in-situ でひずみを算出し, 2 色温度計を用いて引張試験時の熔融部の温度保証している. 長海らは 6000 系, 7000 系アルミニウム合金の引張試験を行い, 引張強さと固相率の関係, ヤング率と温度の関係を求めている.

C. S. Lin ら^{18)~21)}は, 試験片に電流を流し抵抗加熱させることによって, 約 20° C/s で試験片を再加熱し半熔融状態での Rene 108 ニッケル基超合金の引張試験を行った.

Novikov ら^{22),23)} は試験片を炉内に入れ再加熱し, Al-Cu, Al-Mg, Al-Si 系などのアル

ミニウム合金の半熔融状態で引張強さと破断伸びを系統的に求めている。Fig.2.2, Fig.2.3
にその結果の一例を示す。

吉田ら²⁴⁾は Al-7%massSi 合金の半凝固状態での力学特性を雄谷ら²⁵⁾の試験方法を参考に
に水平型半凝固引張試験装置を作製し、見かけの凝固率と引張強さの関係を取得してい
る。また、デンドライトをマーカーとしてとして変位を高速ビデオカメラによるその
場観察により取得し、見かけの凝固率とき裂開口ひずみの関係を求めている。

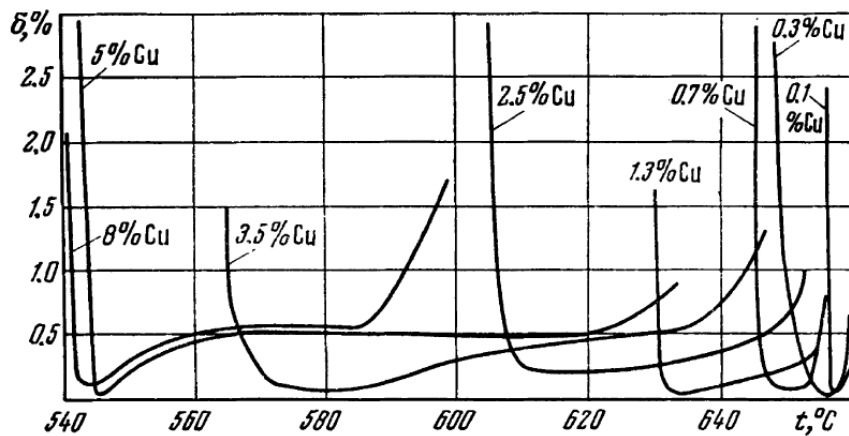


Fig.2.2 Temperature dependence of tensile elongation of Al-Cu alloys.²²⁾

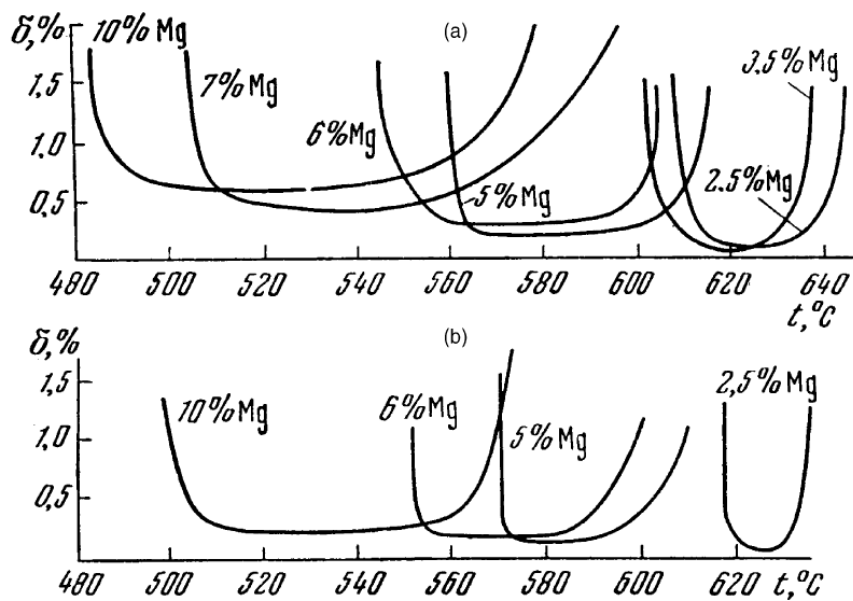


Fig.2.3 Temperature dependence of tensile elongation of Al-Mg alloys.

(a) cast alloy and (b) homogenized (400°C, 24h) and hot rolled alloy²²⁾

2.1.3 凝固割れ感受性評価に関する研究

凝固割れ感受性の評価をするために、様々な方法が用いられた。その中でも、リング型と両端拘束型の2種類の鋳型を使用した凝固割れ評価が一般的である。

リング試験法は、Singerら^{26), 27)}が合金組成と鋳造割れとの関係を検討するために考案した方法である。リング状金型に鋳造した試料の表面に現れる、割れ長さの総和あるいは平均値で合金の鋳造割れ性を評価する。割れの発生しにくい合金の鋳造割れ性を検討するために、Singerらとは異なる寸法の鋳型を用いた研究者も存在する^{25), 28)}。

両端拘束法は両端をフランジ等で拘束した棒状試験片を成形し、割れ発生の有無を調べ、割れを生じる試験片の最小長さ、あるいは割れを生じない試験片の最大長さによって、合金の鋳造割れ性を評価する方法である²⁹⁾。長さで評価する以外に、直径の異なる太さの試験片を鋳造し、その直径で鋳造割れ性を評価する方法³⁰⁾もある。

リング試験法は、それを利用した多くの研究がある^{25)~28)}にもかかわらず、基本的には鋳造割れを生じやすい合金の実用的な比較評価法にすぎない。一方、従来の両端拘束法は割れの発生しにくい合金、及び割れの発生しやすい合金に対して、共通に適用できる基準として、割れを生じる臨界拘束距離を採用することができるが、鋳造割れ性を検討できる合金はまだ限られている。

一方、溶接時のこれらの問題に対し、平野³¹⁾は、両端拘束の金型を用いた鋳造割れ試験方法（以降、I ビーム試験と称す。）を提案した。試験片中央部が最終凝固部になるように、金型の側壁中央部に断熱材を貼り付けている。試験片の両端が鋳型により拘束されているため、最終凝固部には、それ以外の部分での収縮が引張ひずみとして加わる。その大きさは拘束端距離が長くなるほど大きくなる。従って割れにくい合金ほど割れを生じる拘束端距離が長くなる。すなわち、合金の鋳造性を割れの生じない最大拘束端距離により評価できるとしている。

凝固割れ発生挙動を直接かつ微視的に検討し、定量的に評価する必要があると考え、富田³²⁾らは新しく動的直接観察法（以後 MISO 法と称す）を考案した。MISO 法を適用する

ことにより、凝固前面の挙動及び引張型高温割れ試験における凝固割れの発生、及び伝播挙動とその特徴を調べている。撮影されたフィルムにおいてみられるビード表面の斑点模様を標点として選び、凝固割れ発生時の限界ひずみを測定している。

このほかにも、Varestraint 試験^{33), 34)}、Trans-Varestraint 試験^{33), 34)}、ティガマジグ試験^{33), 34)}、拘束緩和式 U 型高温割れ試験³⁵⁾、高温延性試験³⁴⁾など凝固割れ感受性を評価する方法がある。

2.1.4 半凝固・半溶融成形プロセスに関する研究

Flemings ら³⁶⁾によって提案された半凝固・半溶融プロセスは、固液共存状態において攪拌力を加え、固相と液相が微細に混在するスラリー状態を作り出すとともに、チクソトロピー性を発現させることにより、スラリーの流動性を高めて成形する方法である。この半凝固・半溶融プロセスにより期待される効果^{37), 38)}がいくつか示されているが、その中で凝固割れ感受性に影響する効果として、次の 2 点が挙げられる。

①凝固組織が初晶のデンドライトから粒状晶になり、マクロ偏析が低減するとともに組織が微細となって、伸び・じん性が向上する。

②固液共存温度域から成形するため、凝固収縮量が減少する。

そのため、半凝固・半溶融成形を用いることにより、同じ成分の材料でも固液共存温度域における延性の向上が期待されるとともに、金型内で凝固中のスラリーに発生するひずみが小さくなり、凝固割れの発生が抑制できる可能性がある。そこで、半凝固、半溶融成形は凝固割れの発生が大きな課題となっている耐熱マグネシウム合金の成形プロセスとして有望であると考えられる。これまでの半溶融、半凝固成形プロセスの特徴と課題について以下に整理した。

固液共存状態の鋳造加工方法には、液体状態から温度を下げる半凝固法（レオキャストイング）と固体状態から温度を上げる半溶融法（チクソキャストイング）がある^{36), 39)}。Flemings ら³⁶⁾によって提案されたレオキャストイングとは、溶湯を所定の固相率になる

まで冷却し、等温保持中に攪拌することで、初晶が粒状晶のマイクロ組織^{36), 37), 40), 41), 42)}へと変化した半凝固スラリーを作り、それをショットスリーブに入れダイカスト成形するプロセスである。一方、チクソキャストリングは、半凝固スラリーを一旦冷却して、ビレットに加工し、そのビレットを再加熱してダイカスト成形するプロセスである。したがって、どちらも液相から半凝固スラリーを作る技術である。その半凝固スラリーを作る方法として、機械攪拌³⁶⁾、電磁攪拌^{43), 44)}、剪断冷却ロール⁴⁵⁾および冷却板⁴⁶⁾や金属容器に入れて冷却する方法⁴⁷⁾などがある。また、ビレットを半熔融状態に加熱して、押出、鍛造するチクソフォーミングという成形プロセスもある。

プラスチックの射出成形機のように、ペレットの代わりにマグネシウム合金の切削粉を用いて半熔融状態で射出成形する技術(チクソモールディング法)が米国 Dow Chemical 社と Battele 研究所で開発された。この方法は、射出成形機のバレル内でマグネシウム合金チップを半熔融状態に加熱し、スクリューで攪拌してスラリー状態としてノズルから射出成形するものである。国内では、日本製鋼所が技術導入をして成形機および製品を製造する量産機⁴⁸⁾として知られている。鎌土、小島^{37), 38)}、斉藤、附田^{49), 50), 51)}、山本、坂本^{52), 53), 54)}はチクソモールディングを用いたマグネシウム合金の組織や機械的特性を明らかにしている。チクソモールディング成形は、燃えやすいマグネシウム合金を空気と触れることなく熔融するため、安全性に優れた装置であると言える。しかしながら、チクソモールディング成形では高い固相率での成形は難しく、主に薄板成形に向けた装置としてマグネシウム合金製の筐体などに用いられ、現状はほぼ融点に近い温度のスラリーを射出成形している。

一方、半凝固射出成形法では、高い固相率を確保できる可能性があり、凝固割れ発生の抑制という点でみると、半凝固射出成形の方が、半熔融射出成形法に比べ有利と考えられる。

2.2 凝固割れ発生予測をする上での課題

Prokhorov が提唱した凝固割れの発生メカニズムを用いて、凝固割れ発生を予測するには、凝固中の各種合金の延性曲線の絶対値を定量的に求めることが重要である。D.G. Eskin⁵⁵⁾らや吉田^{56), 57)}らの凝固割れのメカニズムや固液共存温度域における物性取得方法及び物性値に関する詳細なレビューを見ても、固液共存領域における力学物性値を取得し、温度と引張強度との関係を示す報告はあるが、破断ひずみを求めている報告は少ない。さらに、破断ひずみについても、凝固割れが発生する時の局所的ひずみを求めた例はほとんどなく、凝固割れが発生する限界ひずみを小さく見積もっていると思われる。特に、本研究で用いるマグネシウム合金の固液共存領域における力学物性値を取得した報告は見当たらない。したがって、鋳造シミュレーションによる解析を実施するのに必要な温度に依存した各種物性値を求めた研究報告も少ないのが現状である。

2.3 半凝固射出成形の課題

プラスチック射出機のようなインライン方式射出成形機はチェックリングを介して、射出時、樹脂のスクリー部への漏洩を防ぐとともに、圧力を保持する機能もたせている。マグネシウム合金溶湯の粘度は数 Pa・s であり、樹脂の粘度 100~1000Pa・s に比べ非常に低く、また、固相率 30~40%の半凝固状態のスラリーの粘度も 100~1000Pa・s より小さい。さらに、凝固がすすむにつれ、粘度が 1000Pa・s 以上に急激に上昇し、凝固する。したがって、チェックリング機能を使って半凝固状態スラリーの漏洩をすることが難しいことが予想される。そこで、攪拌混練するスクリー部分と射出部分の機能を分割した装置構成で装置設計を試み、以下の課題を解決する技術開発が必要である。

- ①チェックリング機能の代わりとして、スクリー部と射出部分との間で半凝固状態のスラリーの漏洩を防止する機構の検討
- ②射出部先端と金型との間の半凝固状態のスラリーの漏洩を防止する機構の検討
- ③温度低下に伴ってマグネシウム合金の凝固による漏洩防止機構の動作不良

④安定した半凝固スラリーの生成条件の確立

2.4 本研究の目的

そこで本研究では、これまでに求められていないマグネシウム合金の凝固割れ感受性と凝固割れが発生するかどうかを予測する技術を開発することを目的として、次の研究内容を整理し、研究開発を推進した。

- ①比較的簡単方法で、凝固割れが発生する局所的なひずみを求める方法を考案する。
- ②マグネシウム合金の固液共存温度域における延性曲線を求める。
- ③ casting シミュレーションにより凝固中に発生するひずみを解析によって計算するために、温度に依存したマグネシウム合金の材料物性値を取得する。
- ④マグネシウム合金の固液共存温度域における応力ひずみ曲線を求め、ヤング率、耐力、加工硬化係数など解析に必要な物性を得る。
- ⑤ Fig.2.1 に示した凝固割れメカニズムのように、延性曲線と凝固中に発生するひずみ変化曲線を比較することにより凝固割れの発生予測をすることを試みる。
- ⑥簡単な形状の凝固割れ評価金型を用いて、凝固割れの発生予測を行い、実機 casting の結果と比較・検証を行う。
- ⑦半凝固射出成形機を開発し、半凝固成形による凝固割れ感受性の低下の検証を行い、半凝固射出成形における優位性の調査する。
- ⑧実際の部品を試作する際の金型設計に凝固割れの発生予測技術を適用し、その有用性を確かめるとともに、成形品の耐久性について調査を行う。

参考文献

- 1) A. R. E. Singer, S. A. Cottrell: *J. Inst. Met.*, 73 (1947) , 33–54.
- 2) A. R. E. Singer, P. H. Jennings: *J. Inst. Met.*, 73 (1947) , 197–212.
- 3) W. S. Pellini: *Foundry*, 80 (1952) , 124–133, 192–199.
- 4) H. F. Bishop, W. S. Pellini: *AFS Trans.*, 65 (1957) , 247–258.
- 5) J. C. Borland: *British Welding J.*, 7 (1960) , 508–512.
- 6) 磯部俊夫, 久保田昌男, 北岡山治 : 鑄物, 50 (1978), 425–427.
- 7) 北岡山治 : 軽金属, 41 (1991), 365-372.
- 8) N.N. Prokhorov : *Weld. Prod.*, 9, 4 (1962), 1-8.
- 9) 仙田富男, 松田福久ら : 溶接学会誌, 41 (1972), 709–723.
- 10) 雄谷重夫, 大瀧光弘, 小林正男, 小林敬一, 本間梅夫 : 早稲田大学鑄物研究所報告書, 42 (1986), 45–82.
- 11) 申 健, 梶谷敏之, 鈴木俊夫, 梅田高照 : 鉄と鋼, 78 (1992) ,587–593.
- 12) 水上英夫, 中島敬治, 川本正幸, 渡部忠男, 梅田高照 : 鉄と鋼, 84 (1998) ,417–421.
- 13) 水上英夫, 平城 正, 川本正幸, 渡部忠男 : 鉄と鋼, 84 (1998) ,763–769.
- 14) 水上英夫, 山中章裕, 渡部忠男 : 鉄と鋼, 85 (1999) ,592–598.
- 15) H. Mizukami, Y. Shirai and A. Yamanaka: *ISIJ International*, 46 (2006) , 1040–1046.
- 16) 長海博文, 竹田好宏, 梅田高照 : 軽金属学会第 106 回春期大会講演概要, (2004) .
- 17) 長海博文, 竹田好宏, 梅田高照 : 軽金属, 55 (2005) , 463.
- 18) C. S. Lin and J. A. Sekhar: *Journal of Material Science*, 28 (1993) ,3581–3588.
- 19) C. S. Lin and J. A. Sekhar: *Journal of Material Science*, 28 (1993) ,3885–3894.
- 20) C. S. Lin and J. A. Sekhar: *Journal of Material Science*, 29 (1994) 3637–3642.
- 21) C. S. Lin and J. A. Sekhar: *Journal of Material Science*, 29 (1994) ,5005–5013.
- 22) Novikov I. I.: *Goryachelomkost tsvetnykh metallov i splavov*, Moscow:Nauka (1966) , 299
- 23) Novikov I. I.: *Matveeva KT. Zavod Lab*, 11 (1957) , 1362

- 24) 千葉浩行, 植木徹, 鳥山隆成, 遠藤至, 小林昂光, 吉田 誠 : 軽金属, 61 (2011), 135-141.
- 25) 雄谷重夫, 戸田善久 : 鋳物, 51 (1979), 533-539.
- 26) A. R. E. Singer, S. A. Cottrell: J. Inst. Met., 73 (1947) , 33-54.
- 27) A. R. E. Singer, P. H. Jennings: J. Inst. Met., 73 (1947) , 197-212.
- 28) 小林, 大辻 : 軽金属, 9, (1961), 11-17.
- 29) 雄谷重夫, 戸田善久 : 鋳物, 52 (1980), 22-28.
- 30) P.G.Vazeille and J.Morice : Revue de l'Aluminium, Feb(1971), 177.
- 31) 平野清一 : 含有ガス量の異なるアルミニウム合金の凝固過程と鋳造割れ性, 早稲田大学修士論文, (1984).
- 32) 富田正吾 : 動的溶接観察法 (MISO 法) による溶接凝固割れ現象の基礎的研究, 大阪大学学位論文, (1988).
- 33) 日本鉄鋼協会編, 「鉄鋼便覧」, 丸善(1979),559-563.
- 34) (社)溶接学会溶接冶金研究委員会編, 「溶接冶金(レビュー)上」 (1978),126-133.
- 35) 篠崎 賢二, 羅 湘軍, 有吉 秀文, 黒木 英憲, 白井 誠 : 溶接学会論文集, 17(1999),286-293.
- 36) M. C. Flemings, R. G. Riek and K. P. Young: Mat. Sci. and Eng., 25 (1976), 103-117.
- 37) 鎌土重晴, 小島陽 : まてりあ, 33 (1994), 1149-1158.
- 38) 鎌土重晴, 小島陽 : 軽金属, 50 (2000), 682-688.
- 39) 三輪謙治 : まてりあ, 37 (1998), 89-92.
- 40) R. Mehrabian and M. C. Flemings: Trans. AFS, 80(1972),173.
- 41) K. P. Young, R. G. Riek and M. C. Flemings: Solidification and Casting of Metals, The Metals Society, (1979), 510.
- 42) M. C. Flemings: Metall. Trans., 22A(1991), 957.
- 43) 柴田良一, 金内良夫, 早田智臣, 山根英也 : まてりあ, 37(1998) 106- 111.

- 44) 板村正行：素形材, 51 (2010), 25-29.
- 45) 難波明彦：軽金属, 45 (1995), 346-354.
- 46) 茂木徹一：軽金属, 62 (2012), 383-389.
- 47) 佐藤智, 原田康則, 佐々木寛人, 石橋 直樹, 安達 充：軽金属, 58 (2008), 363-367.
- 48) 井上雅夫：精密工学会誌 66, (2000),1510-1513.
- 49) 斉藤 研：まてりあ, 38 (1999), 321-324.
- 50) 附田之欣, 斉藤研：鋳物. 67 (1995), 963-942.
- 51) 附田之欣, 斉藤研：軽金属 47 (1997), 298-305.
- 52) 坂本和夫, 山本研一：軽金属, 52 (2002), 437-441.
- 53) 山本幸男, 坂手宣夫, 坂本和夫：日本機械学会論文集 A 編, 77(2011), 1388-1397
- 54) 山本幸男, 坂手宣夫, 坂本和夫：日本機械学会論文集 A 編, 77(2011), 573-581.
- 55) D.G. Eskin, Suyitno, L. Katgerman: Progress in Materials Science 49 (2004) 629-711.
- 56) 渡部智也, 木村亮介, 中澤嵩, 千葉浩行, 田中宗平, 植木徹, 鳥山隆成, 吉田誠：軽金属 58 (2008), 395-405.
- 57) 渡部智也, 木村亮介, 中澤嵩, 千葉浩行, 田中宗平, 植木徹, 鳥山隆成, 吉田誠：軽金属 58 (2008), 464-472.

第3章 固液共存領域における凝固割れ発生限界ひずみの取得方法の開発

3.1 緒言

凝固割れ発生を支配する材料的因子として、固液共存温度域の範囲ならびにこの温度域における凝固割れ発生限界ひずみが挙げられる。固液共存温度域の範囲は熱分析により液相線温度と固相線温度から推定できる。また、凝固割れ発生限界ひずみは実験的に測定する必要があり、第2章で述べた通り、これまで多くの試験方法が提案されている。しかし、冷却速度の大きいダイカスト成形の組織形態を再現し、固相と液相が共存する温度において凝固割れが発生する局所的なひずみを求めた事例はほとんどない。

そこで、第3章では、拘束緩和式U型高温割れ試験治具^{1), 2)}を用いたその場観察によって、凝固割れが発生するまでの局所的なひずみが取得できる方法を提案する。また、各種耐熱マグネシウム合金において凝固割れ発生限界ひずみを測定し、それら合金の高温における延性曲線を求め、それぞれの凝固割れ感受性の比較を行った。

3.2 使用材料と実験方法

3.2.1 供試材料

供試材料には試作合金である Al-Ca-RE 系、Al-Ca-Mn 系および Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金と市販の Al-RE 系(AE44)の4種類の耐熱マグネシウム合金と汎用のマグネシウム合金 (AZ91D) を用いた。Table 3.1 にその化学成分を示す。

3.2.2 試験片

供試材料を不活性ガス中で溶解し、型締力245MNの高圧凝固鑄造機スクイズキャストマシン(宇部興産(株)製UBE-HV250T)で長さ100mm、幅60mm、厚さ24mmの板を成形したのち、この板を長さ100mm、幅10mm、板厚4.5mmの寸法に機械加工し、凝固割れ発生限界ひずみ測定用の試験片とした。表面の酸化物を除去するため、エメリー研磨

紙 # 600 を用いて, 試験片表面の研磨傷が引張方向と平行になるように研磨した. 幅 15~20 μm のけがき線を 0.5mm 間隔で記して凝固割れが発生する際の局部ひずみを計測した. 試験片の概略図及試験片中央部に記したけがき線の撮影画像を Fig.3.1 に示す.

Table 3.1 Chemical compositions of magnesium alloys used. (mass%)

Material	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Be	RE	Ca	Sn	Mg
Al-Ca-RE	6.3	0.03	0.19	0.018	0.002	<0.001	0.001	-	2.5	2.2	-	Bal.
Al-Ca-Mn	4.0	-	0.3	-	-	-	-	-	-	3.0		Bal.
Al-Ca-Sn	4.5	-	-	-	-	-	-	-	-	1.7	0.7	Bal.
Al-RE (AE44)	4.10	0.02	0.28	0.030	0.003	<0.001	<0.001	-	3.77	-	-	Bal.
Al-Zn (AZ91D)	9.06	0.68	0.19	0.031	0.006	0.001	0.002	0.001	-	-	-	Bal.

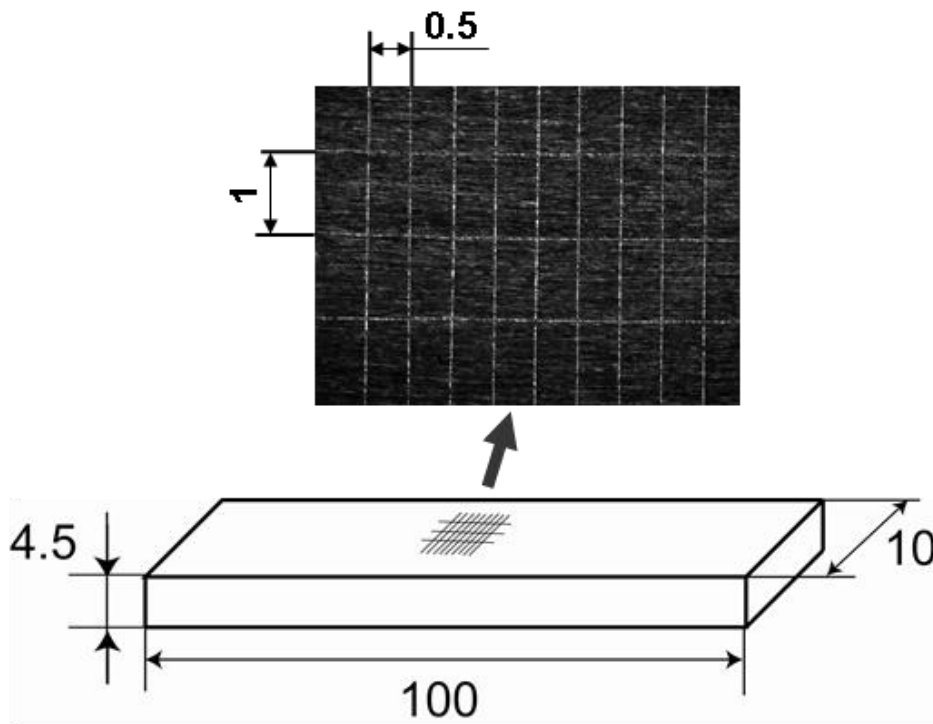


Fig.3.1 Configuration of a specimen for measuring critical strain for solidification cracking using in-situ observation method containing gauge lines drawn in the photo.

3.2.3 拘束緩和式 U 型高温割れ試験方法とその原理

拘束緩和式 U 型高温割れ試験を用いて凝固割れ発生限界ひずみを取得する様子を Fig. 3.2 に、また、拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具による試験方法を Fig. 3.3 に示す。Fig. 3.4 には拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具の外部荷重 F と梁のたわみ量 d との関係を示す。梁のたわみ量と外部荷重は線形の関係にあることがわかる。したがって、梁のたわみ量を変化させることにより、試験片に加える初期の弾性ひずみ量を変化させることができる。試験の手順は、まず、拘束梁に外部荷重を弾性範囲内で加え、梁をたわませて、拘束梁上端部に試験片を固定した後、外部荷重を除荷する。これにより、試験片には弾性引張ひずみが負荷された状態となる。

Fig. 3.1 に示したように、けがき線を記した試験片中央部を最大出力 2kW の Nd-YAG レーザー発振器（住友重機械工業株式会社製，MW2000）を用いて局所的に加熱すると、加熱された部分には、引張塑性ひずみが負荷され、局所的に割れが発生する。

本実験では、Fig. 3.5 に示すように、YAG レーザースポットの焦点外し距離を 16~32mm として加熱し、スポット径を約 6.4~12.6mm としてレーザー照射内の温度分布を緩やかにした。加熱中は試験片の酸化を防止するため、試験片の側面から Ar ガスを 10 l/min 流した。なお、レーザーヘッドへの反射光の入射を避けるため、レーザーヘッドは 10° 傾けている。レーザーによる加熱条件を Table 3.2 に示す。

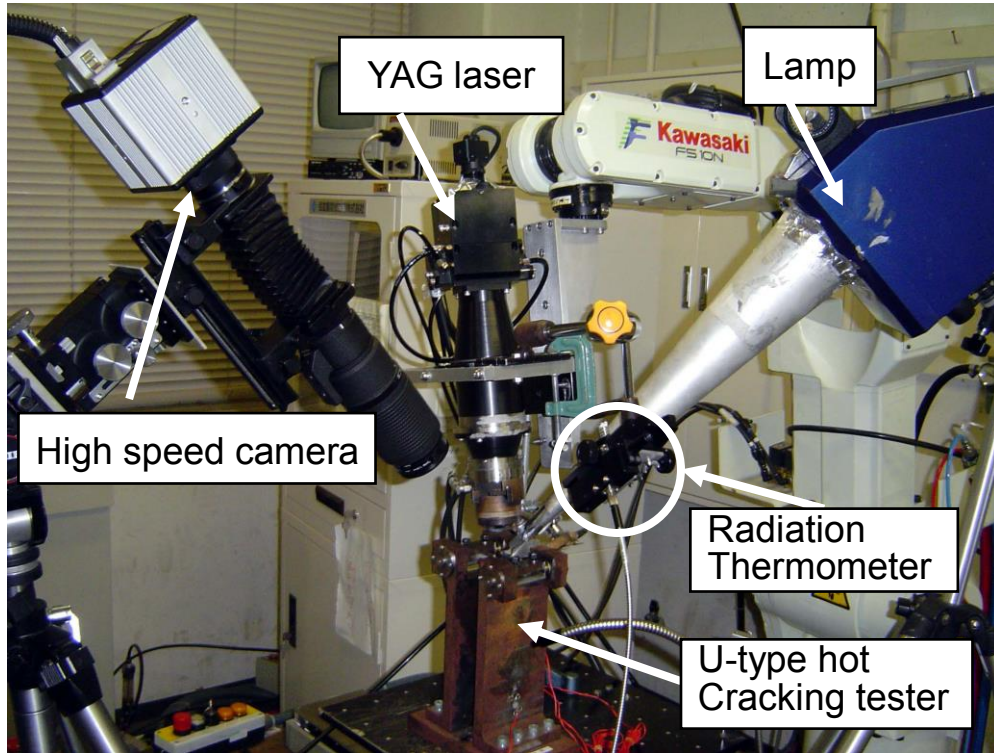


Fig.3.2 Appearance of in-situ observation method.

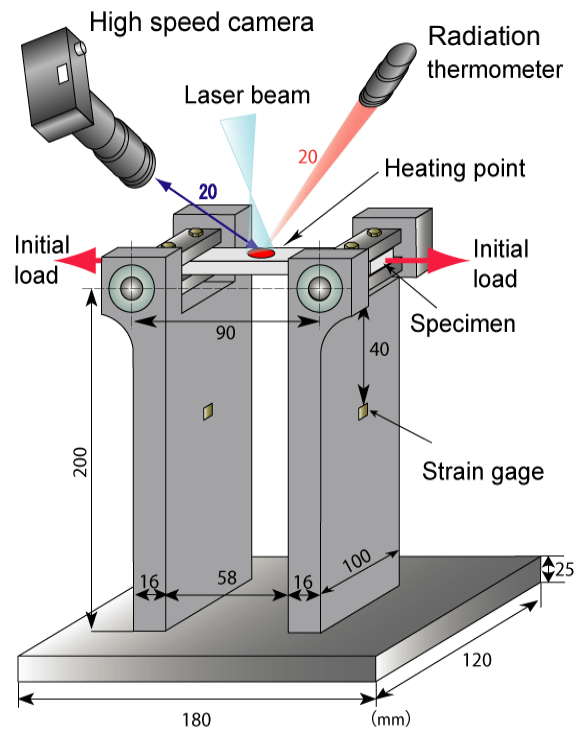


Fig.3.3 Configuration of U-type hot cracking tester with measuring critical strain for solidification cracking using in-situ observation.

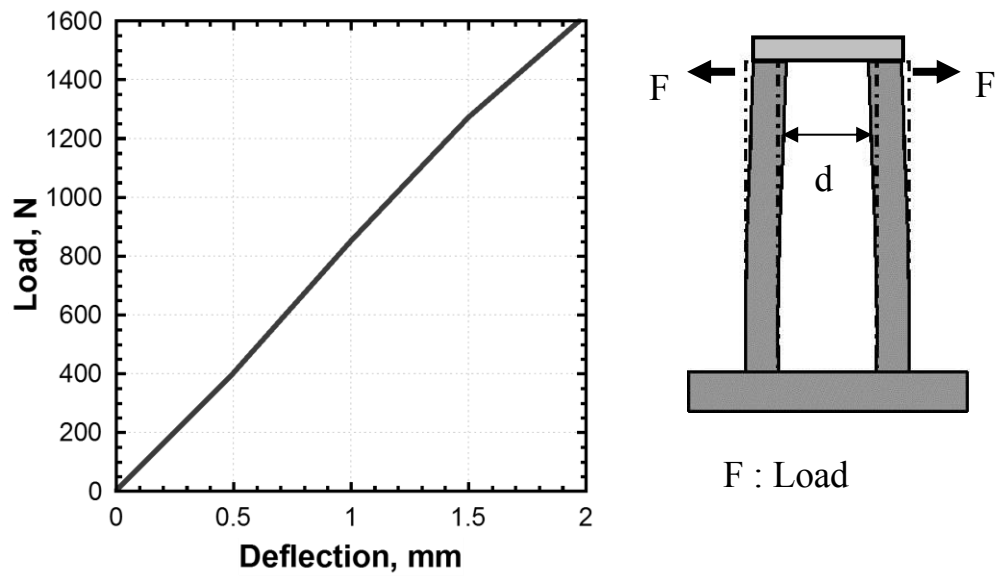


Fig.3.4 Relationship between deflection of U-type hot cracking tester and load.

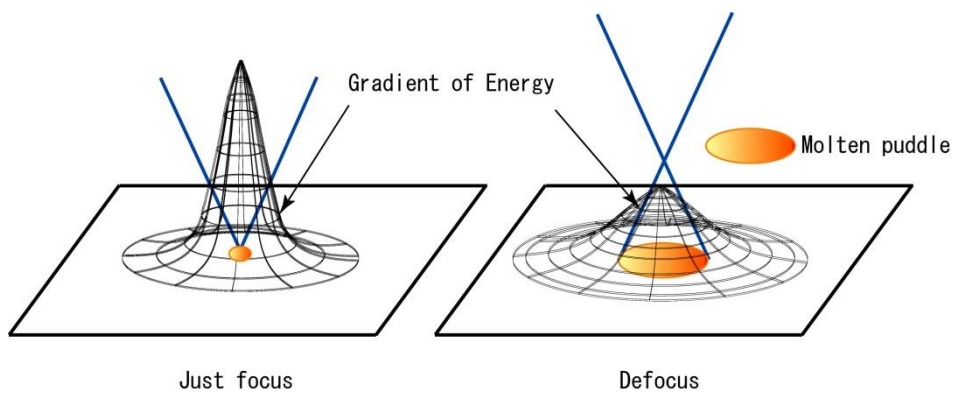


Fig. 3.5 Schematic illustrations of laser beam energy profiles under focusing and defocussing conditions.

Table 3.2 Heating conditions for in-situ solidification cracking test using YAG laser.

Laser power, kW	1.11 ~ 1.58
Heating time, m/s	5.0 ~ 30.0
Defocus length, mm	16 ~ 32
Initial load, kN	1.3 ~ 1.5
Gas flow rate(Side shielding), l/min	10

3.2.4 組織観察方法

3.2.4(a) 光学顕微鏡による組織観察方法

得られた成形品の凝固組織の観察は、光学顕微鏡により行った。エメリー研磨紙を用いて #1500 まで切断面を湿式研磨し、その後、10 μ m, 3 μ m のアルミナ懸濁液を用いてバフ研磨を行って、試料表面を鏡面に仕上げた。組織観察には、Aceticglycol 液（エチレングリコール：60%，酢酸：20%，蒸留水：19%，硝酸：1%）を用いて試料表面を 30 秒間、攪拌しながら浸し、腐食を行った。

3.2.4(b) 走査型電子顕微鏡による組織観察と元素分析方法

マグネシウム合金の組織を詳細に調査するため、走査型電子顕微鏡を用いて観察を行った。また、エネルギー分散型 X 線分析装置を用いて、晶出物の元素分析を行った。

3.2.4(c) X 線回折による晶出物の同定方法

X 線回折装置により、回折プロファイルを測定し、晶出相の同定を行った。ターゲットとして、ACM522, A 合金, AZ91D には Cu を、AE44 には、Cr を用いた。

3.2.5 熱分析による固相線・液相線温度測定方法

各マグネシウム合金の液相線温度、固相線温度を調査するために熱分析を行った。概略図を Fig.3.6 に示す。熱分析は以下の手順で行った。まず、タンマン管（ニッカトー：SSA-H, 21 \times 17 \times 100mm）に試料を約 50g 入れ、約 700 $^{\circ}$ C で溶解させた。一方、JIS CK 熱電対素線（ニッカトー： ϕ 0.2mm）は 2 ツ穴絶縁管（ニッカトー： ϕ 4mm）に挿入後、熱電対素線の先端を溶接して接合した。この熱電対を保護管（ニッカトー：4 \times 3 \times 100mm）に入れ、熱電対先端の溶接部が保護管内面に接するまで差し込んだ。この保護管を溶解したマグネシウム合金が入っているタンマン管に、底から 30mm の位置まで差し込み、しばらく保持した後、炉冷した。冷却過程の温度変化を測定し、液相線温度及び固相線温度を調査した。

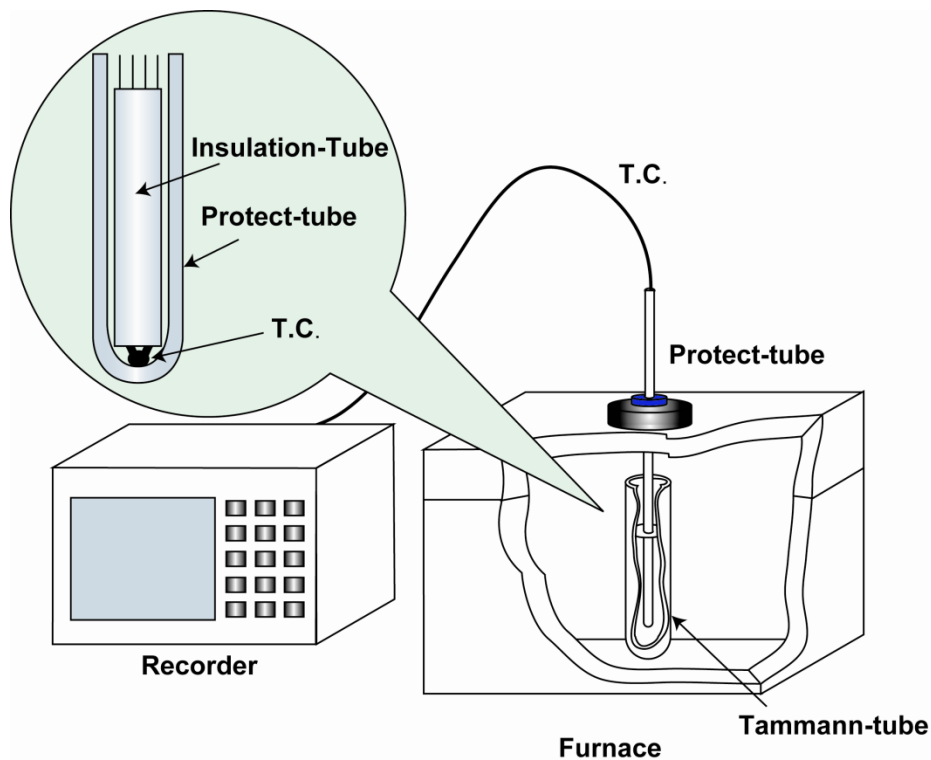


Fig.3.6 Schematic illustration of thermal analysis.

3.3 その場観察法による高温延性値取得方法

高速度ビデオカメラ（Photron：FASTCAM-1024PCI，映像素子:1024×1024 C-MOS イメージセンサー）を用いて試験片中央部約 6mm 四方で発生する凝固割れを，毎秒 125 コマで撮影した．メタルハライド照明装置（協和：HVC-SL250）の先端に円錐状のステンレス製の筒を取り付け集光させた光源を試験片に照射し，撮影に必要な光量を確保した．レンズには近赤外吸収フィルター（シグマ光機：CCF-50S-500C，吸収波長 800～1000nm）とコールドフィルター（シグマ光機：CLDF-50C，900nm 以上の波長カット）取り付けた．

試験片加熱部表面の温度測定は，試験片から 200mm の位置に放射温度計(ジャパンセンサー：FTC-R300)を設置して非接触で行った．放射温度計の温度測定範囲はφ 0.6mm であるため，加熱中心部(凝固割れ発生部)がこの測定範囲に入るよう調整した．なお，高速ビデオ撮影による観察により，き裂の発生場所がレーザー加熱領域の中央部，すなわち放射温度計による計測位置から外れたものはデータから除外した．放射温度計内部にモ

リブデンフィルターを挿入し、YAG レーザー反射光から、1500nm までの波長の光を減衰させた。また、メタルハライドランプの前にも 1000~3000nm の波長を減衰させる Cold filter(シグマ光機 : CLDF-25C)を挿入し、温度測定への影響を防止した。Fig. 3.7 にレーザーヘッド、高速度ビデオカメラ、光源との装置の位置関係を示す。

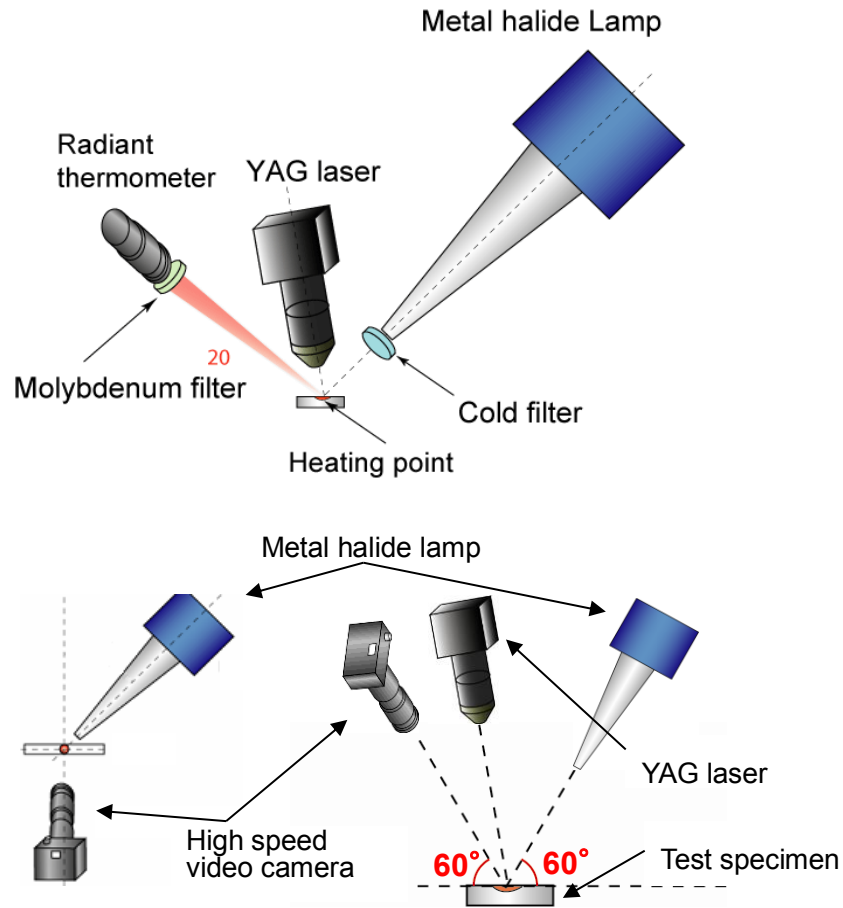


Fig.3.7 Layout of the observation devices.

Fig. 3.8 に凝固割れ発生ひずみの求め方を示す。レーザーを照射する直前から、割れが発生するまで高速度ビデオカメラで撮影し、試験片表面に施したけがき線の動きをモニターした。加熱開始時刻 $t = t_0$ での標点間距離 l_0 、試験片表面に割れが開く寸前の時刻 $t = t_1$ での標点間距離 l_1 を測定し、式(1)で凝固割れ発生ひずみ ε_i を定義した。

$$\varepsilon_i = (l_1 - l_0) / l_0 \times 100 \quad (\%) \quad \cdots(1)$$

標点間距離の測定には画像解析ソフト(Ditect : Dipp-motion 2D)を使用し、き裂が発生した近傍の標点を追尾して l_i を求めた。約 6mm を 1024pixel で撮影し、き裂が開いた近傍の局部ひずみを標点間距離 2mm, 1pixel あたり約 0.3% のひずみ分解能で測定した。なお、標点間距離 2mm 内のエネルギー分布は比較的緩やかなため、標点間距離内では均熱であると仮定した。

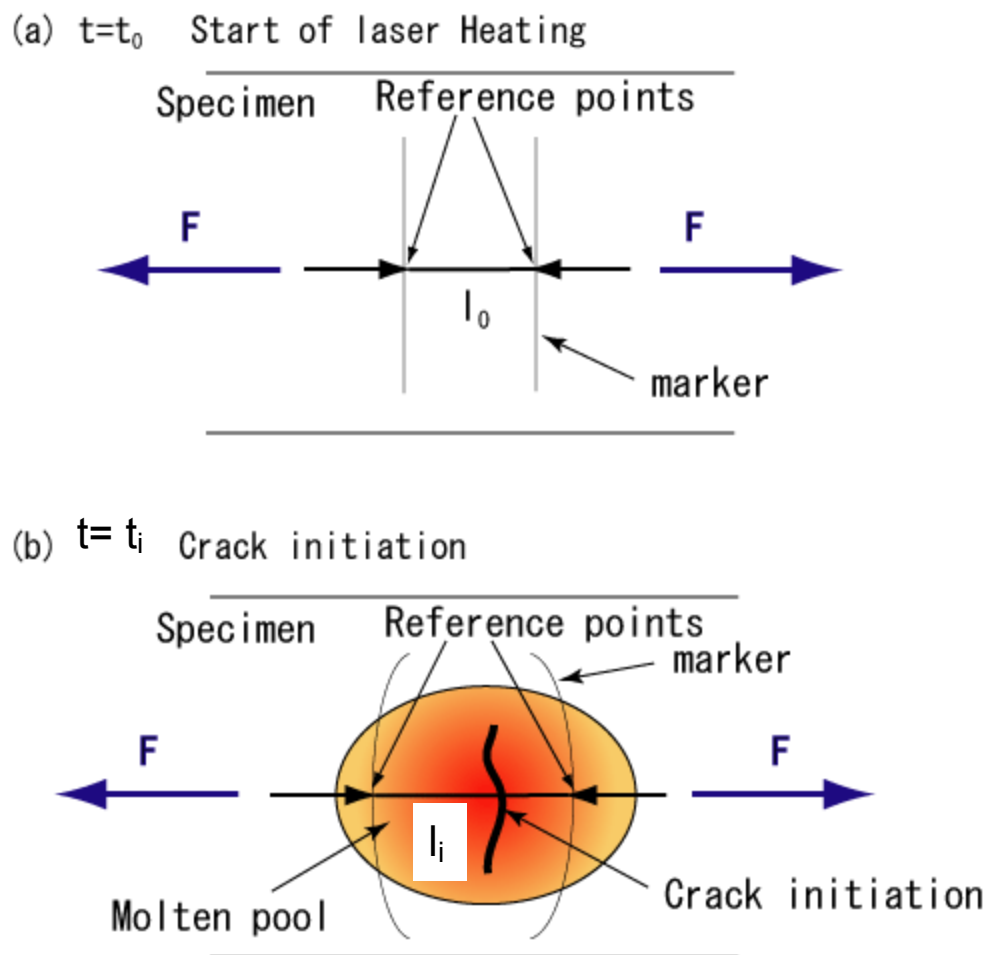


Fig.3.8 Method of obtaining solidification cracking strain.

3.4 実験結果および考察

3.4.1 凝固割れ発生挙動のその場観察

拘束緩和式U型高温割れ試験でその場観察法により撮影した割れ発生の様子を Fig. 3.9 に示す。破線で囲まれた楕円の領域が YAG レーザーにより加熱された領域である。加熱部が固液共存温度域に達した時に発生する割れを高速カメラで明瞭に撮影し、割れが発生する限界ひずみを計測することができた。

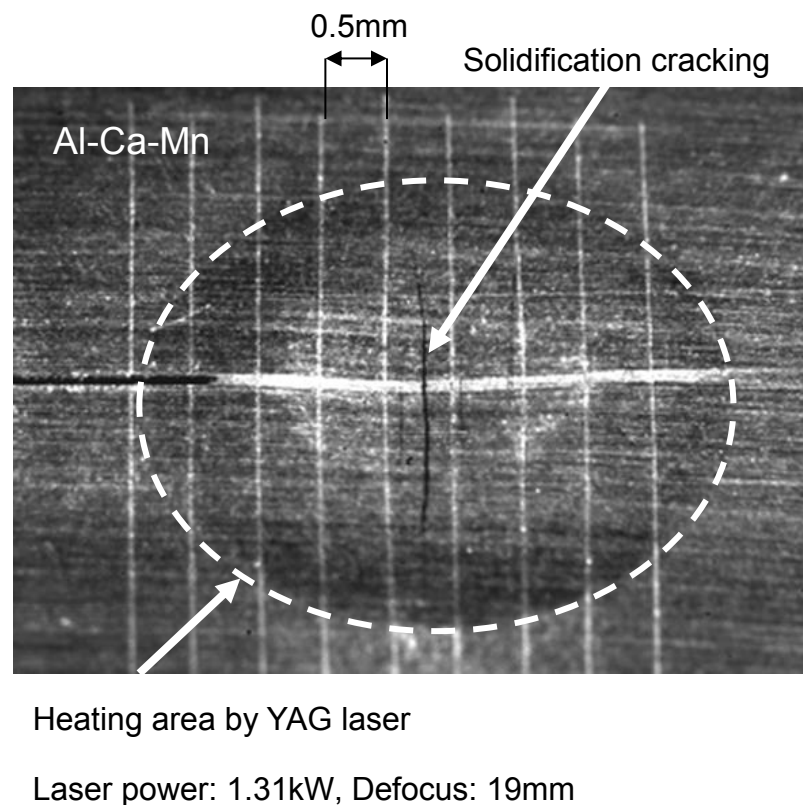


Fig. 3.9 High speed camera images at solidification crack opening.

その場観察法により撮影した割れ発生までの試験片表面の変化の様子を Fig.3.10 に示す。Fig.3.10 に示したように試験片表面に発生する割れを、明瞭に撮影することができた。凝固割れ発生の瞬間は、割れ発生部を拡大して目視で確認する必要があるが、その割れは小さいため、観測者による誤差が生じる。そこで、き裂を挟む2点間のけ

がき線の変位を画像より測定した結果が Fig.3.11 である。このひずみ履歴を時間で微分することにより、時間とひずみ速度との関係 Fig.3.12 が得られる。割れが発生し、き裂が大きく開口するとひずみ速度が急激に上昇するため、急上昇する寸前の時刻におけるひずみを凝固割れ発生限界ひずみとして求めた。

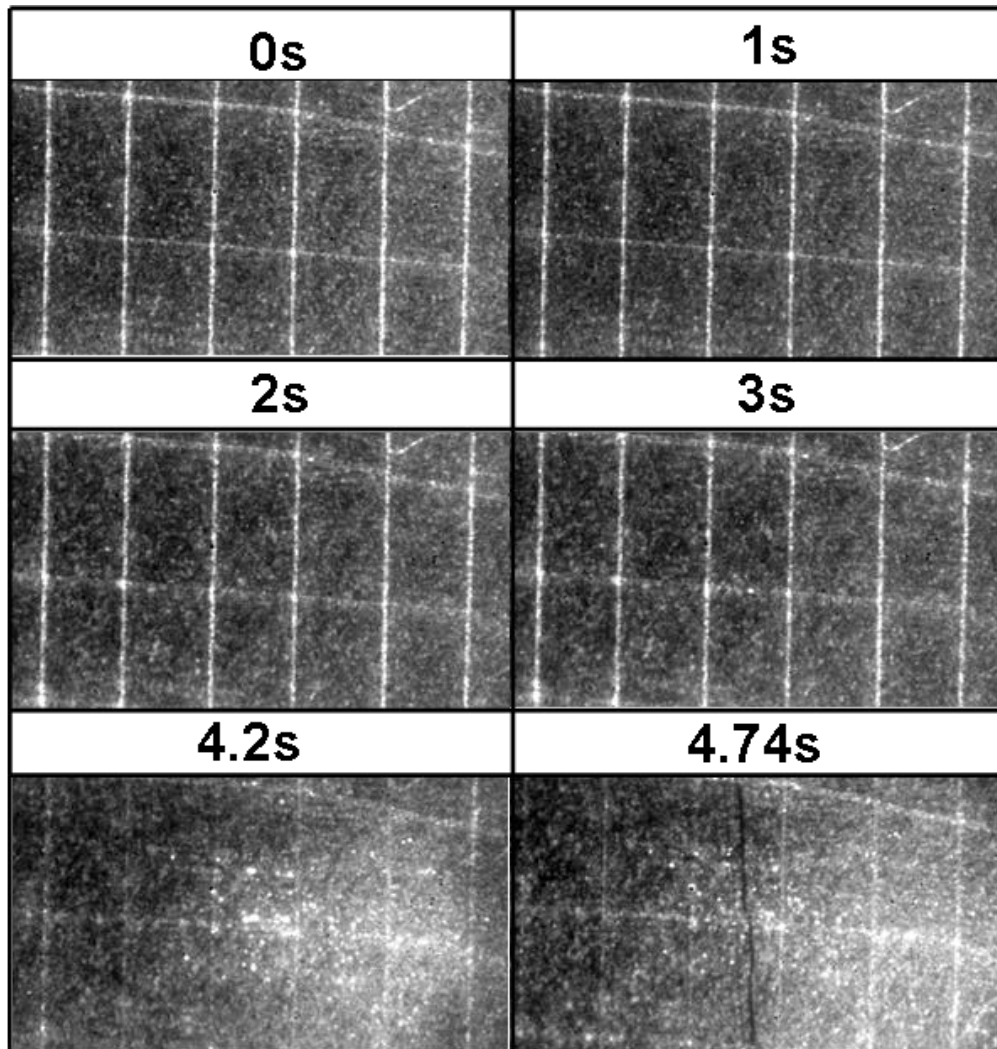


Fig. 3.10 High speed camera images of Al-Ca-RE magnesium alloy in the fabrication of squeeze casting.

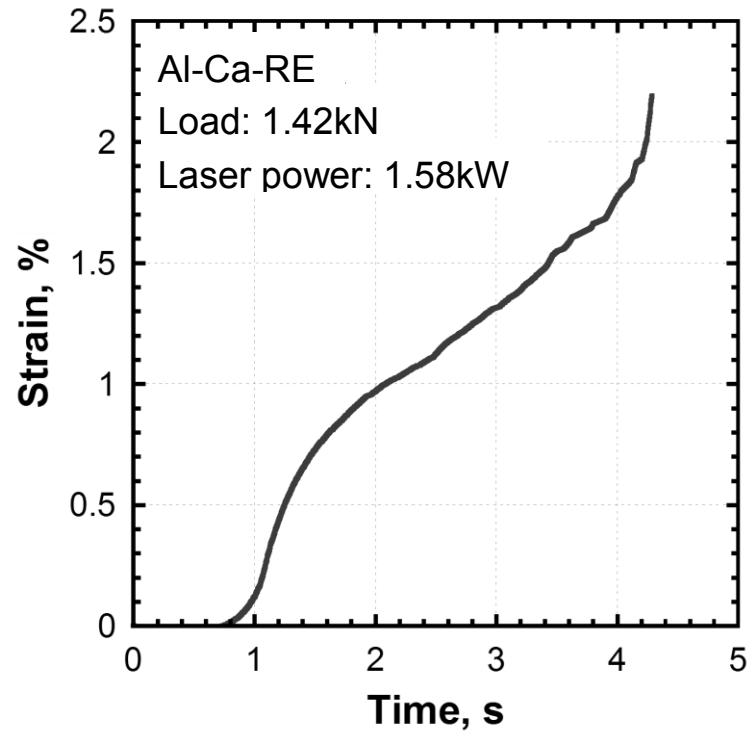


Fig. 3.11 Relationship between time and strain history of Al-Ca-RE magnesium alloy in the fabrication of squeeze casting.

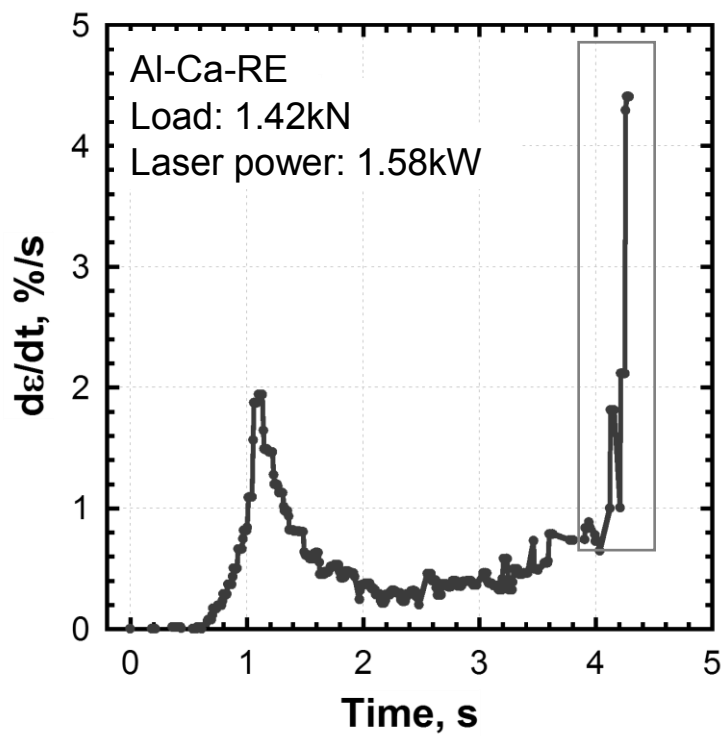


Fig. 3.12 Strain rate history of Al-Ca-RE magnesium alloy in the fabrication of Squeeze casting

3.4.2 凝固割れ発生までの表面温度およびひずみ量の変化

Fig.3.13 は AZ91D の U 型高温割れ試験においてレーザーの出力と焦点外し距離を変化させた場合のひずみ履歴とその割れ発生点を示す。実線で示した 3 本の曲線は初期荷重を 1.4~1.5kN(梁のたわみ量 $d=1.76\pm 0.5\text{mm}$)、レーザー出力を 1.11kW と一定とし、焦点外し距離を 19mm,25mm,32mm と変量させた時のひずみ履歴である。また、破線で示した曲線は初期荷重を 1.4~1.5kN($d=1.76\pm 0.5\text{mm}$)、焦点外し距離が 25mm でレーザー出力を 1.31kW と大きくしたときのひずみ履歴である。

レーザー照射開始直後、照射部とそれ以外では温度差が生じるため、レーザー照射部はその部分の熱膨張と板の周囲による拘束によって圧縮ひずみが発生する。しかし、その後すぐに、試験片全体の温度が上昇すると、U 型高温割れ試験治具の負荷によって試験片全体が伸ばされ引張の塑性変形が生じる。それに伴って、レーザー照射部は圧縮ひずみより大きい引張塑性ひずみが負荷され、このひずみによって割れが発生する。これらひずみ履歴はレーザー照射部内の局所で割れが開口する寸前までの変位をその場観察によって直接測定し求めたものである。これら曲線上に示した○印は凝固割れが発生した時のひずみを示しており、これらの点を結んだのが高温延性曲線である。

焦点外し距離、レーザー出力および Fig.3.13 には示していないが、梁のたわみ量 d を変え、初期負荷を変えることによって、レーザー照射部の温度に対するひずみ増分を変えることができる。Fig.3.13 に示したように高温側までひずみの立ち上がりが遅く、高温で急速にひずみが立ち上がるようなひずみ履歴をとる場合、高温側で割れが発生し、一方、比較的低温側からひずみが立ち上がるようなひずみ履歴をとる場合、低温側で割れが発生している。このように、レーザー照射条件を変えて測定することにより、固液共存温度域で凝固割れが発生するときの限界ひずみとそのときの温度が測定でき、これらの点を結ぶことで、その材料の高温延性曲線を導くことができる。

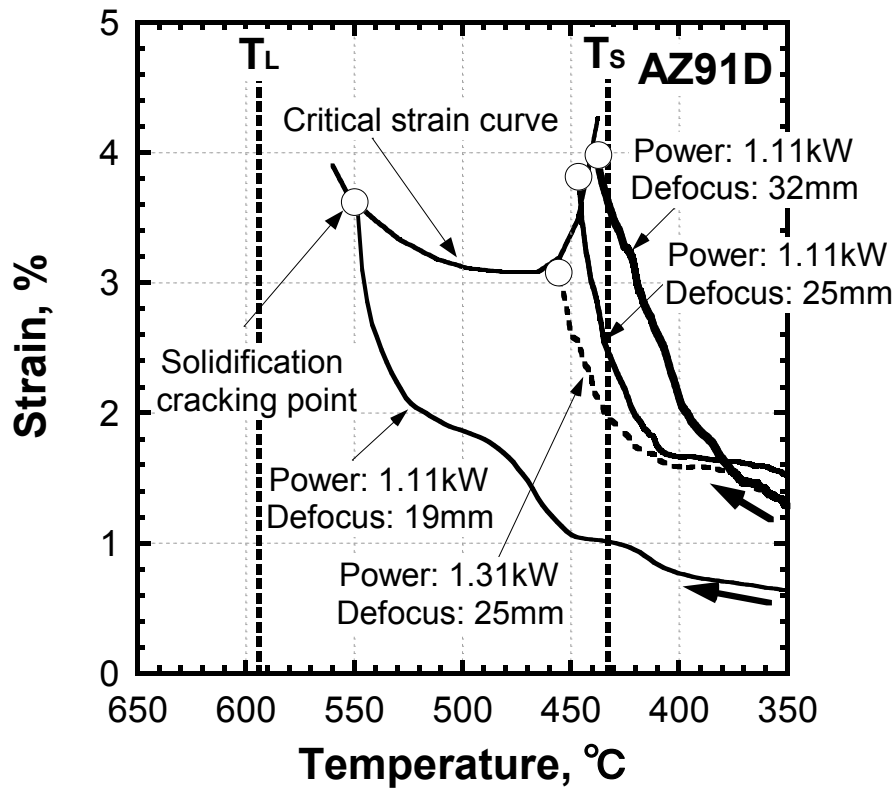


Fig.3.13 Relationship between temperature and strain during laser heating.

3.4.3 凝固割れ部分の破断面 SEM 観察結果

高速度ビデオカメラで観察した割れが凝固割れを再現しているかどうか確認するため、加熱部に割れが発生した試験片を強制破断させ、その破面の両側部分を中央で折り返えすように配置して実体顕微鏡で観察した。さらに SEM を用いて割れ破面を詳細に観察した。各マグネシウム合金の観察結果を Fig.3.14 に示す。

破面の C 点は加熱中央部である。破面で白くなっている部分、C 点および B 点において、SEM による観察でデンドライト組織の 1 次あるいは 2 次アームに相当する突起が顕著に観察された。しかし、A 点は角ばった破面を呈していた。したがって、その場観察法により発生した割れは、凝固割れを再現していると考えられる。以下、試験によって得られた割れを凝固割れとみなす。

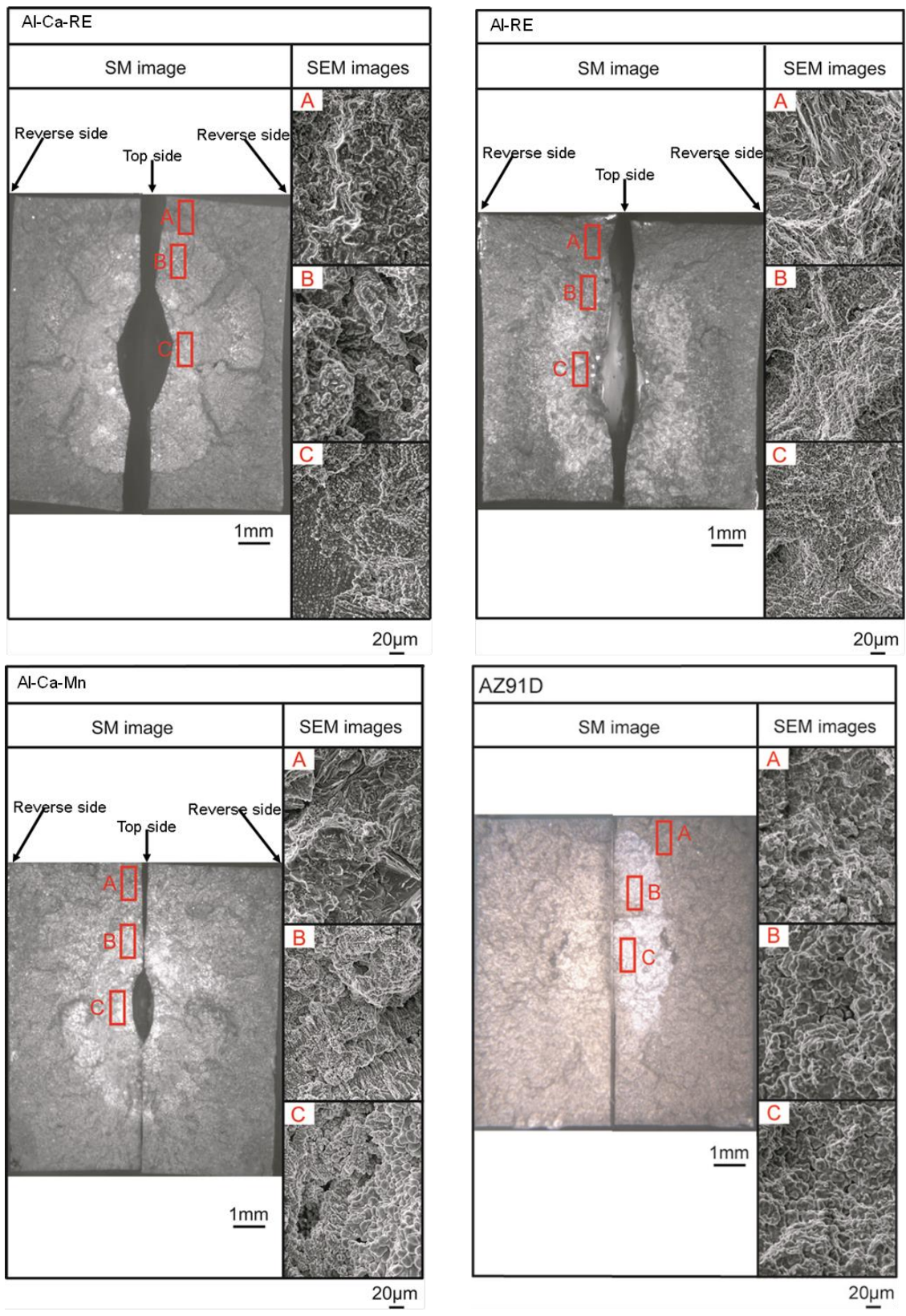


Fig. 3.14 SM and SEM images on crack surface of magnesium alloys.

3.4.4 マグネシウム合金の高温延性曲線の比較

Fig.3.15 は, (a) Al-Ca-RE 系, (b) Al-RE 系(AE44), (c) Al-Ca-Mn 系, (d) Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金および (e) AZ91D の延性曲線を示す. 拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具及び可視化装置を用い, レーザー加熱条件を変化させたその場観察試験を行うことで, 固液共存温度領域内の広い温度範囲における高温延性曲線が作成できている.

各マグネシウム合金について凝固割れ発生限界ひずみの最低値(ϵ_{\min})で比較すると, AE44 の ϵ_{\min} は約 4.8%で最も高いが, その他のマグネシウム合金の ϵ_{\min} は Al-Ca-RE 系で約 1.8%, Al-Ca-Mn 系で約 1.9%, Al-Ca-Sn 系で約 1.8%, AZ91D で 2.5%とそれらの差は非常に小さい.

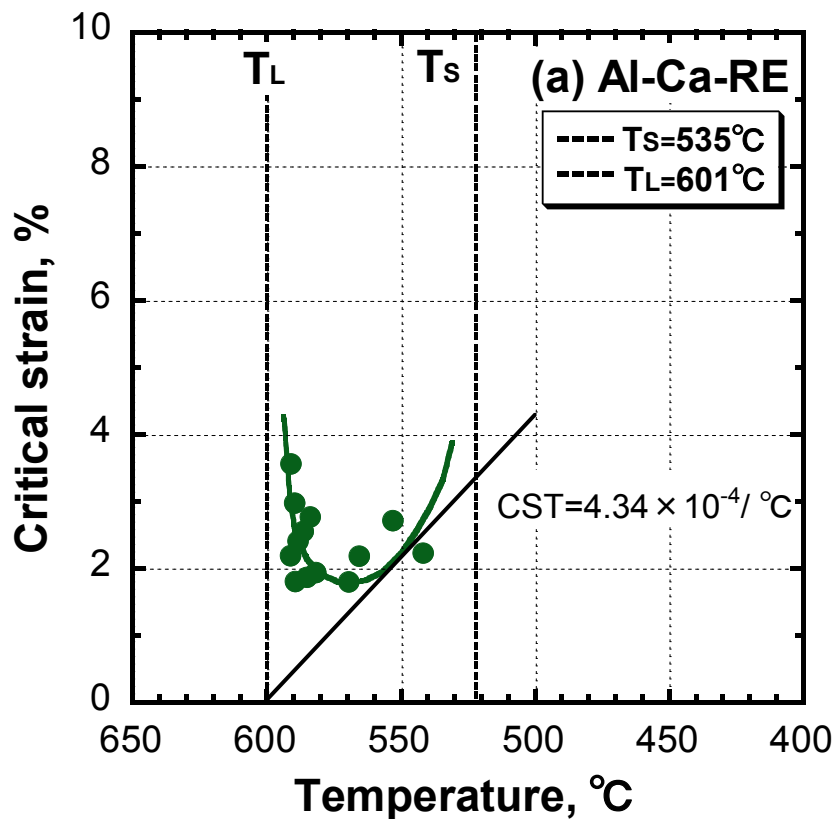


Fig. 3.15 Critical strain and ductility curve of magnesium alloys.

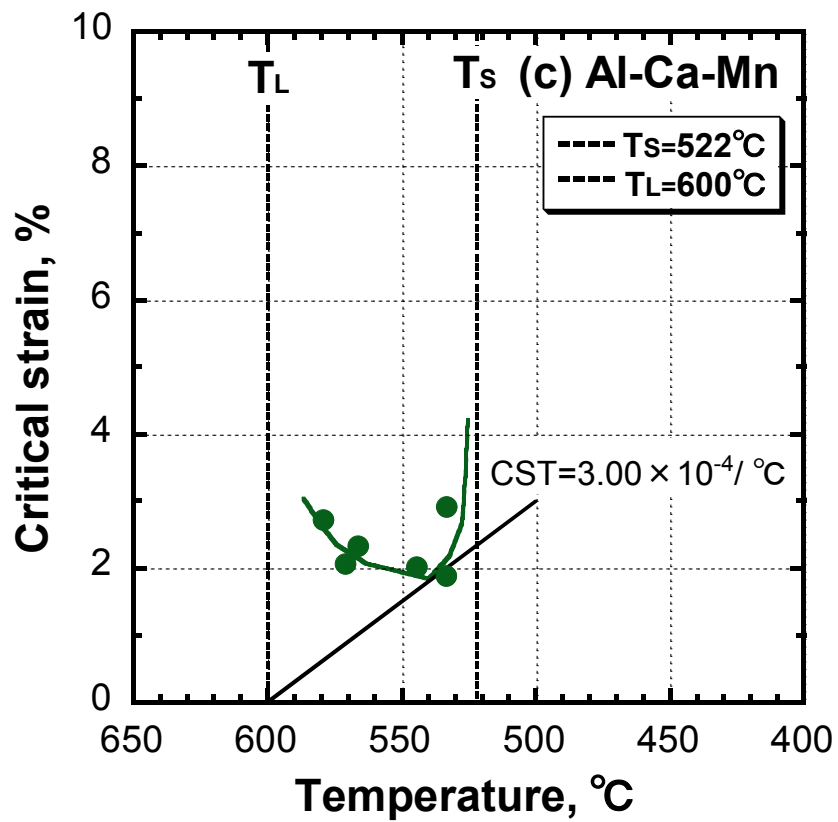
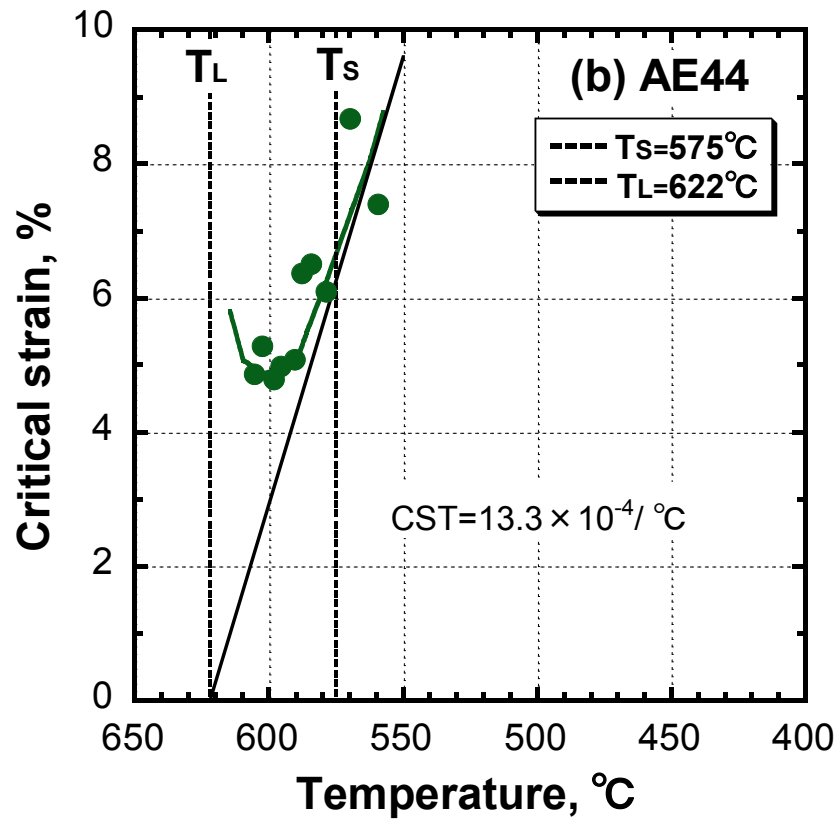


Fig. 3.15 Critical strain and ductility curve of magnesium alloys.

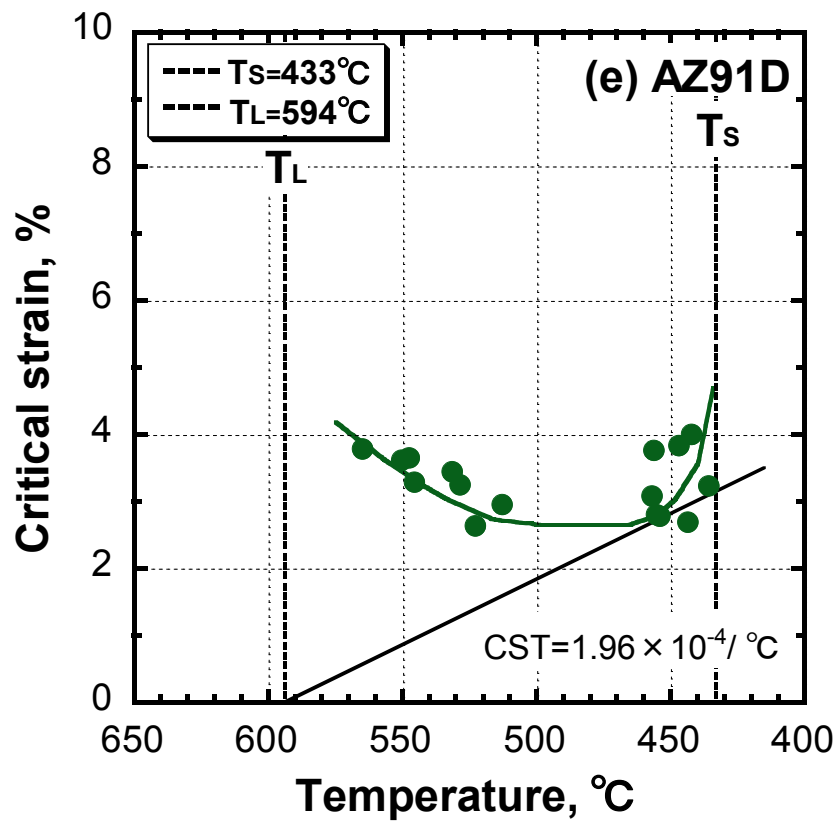
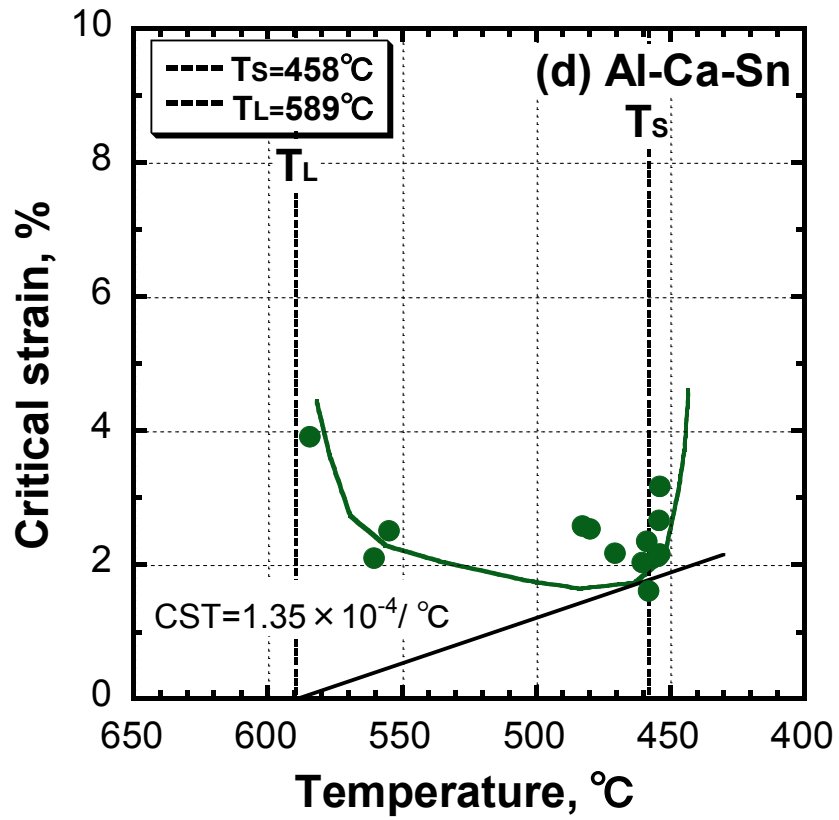


Fig. 3.15 Critical strain and ductility curve of magnesium alloys.

溶接時の溶接金属中に発生する凝固割れの割れ感受性を評価するパラメータとして松田ら³⁾は、液相線温度から延性曲線に接する直線と横軸との角度,すなわち温度変化に対する限界負荷速度 CST(Critical strain rate for temperature drop)^{3),4)}を提唱している。そこで、本研究においても、得られた延性曲線から各マグネシウム合金の CST を求めた。Fig.3.14 中にその結果を示している。これより、AE44 が $13.3 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ で最も大きく、次いで、Al-Ca-RE 系は $4.3 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ 、Al-Ca-Mn 系は $3.0 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ 、AZ91D は $1.96 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ と小さくなり、Al-Ca-Sn 系が最も小さく $1.35 \times 10^{-4} / ^\circ\text{C}$ であった。各種マグネシウム合金の CST, ϵ_{\min} および凝固温度範囲($T_L - T_S = \Delta T$)をまとめて、Fig. 3.16 に整理した。本実験で用いたマグネシウム合金の凝固割れ感受性を評価するパラメータとして CST もしくは凝固温度範囲($T_L - T_S = \Delta T$)を用いることにより、AZ91D と Al-Ca-Sn 系との順位は CST と ΔT では入れ替わるものの、各種マグネシウム合金の凝固割れ感受性を明確に順位付けできた。

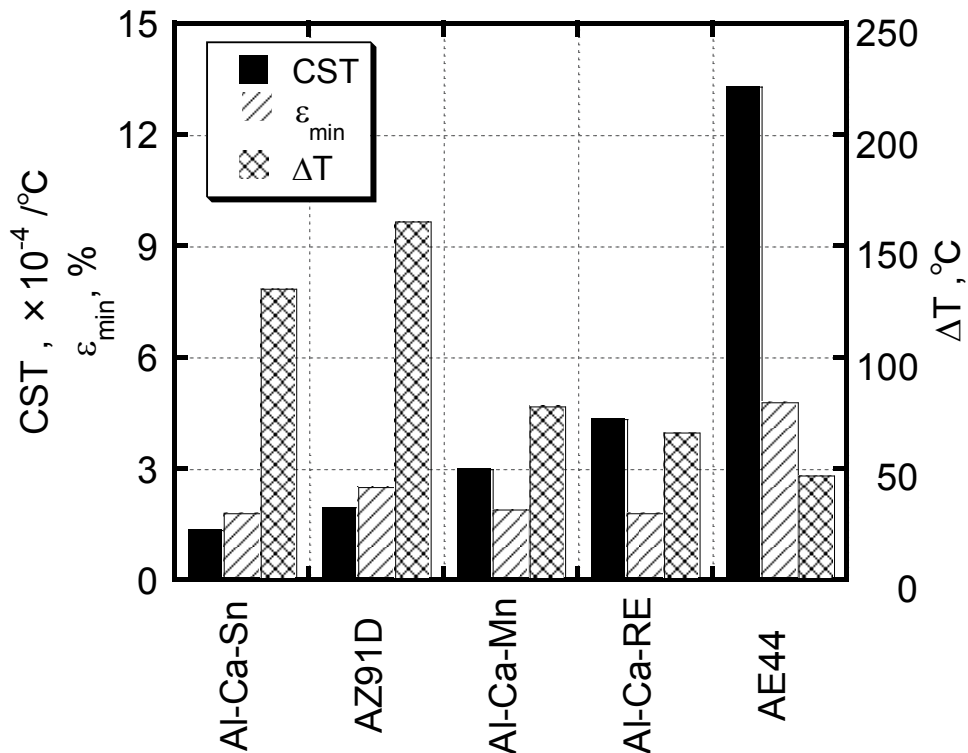
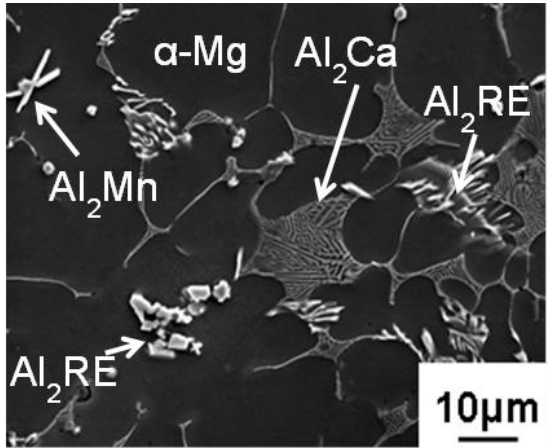


Fig. 3.16 Comparison of solidification cracking susceptibilities of all magnesium alloys used using critical strain rate for temperature range (CST), minimum critical strain (ϵ_{\min}) and solidification temperature range (ΔT).

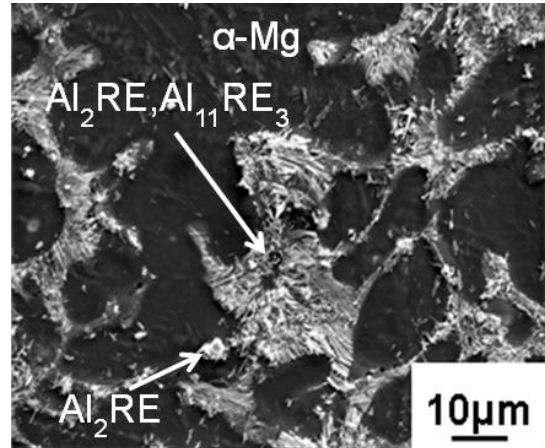
3.4.5 金属組織と凝固割れ感受性の関係

各種マグネシウム合金の金属組織を SEM で観察した結果を Fig. 3.17 に示す. Fig.3.17(a) の Al-Ca-RE 系は融点の高い Al_2RE が粒子状および板状に晶出した組織とラメラ状の Al_2Ca の共晶組織⁵⁾を呈している. Fig.3.17(b)の AE44 では融点が高い粒子状の Al_2RE と板状の Al_2RE および $\text{Al}_{11}\text{RE}_3$ の共晶組織⁶⁾となっている. また, Fig. 3.17 (c) Al-Ca-Mn 系および Fig. 3.17 (d)の Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金は RE を含まないため, Al_2Ca または Mg_2Ca 共晶組織⁵⁾と Ca と Sn を含む晶出物から成り立っている. Fig. 3.17(e) は AZ91D の組織で, 融点の低い $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ の共晶組織となっている.

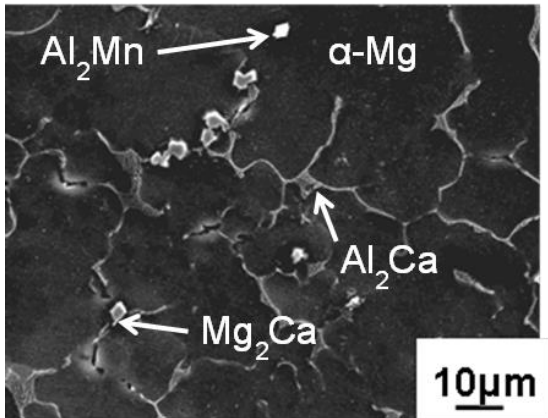
晶出物の形態を見ると凝固割れ感受性が高いと評価された RE を含まない2種類の耐熱マグネシウム合金はラメラ状の共晶組織が細長く, ネットワーク状に連なっており, 凝固末期まで薄く連続した液膜状態で存在していたと考えられる. したがって, 凝固中の僅かなひずみによって連続的に液膜が分離しやすくなり, 凝固割れが発生しやすくなったと考えられる.



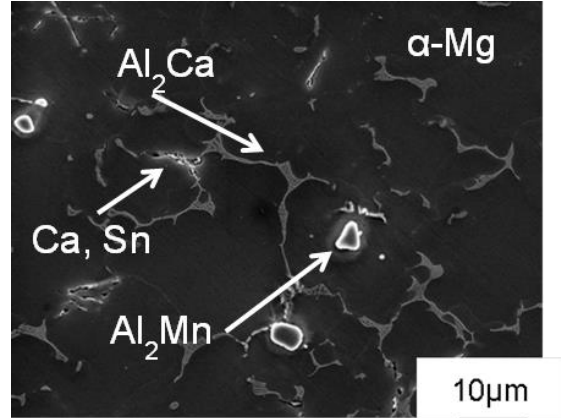
(a) Al-Ca-RE



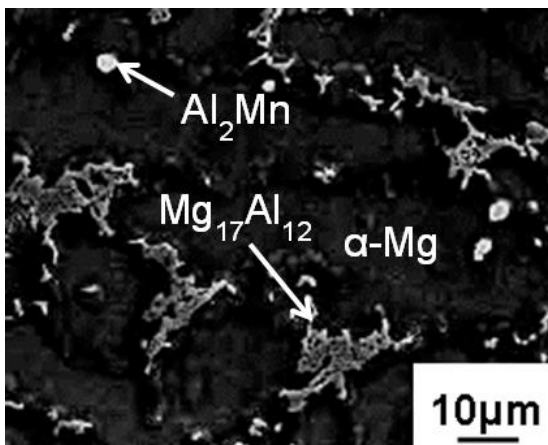
(b) AE44



(c) Al-Ca-Mn



(d) Al-Ca-Sn



(e) AZ91D

Fig. 3.17 Microstructures of all magnesium alloys used.

3.5 結 言

拘束緩和式U型高温割れ試験治具を用いたその場観察法による新しい試験方法を提案し、5種類のマグネシウム合金の固液共存温度領域の凝固割れ発生限界ひずみの取得を試みた。その結果を以下にまとめる。

- (1) 各種マグネシウム合金の凝固割れが発生する温度と限界ひずみの関係から固液共存温度域での高温延性曲線を高精度で取得できることが明らかになった。
- (2) 得られた高温延性曲線から温度変化に対する限界負荷速度 CST(Critical strain rate for temperature drop)を求めることにより、耐熱マグネシウム合金の凝固割れ感受性を定量的に比較することができた。
- (3) CSTはAE44が $13.3 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ で最も大きく、次いで、Al-Ca-RE系耐熱マグネシウム合金は $4.3 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 、Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金は $3.0 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 、AZ91Dは $1.96 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ と小さくなり、Al-Ca-Sn系耐熱マグネシウム合金が最も小さく $1.35 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ であった。
- (4) CSTによる凝固割れ感受性はAE44が最も低く、Al-Ca-RE系耐熱マグネシウム合金、Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金、AZ91D、Al-Ca-Sn系耐熱マグネシウム合金の順に凝固割れ感受性が高くなる。
- (5) REを含まずにCaを添加した耐熱マグネシウム合金の金属組織はラメラ状の共晶組織が細長く、ネットワーク状に連なっており、組織上、凝固割れが発生しやすいと考えられる。

参考文献

- 1) Peng Wen, Kenji Shinozaki, Motomichi Yamamoto, Yasuoka Senda, Tomoko Tamura, Norio Nemoto:溶接学会論文集 27(2009),134-138.
- 2) Peng Wen, Kenji Shinozaki, Motomichi Yamamoto, Yasuoka Senda, Tomoko Tamura, Norio Nemoto:溶接学会論文集 27(2009),139-143.
- 3) 仙田富雄, 松田福久, 高野元太, 渡辺潔, 小林忠明, 松坂矯:溶接学会誌 41(1972),709-723.
- 4) 仙田富雄, 松田福久, 高野元太:溶接学会誌 42(1973),48-56.
- 5) T. Rzychoń, A. Kielbus: Archives of Materials Science and Engineering 28(2007),471-474.
- 6) A.Suzuki, N.D.Saddock, J.W. Jones, T.M.Pollock: Acta Materialia 53(2005),2823-2834.

第4章 実用合金の流動凝固および熱応力連成解析による凝固割れ発生予測

4.1 緒言

3章では、耐熱マグネシウム合金ダイカスト材を YAG レーザで加熱し、その場観察法を用いて、その加熱部に発生するひずみを計測することで、耐熱マグネシウム合金の固液共存温度域における高温延性曲線を求める方法を提案した。さらに、高温延性曲線から温度変化に対する限界ひずみ速度 CST(Critical strain rate for temperature drop)を求め、各種耐熱マグネシウム合金の凝固割れ感受性について比較検討を行った。

マグネシウムダイカスト成形品は軽量化と高剛性を両立させるため、多くのリブ形状を有しており、複雑な金型形状となっている。その形状によっては、凝固収縮時に最終凝固部に凝固割れが発生^{1),2),3)}すると言われている。それを防止するため、試行錯誤の金型修正が行われているのが実状である。

そこで、4章においては、各種耐熱マグネシウム合金のダイカスト成形時の金型内における凝固割れ発生の有無を予測する方法の検討を行った。金型内で凝固中に発生するひずみを実測することは困難であるが、このひずみを熱応力連成解析によって求めた報告^{4),5),6)}がある。本研究の耐熱マグネシウム合金においても、金型内で凝固中に発生するひずみを熱応力連成解析が可能な鋳造シミュレーションソフトを用いて求めた。これにより、各種耐熱マグネシウム合金の高温延性値と金型内で凝固中に発生するひずみの大小関係により、凝固割れ発生予測の可能性を検討した。さらに、拘束間距離を変化させることができる簡易形状金型を用いて各種耐熱マグネシウム合金の実機ダイカスト成形を行い、凝固割れ発生予測の精度を検証した。

この凝固割れ予測技術によって、ダイカスト時の凝固割れ発生の有無が金型設計段階でわかれば、凝固割れを起さない金型を設計することが可能であり、また、試作金型を多く製作する必要がなくなり、短納期化とコスト削減が図れるとともに、ダイカスト成

形時の歩留まりを向上させることができる。

4.2 供試材料

供試材料には試作の Al-Ca-RE 系, Al-Ca-Mn 系および Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金ならびに市販の Al-RE 系耐熱マグネシウム合金(AE44)および汎用の Al-Zn 系マグネシウム合金 (AZ91D) を用いた。その化学成分は Table 4.1 に示す。

Table 4.1 Chemical compositions of magnesium alloys. (mass%)

Material	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Be	RE	Ca	Sn	Mg
Al-Ca-RE	6.3	0.03	0.19	0.018	0.002	<0.001	0.001	-	2.5	2.2	-	Bal.
Al-Ca-Mn	4.0	-	0.3	-	-	-	-	-	-	3.0		Bal.
Al-Ca-Sn	4.5	-	-	-	-	-	-	-	-	1.7	0.7	Bal.
Al-RE (AE44)	4.10	0.02	0.28	0.030	0.003	<0.001	<0.001	-	3.77	-	-	Bal.
Al-Zn (AZ91D)	9.06	0.68	0.19	0.031	0.006	0.001	0.002	0.001	-	-	-	Bal.

4.3 実験方法

4.3.1 ダイカスト試験片の凝固割れ感受性評価方法

Fig.4.1 に示す簡易形状金型を用いて型締め力 0.9MN ダイカストマシンによる成形試験を行った。Table 4.2 にダイカスト鑄造条件を示す。この金型は入れ子を入れ替えることにより、拘束端距離 L を 105, 65, 25mm と変化させることができる。金型温度が安定した後、各条件で 20 個ほどサンプルを採取し、各種耐熱マグネシウム合金の凝固割れ感受性を評価した。簡易形状金型を用いてダイカスト成形した試料から Fig.4.2 に示すように、拘束部コーナー R に発生した割れの長さ D_i を測定し、拘束部コーナーの周囲長さ D との比を凝固割れ率とし、各条件における平均割れ率を評価した。なお、ゲート側の拘束端の金型温度が反ゲート側の拘束端より高くなるため、ゲート側の拘束端で主に割れが発生する。そのため、ゲート側の拘束端における平均割れ率を測定した。

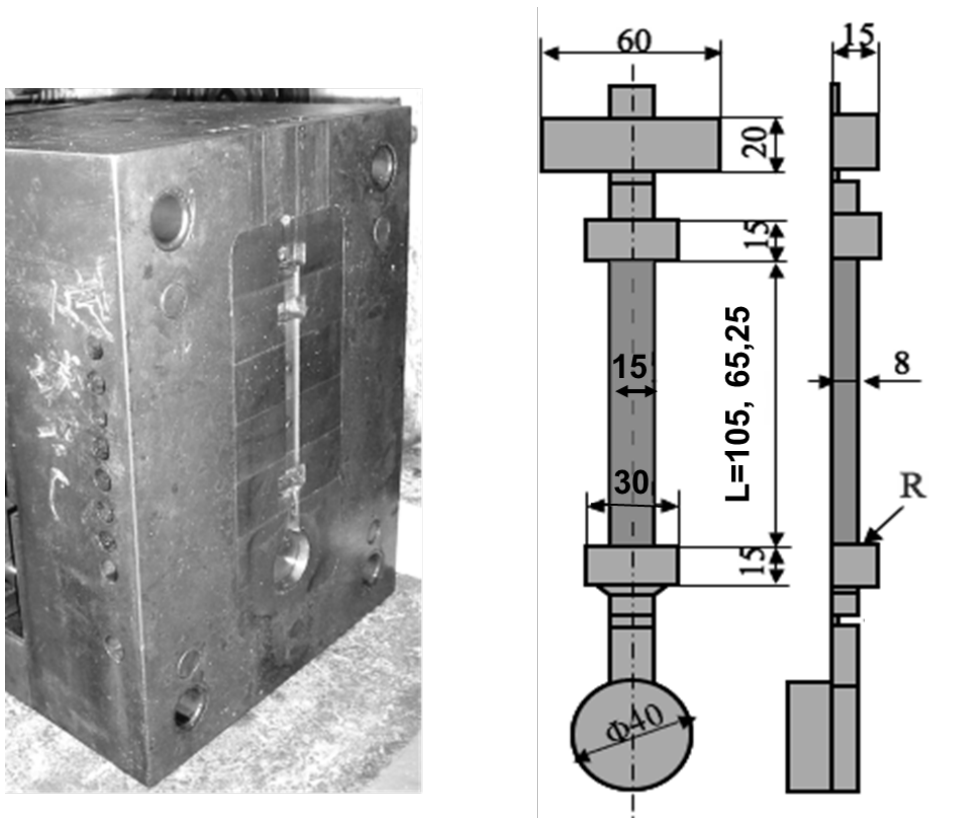


Fig.4.1 Appearance and dimension of solidification crack susceptibility test mold.

Table 4.2 Conditions of die casting.

Molten temperature (°C)	700
Casting Pressure (MPa)	75
Die temperature (°C)	100
Plunger speed (m/s)	2
Chill time (s)	5

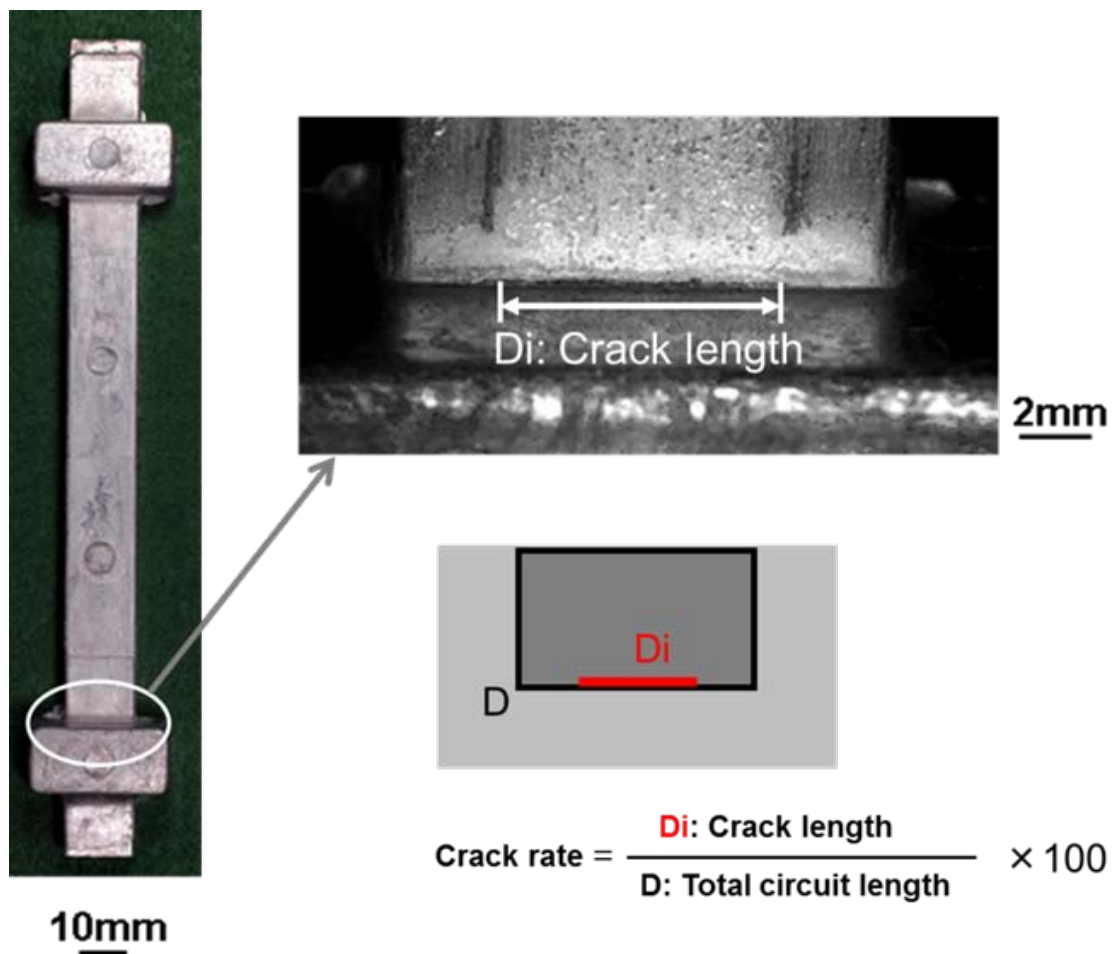


Fig.4.2 Crack on the actual die-casting test specimen and definition of crack rate.

4.3.2 高周波誘導加熱装置及び可視化装置を用いた高温引張試験方法

固液共存温度域でのひずみ解析を行うには、この温度域における各温度での精度の高い材料定数(ヤング率, 0.2%耐力, 加工硬化係数)が必要である。しかしながら、各合金におけるこのような材料定数はいずれにおいても測定されていない。そこで、本研究では各合金の材料定数を実測することとした。

型締め力 2.45MN の高圧凝固鑄造機 (スクイズキャストマシン (宇部興産製 UBE-HV250T)) で作製した 100×60×12mm の試料から Fig. 4.3 に示す 100×φ6mm の丸棒試験片を機械加工した。標点として、ビッカース圧痕 (9.8N, 15s) を 0.5mm 間隔で施した。

この試験片を高周波誘導加熱装置で所定の温度に部分加熱しながら引張試験を行った。Fig.4.3 に示した制御点の温度が所定温度に到達後、10 秒間保持した後、引張荷重を負荷した。引張試験条件を Table 4.3 に示す。放射温度計(ジャパンセンサー：FTC-R300)で破断部の温度を測定し、同時に高速度ビデオカメラ(Photoron：FASTCAM-1024PCI、映像素子:1024×1024 C-MOS イメージセンサー)で引張始めから破断するまでを撮影した。割れが発生した位置を挟む標点間距離 2mm のビッカース痕を標点とし、定量的にひずみ量を計測した。Fig.4.4 には高速度ビデオカメラで撮影された画像の例を示す。ビッカース痕間の距離の測定には解析ソフト(Ditect：Dipp-motion 2D)を使用した。加熱部分の均熱帯は、2°C以内で約 6mm であった。ダイカスト成形における凝固収縮速度²⁾を考慮し、クロスヘッド速度を 50mm/min とした。

実験風景を Fig.4.5 に、実験の概略図を Fig.4.6 に、実験治具の概略図を Fig.4.7 に示す。Fig.4.7 に示したように、引張試験時に試験片にかかる曲げを防ぐために、片側の試験片固定部に球座金を用いた。試験片の加熱には、高周波誘導加熱装置(富士電波工業：FRT-20-100, 出力 200kW, 発信周波数 100kHz)を用いた。高周波加熱コイルは、内径φ23mm, ターン数 3 である。また、加熱による酸化を防ぐために、試験片を内径φ13mm の石英管で覆い、その内側に Ar ガスを 10 l/min 流した。

引張試験には、オートグラフ(島津製作所：AG-5000G)を用い、各温度での引張強さを考慮して、高温では 1kN, 低温では max. 10kN のロードセルを用いた。

吉田⁷⁾らはアルミニウム合金の重力鋳造材の加熱および冷却過程における引張試験を実施し、各物性値に差があることを指摘している。しかしながら、ダイカスト材のような冷却速度の速い組織を再現しながら凝固過程での引張試験することは非常に困難なため、本研究ではダイカスト材の引張試験において、加熱過程での物性値を求めた。

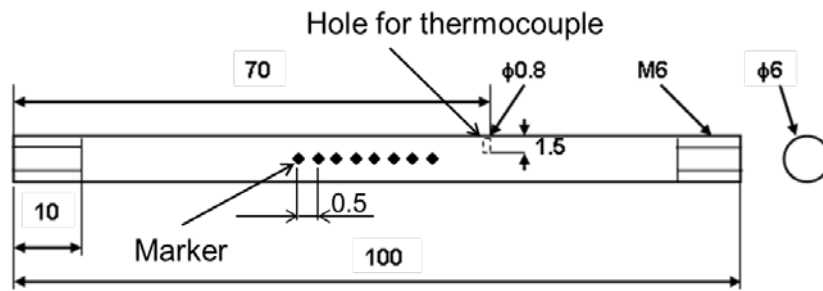


Fig. 4.3 Tensile test specimen for measuring the mechanical properties at high temperature of magnesium alloys.

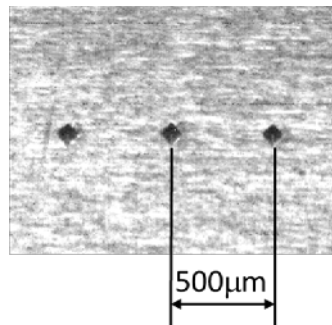


Fig. 4.4 Image of high temperature tensile test by the high-speed camera.

Table 4.3 Conditions of high temperature tensile test.

Test temperature (°C)	350~600
Tensile speed (mm/s)	50
Flow rate of shield gas (l/min)	10

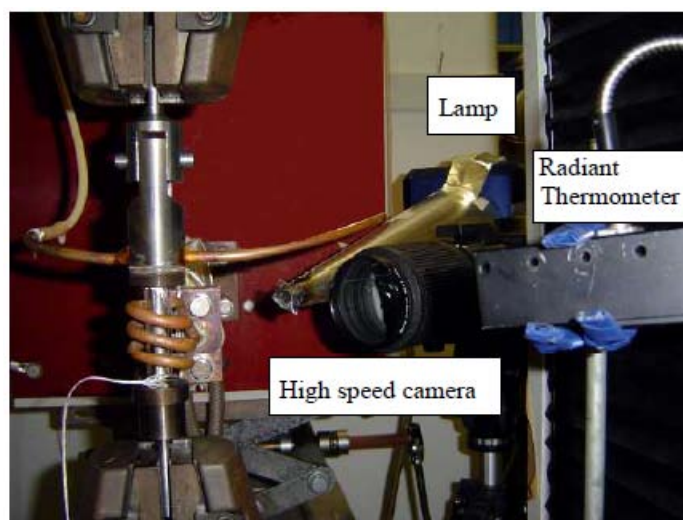


Fig.4.5 Appearance of apparatus for high temperature tensile test system.

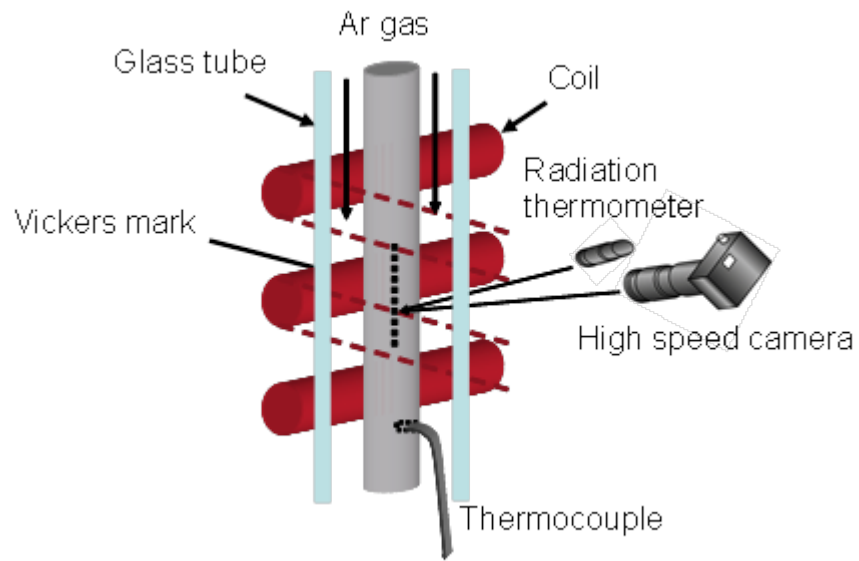


Fig. 4.6 Schematic illustration of measuring system for high temperature tensile test.

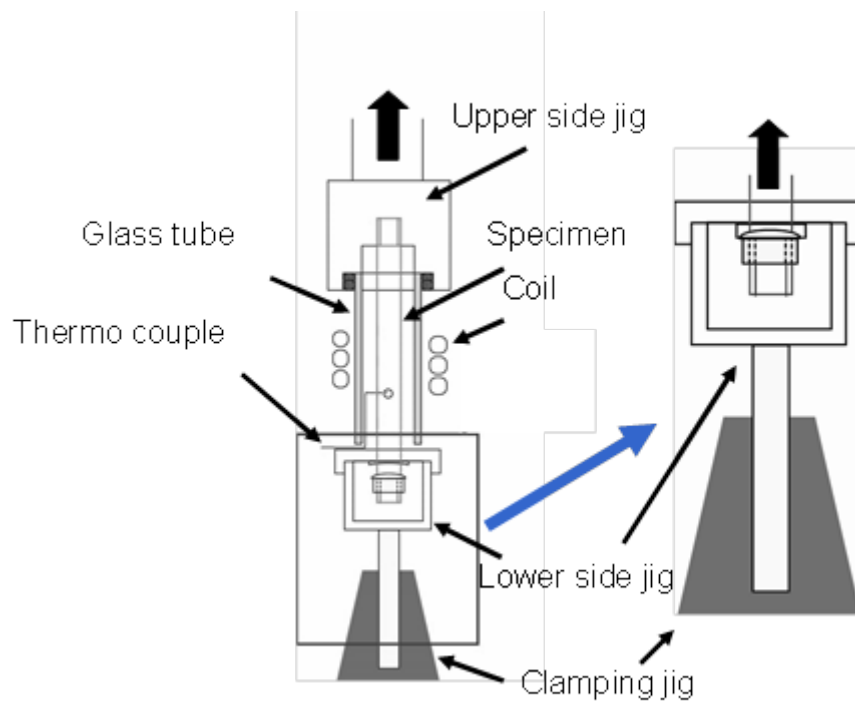


Fig. 4.7 Schematic illustration of equipment for high temperature tensile test jig.

4.4 流動凝固及び熱応力連成解析方法

Fig.4.8(a)にはダイカスト材の解析モデルを示す。上下にある拘束部の距離(拘束端距離)を 105mm, 65mm, 25mm として, 拘束部のコーナー半径は R0 とした。解析範囲は金型の入れ子内とし, その大きさは長さ 275mm, 幅 120mm, 厚さ 100mm とした。また, 幅方向を対称とし, 1/2 モデルとして節点数 約 140,000, 要素数約 720,000 四面体 1 次要素とし, 割れが生じるコーナー部付近での要素の大きさを 0.5mm として解析を行った。解析は熱応力連成解析が可能な ESI 社製の鋳造シミュレーション ProCAST を用いた。

Fig.4.8(b)に示すように凝固割れが発生する○印の領域における温度と凝固中に発生するひずみの関係を求めた。ここで, 凝固割れ発生に寄与するひずみとして, 局所的な領域での等価的なひずみ, すなわち相当塑性ひずみを採用した。なお, 熱応力解析は次式の線形硬化弾塑性体モデルとした。

固液共存温度域でのヤング率は定義できないが, 便宜上, 直線領域の傾きとして, みかけのヤング率 E_a および加工硬化係数 H は次のように定義して求めた。

$$\sigma = E_a \varepsilon \quad (0 < \varepsilon \leq \varepsilon_{Y0.2})$$

$$\sigma = \sigma_{Y0.2} + H (\varepsilon - \varepsilon_{Y0.2}) \quad (\varepsilon_{Y0.2} < \varepsilon)$$

解析に必要な材料物性値は 3.2 項に示した引張試験で得られた応力-ひずみ曲線から E_a , 0.2%耐力 $\sigma_{Y0.2}$, H を求めた。

Fig.4.9(a)には, 例として AE44 の 430°C で得られた応力-ひずみ曲線を示す。また, この応力-ひずみ曲線の微係数と応力との関係を Fig.4.9(b)に示す。 E_a は, 応力-ひずみ曲線の微係数が一定となっている部分の平均値とした。求められた E_a を用いて, オフセット法により $\sigma_{Y0.2}$ を求め, H は $\sigma_{Y0.2}$ から最大応力までの範囲の微係数の平均値とした。また, 液相が存在するような温度域での引張試験の場合, 破断に至るまでの伸びが非常に小さいため, $\sigma_{Y0.2}$ は破断応力とし, E_a は原点と破断した点を結んだ直線の傾きとした。加工硬化係数は 0 に近い値を入力して解析した。

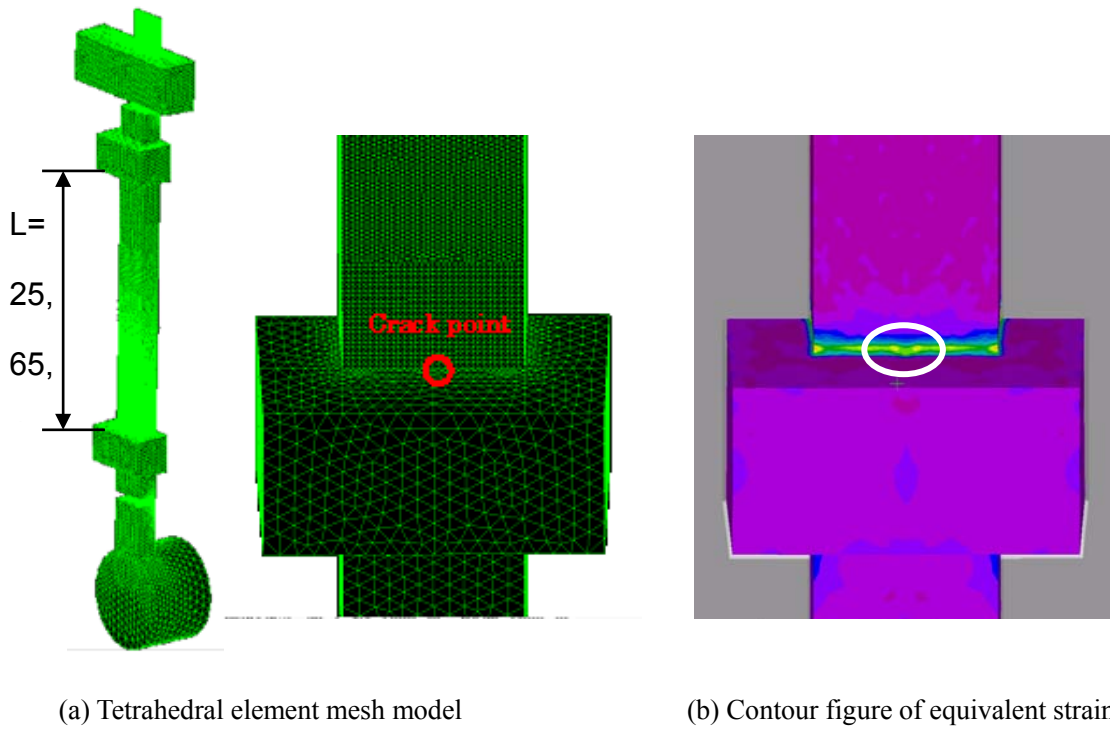


Fig. 4.8 Simulation mesh model of cavity and strain analysis area.

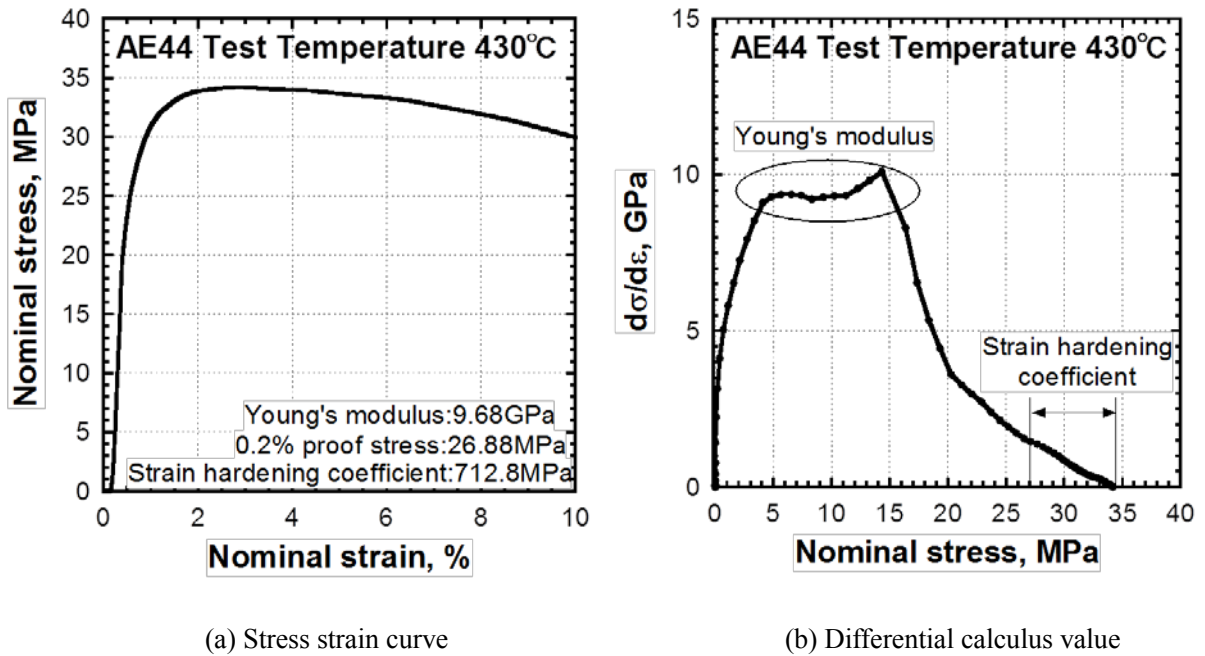


Fig. 4.9 Result of high temperature tensile test.

4.5 応力-ひずみ曲線と温度の関係

解析に用いるための高温物性値を取得するために、高温引張試験を行った結果を Fig.4.10 に示す。それぞれ(a) Al-Ca-RE 系, (b) AE44, (c) Al-Ca-Mn 系, (d) Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金および汎用の(e) AZ91D マグネシウム合金の応力-ひずみ曲線である。比較的低温側では、応力-ひずみ曲線に塑性変形領域が見られるが、ある温度を超えると、応力-ひずみ曲線には塑性変形領域が見られなくなり、弾性的に伸びて破断するようになった。固相線温度よりも低い温度で、弾性的に破断するようになっているが、熱分析では検出できない量の液相が存在しているためであると考えられる。このように、弾性的に破断するときの応力及び破断ひずみは、かなり小さくなった。この際、 E_a は直線的に近似して求め、加工硬化係数は 0 に近い値とした。応力ひずみ曲線から 4.4 項で定義した物性値、試験温度による E_a の変化、 $\sigma_{Y0.2}$ の変化および H の変化をそれぞれ Al-Ca-RE 系、AE44、Al-Ca-Mn 系、Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金および汎用の AZ91D マグネシウム合金について求めた。Fig.4.11 は試験温度による E_a の変化を、Fig.4.12 には試験温度による $\sigma_{Y0.2}$ の変化を、Fig.4.13 は試験温度による H の変化をそれぞれ示し、データ点を結んだ破線を解析用のデータとして用いた。

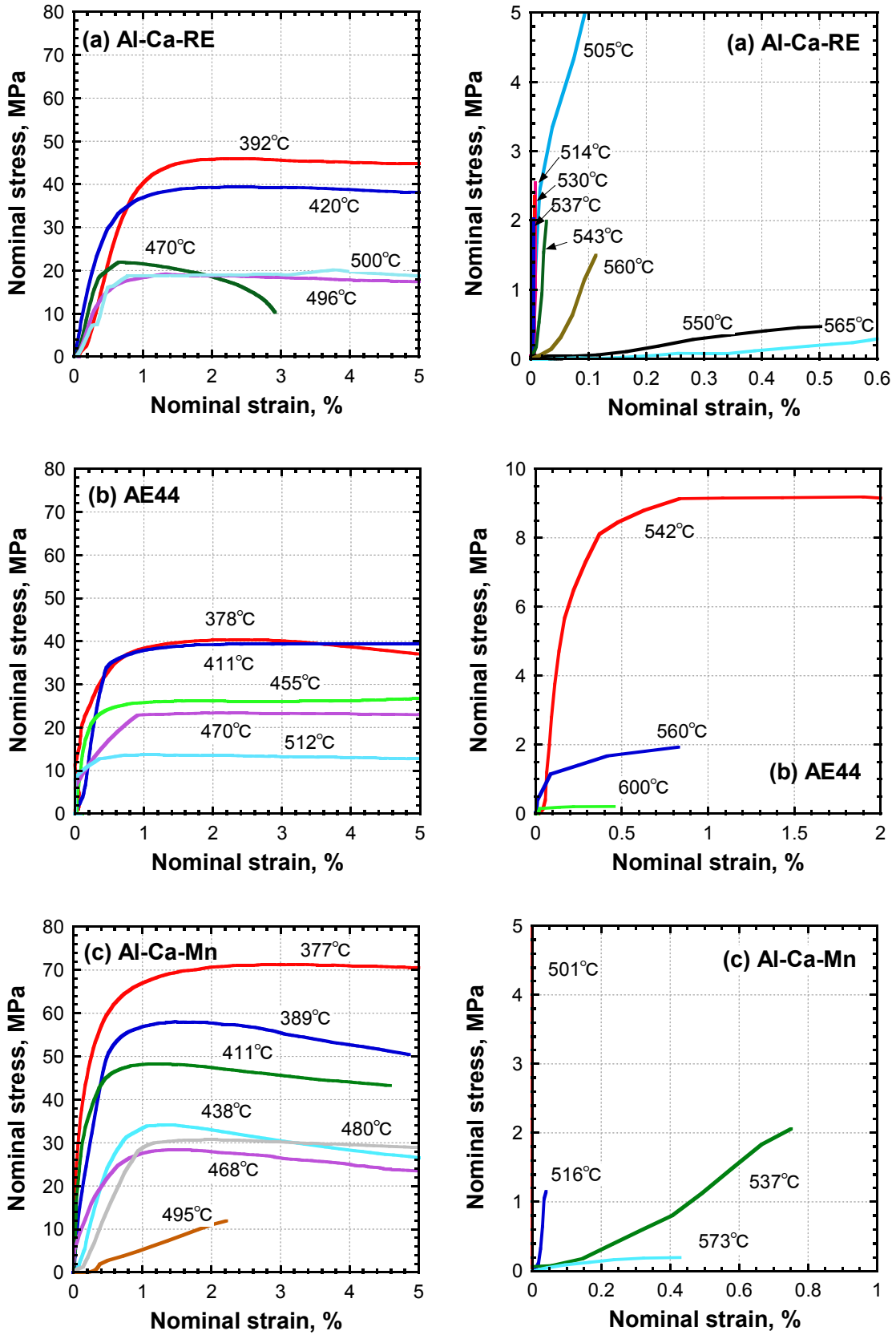


Fig. 4.10 Stress-strain curve in each temperature.

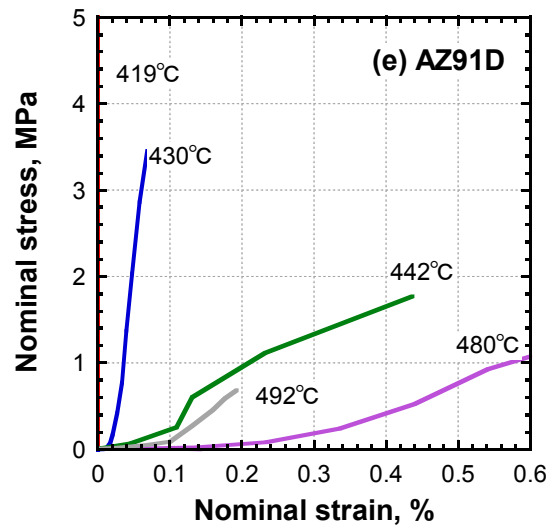
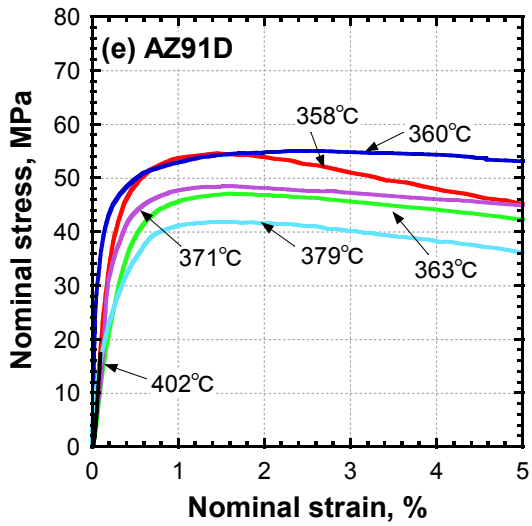
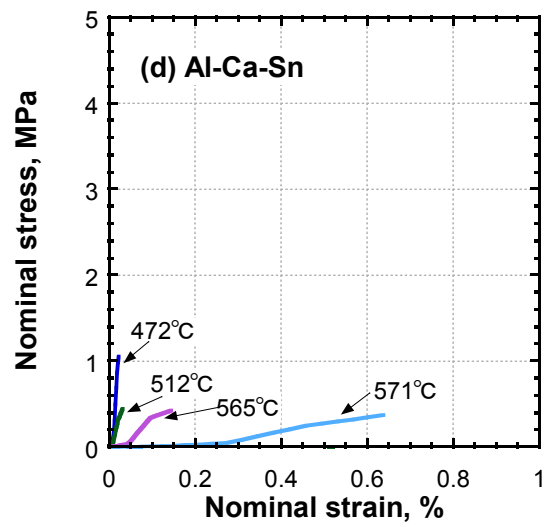
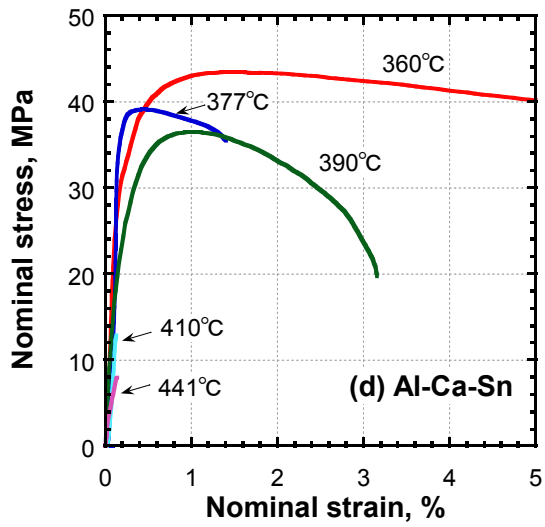


Fig. 4.10 Stress-strain curve in each temperature.

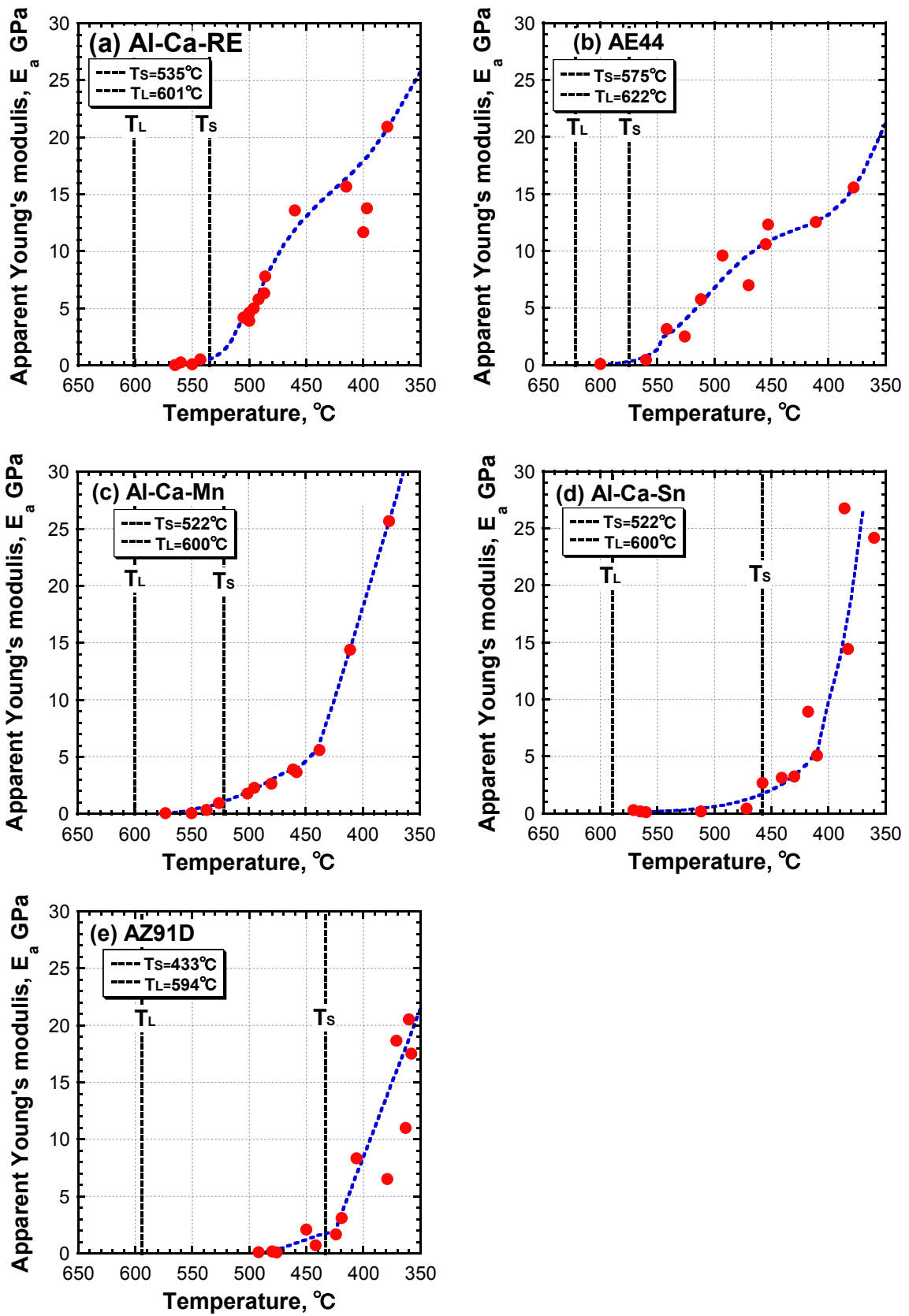


Fig. 4.11 Relationship between Apparent Young's modulus E_a and temperature for each Mg alloy.

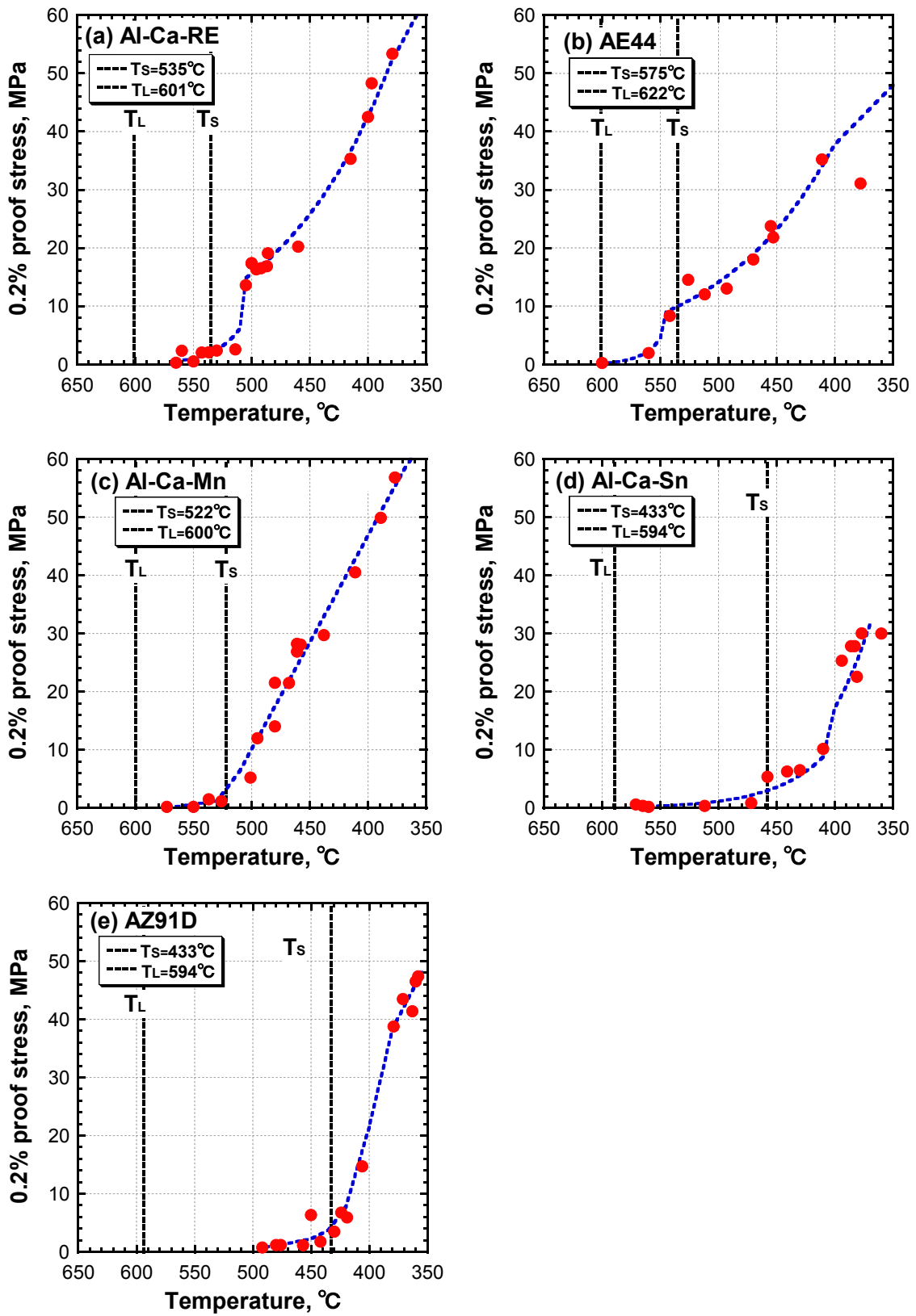


Fig. 4.12 Relationship between 0.2% proof stress and temperature for each Mg alloy.

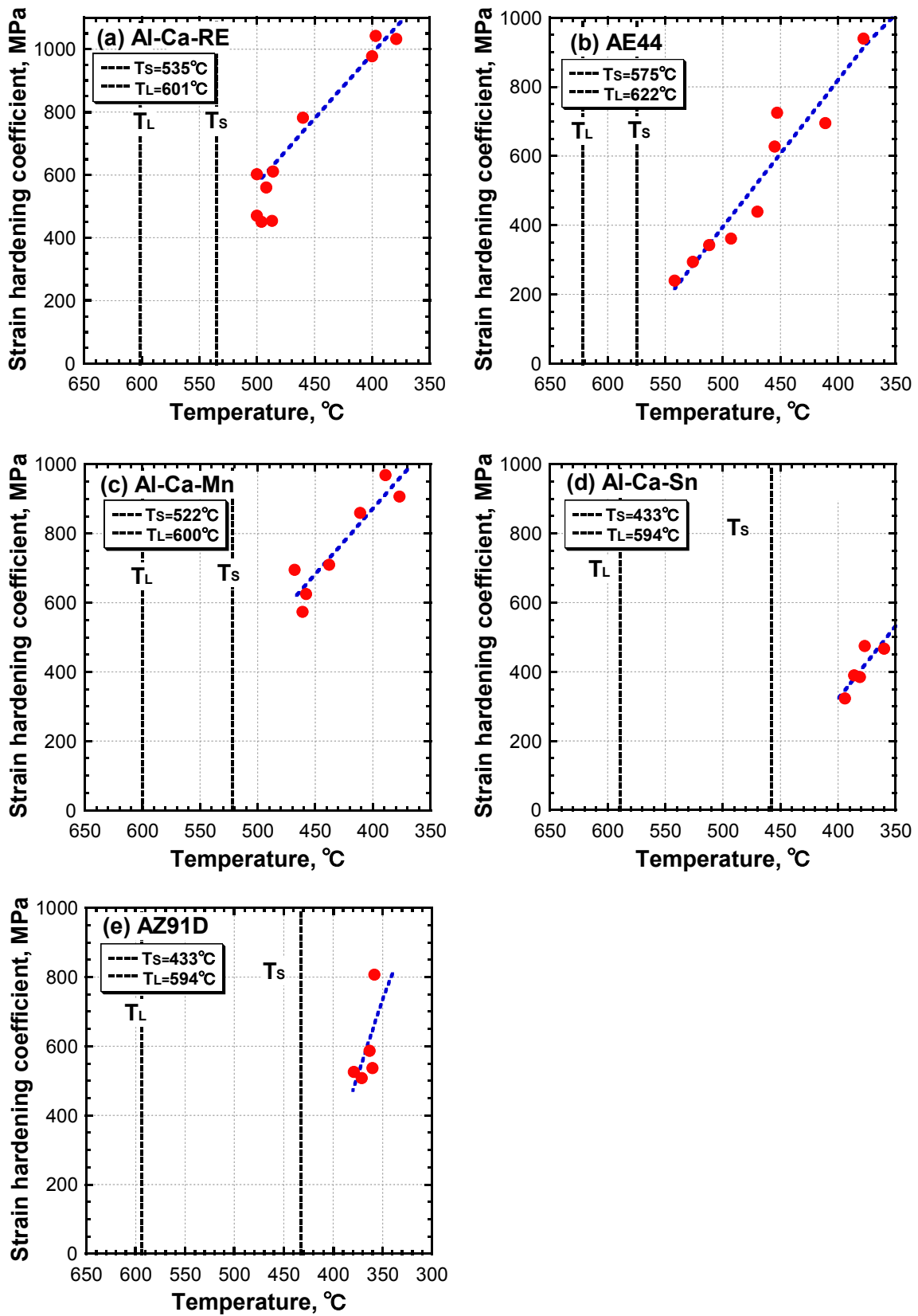


Fig. 4.13 Relationship between strain hardening coefficient and temperature for each Mg alloy

そのほか、解析に必要な熱的物性値の熱伝導率、熱膨張係数、エンタルピー、固相率および物理的物性値の密度、ポアソン比は合金成分から上記物性値が計算できる材料設計支援ソフトウェア JMatPro により温度との関係として求めた。それらの関係をそれぞれ Fig.4.14(a)から Fig.4.14(f)に示す。金型材料は SKD61 とし、金型は剛体として解析を行った。金型の熱伝導率は 20°C から 500°C の間を 25 W/m · K から 27W/m · K とした。金型とダイカスト材との界面、金型同士の界面および金型と空気との界面における境界条件を Table 4.4 に示す。なお、長海⁸⁾らはアルミニウム合金においてまた、梅田⁹⁾らや水上¹⁰⁾らは炭素鋼において固相率と引張強さの関係より、固相率が 70~60%以下では応力が発生しないと報告しており、本熱応力解析は固相率が 50%を超えたところから開始するよう設定した。

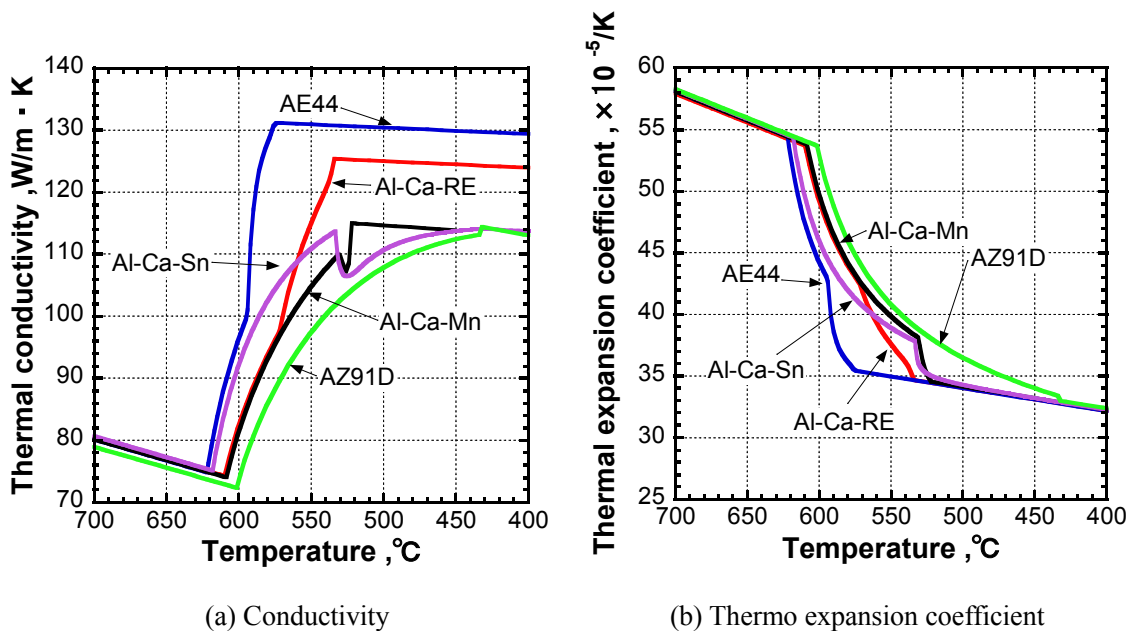
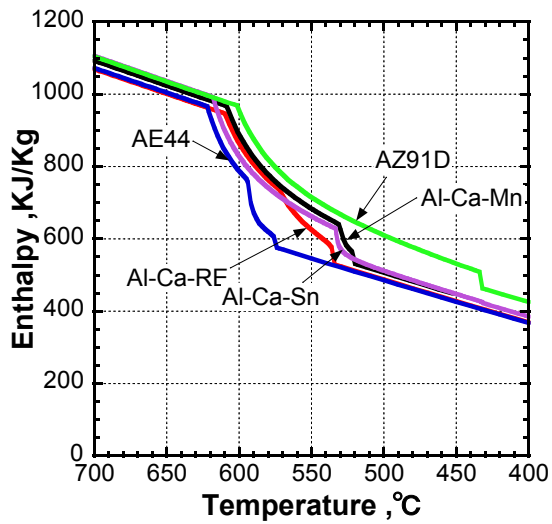
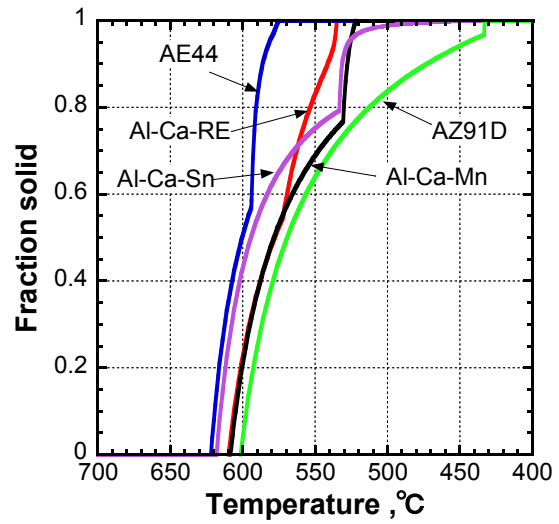


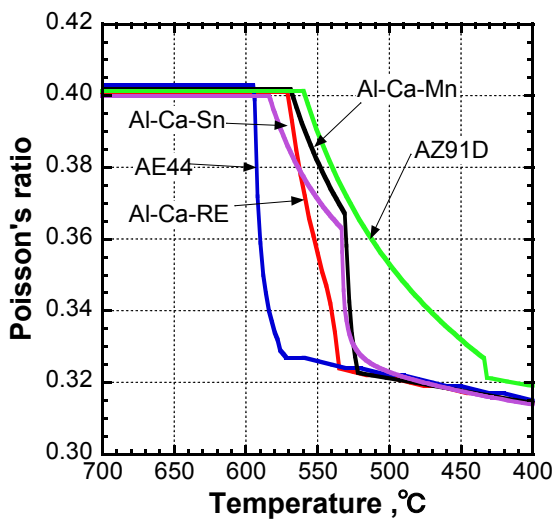
Fig. 4.14 Thermo physical and physical properties of magnesium alloys for thermal stress analysis which was calculated using software JMatPro.



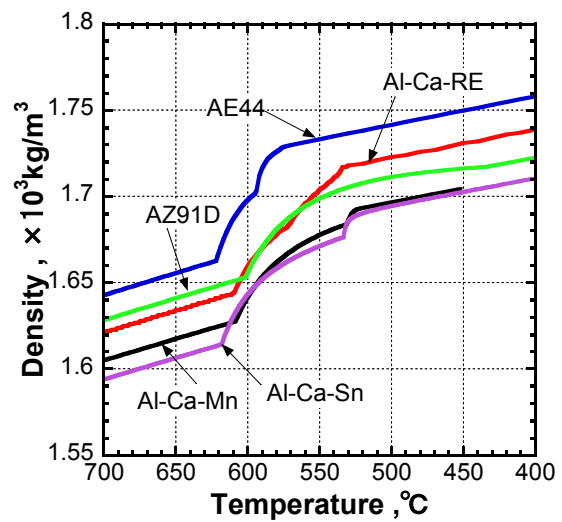
(c) Enthalpy



(d) Fraction of solid



(e) Poisson's ratio



(f) Density

Fig. 4.14 Thermo physical and physical properties of magnesium alloys in thermal stress analysis which was calculated using software JMatPro.

Table 4.4 Boundary condition

Heat transfer coefficient between molten metal and mold	10,000 W/m ² · K
Heat transfer coefficient between die and die	200 W/m ² · K
Heat transfer coefficient between die and air	10W/m ² · K, at 20°C air temp.

4.6 破断面と温度の関係

高温引張試験を行った後, SEM により破断面観察を行った. Fig.4.15(a)~Fig.4.15(g)に, それぞれ Al-Ca-RE 系, AE44, Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金および汎用の AZ91D マグネシウム合金の破断面組織を示す. 各マグネシウム合金において, 低温側ではディンプル組織が観察でき, 温度が上がるにつれて, デンドライト組織へと変化した. また, 温度が上がるにつれて, デンドライト組織は明瞭になった. 固相線以下の温度でも, 液相が関与していると考えられる破面が見られる. これより, 弾性的に破断し, 応力及びひずみが小さくなったのは, 液相が関与していたためと考えられる.

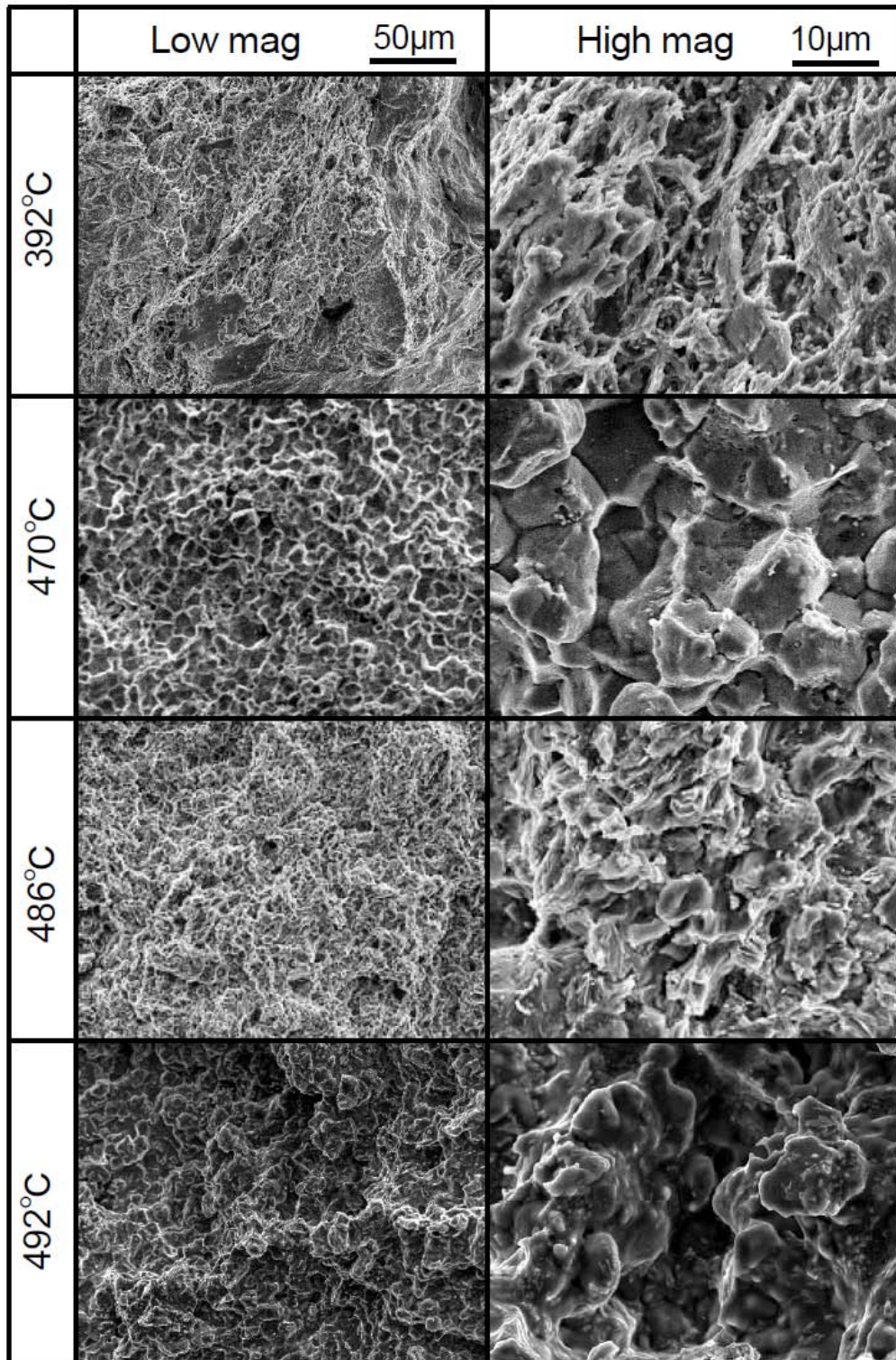


Fig. 4.15(a) SEM images of fracture surface for Al-Ca-RE magnesium alloy.
(High temperature tensile test 392°C~492°C)

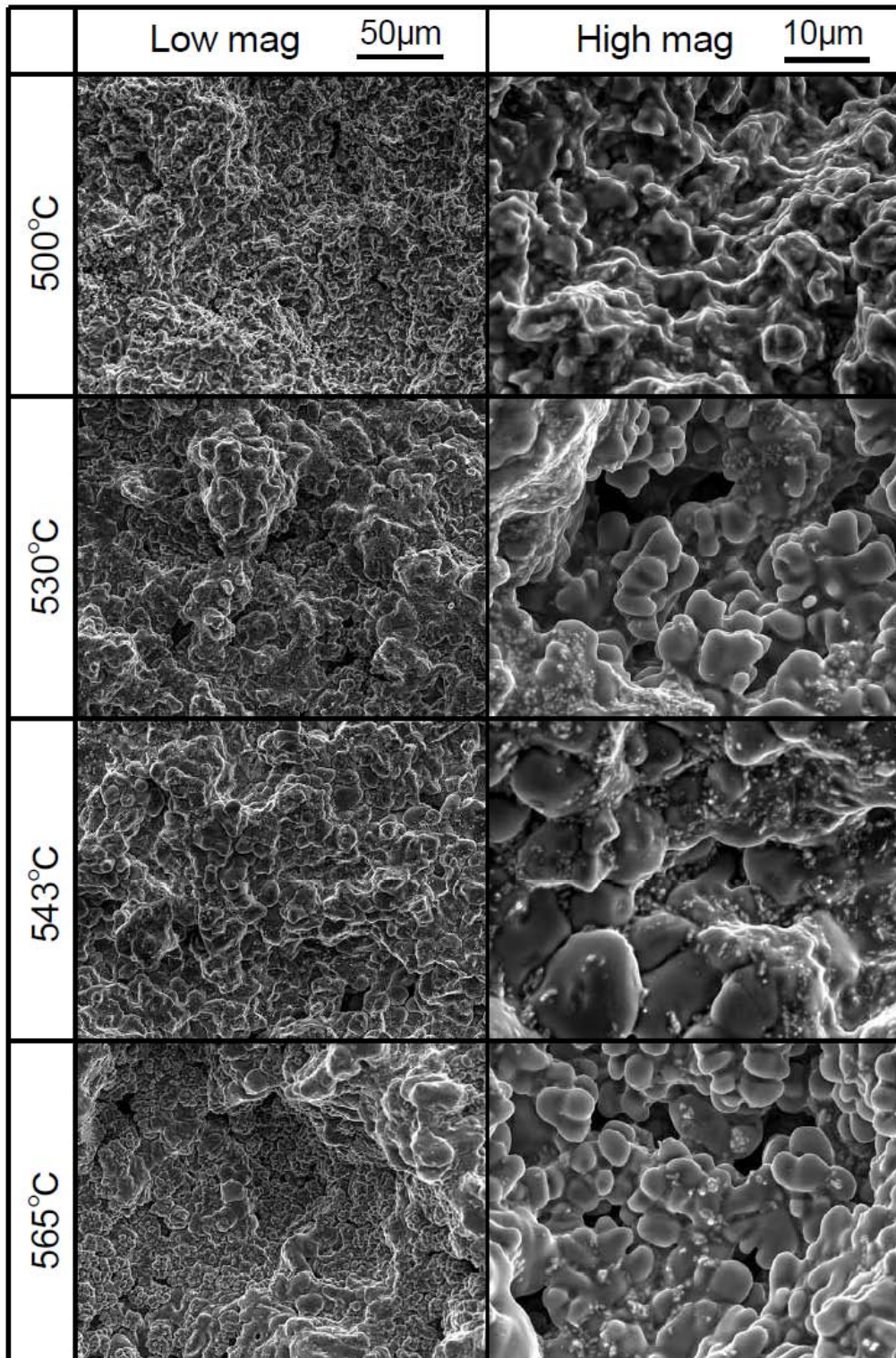


Fig. 4.15(b) SEM images of fracture surface for Al-Ca-RE magnesium alloy.
(High temperature tensile test 500°C~565°C)

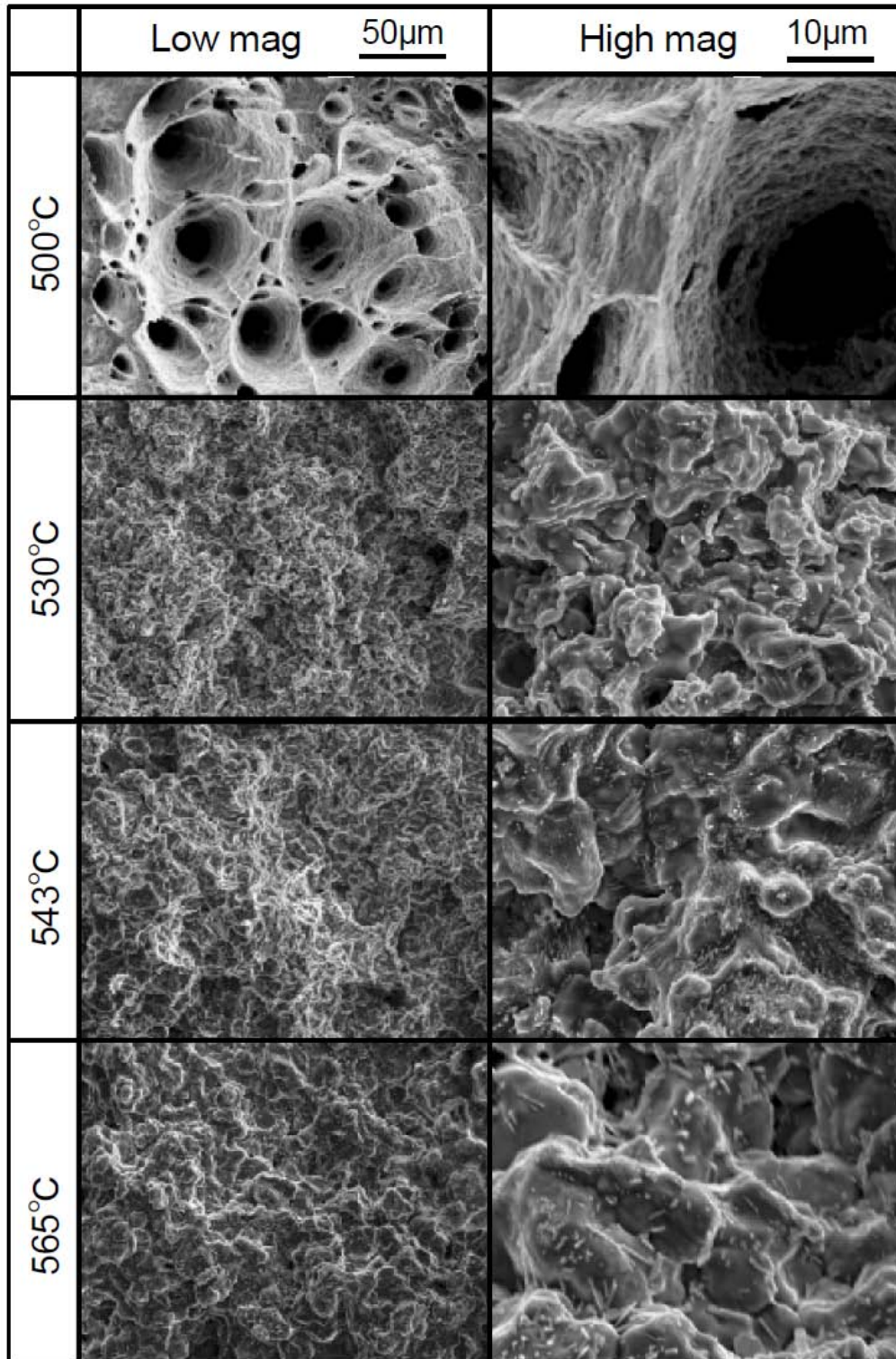


Fig. 4.15(c) SEM images of fracture surface for AE44 magnesium alloy
(High temperature tensile test 470°C ~ 560°C)

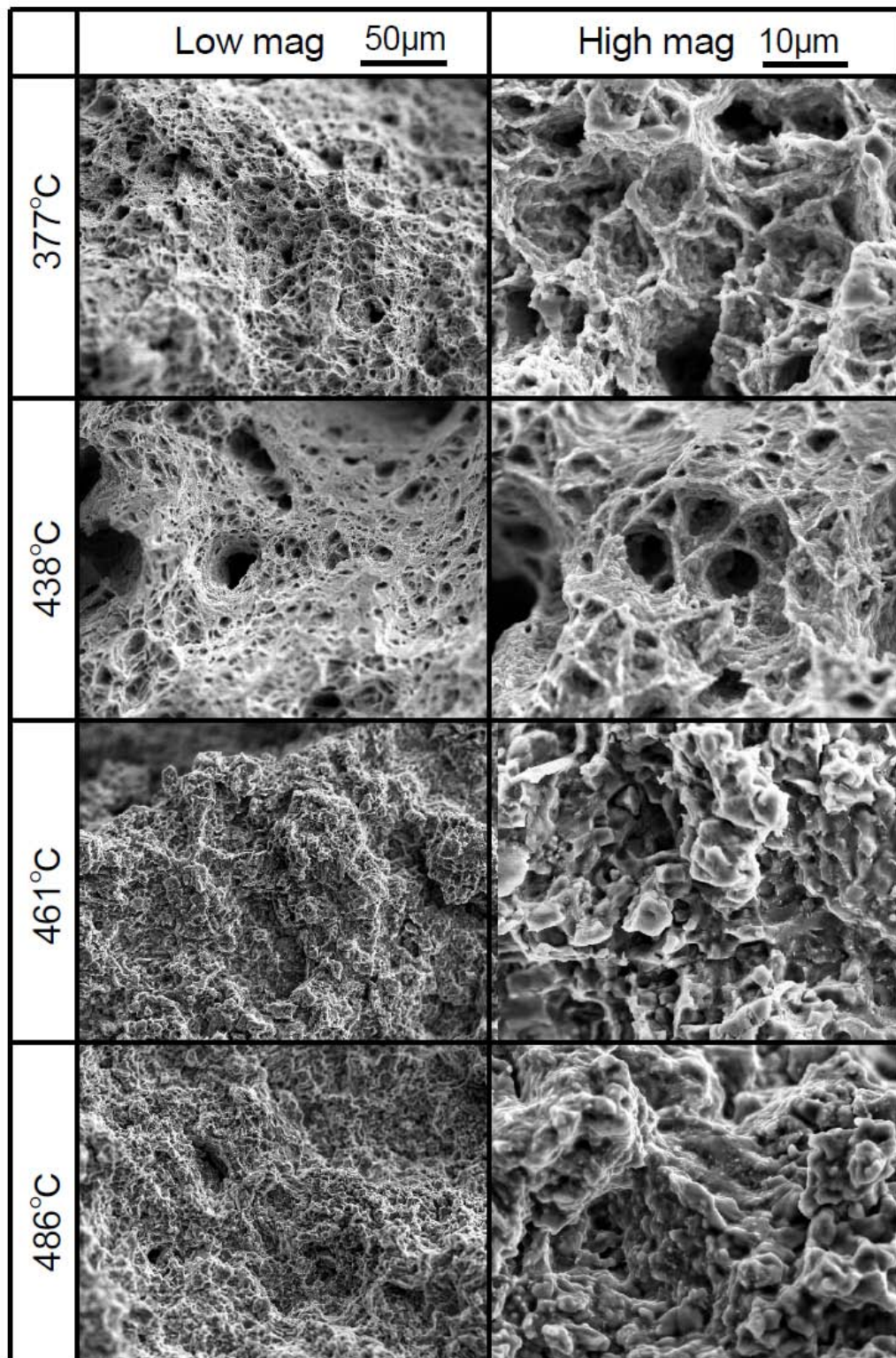


Fig. 4.15(d) SEM images of fracture surface for Al-Ca-Mn magnesium alloy.
(High temperature tensile test 377°C~486°C)

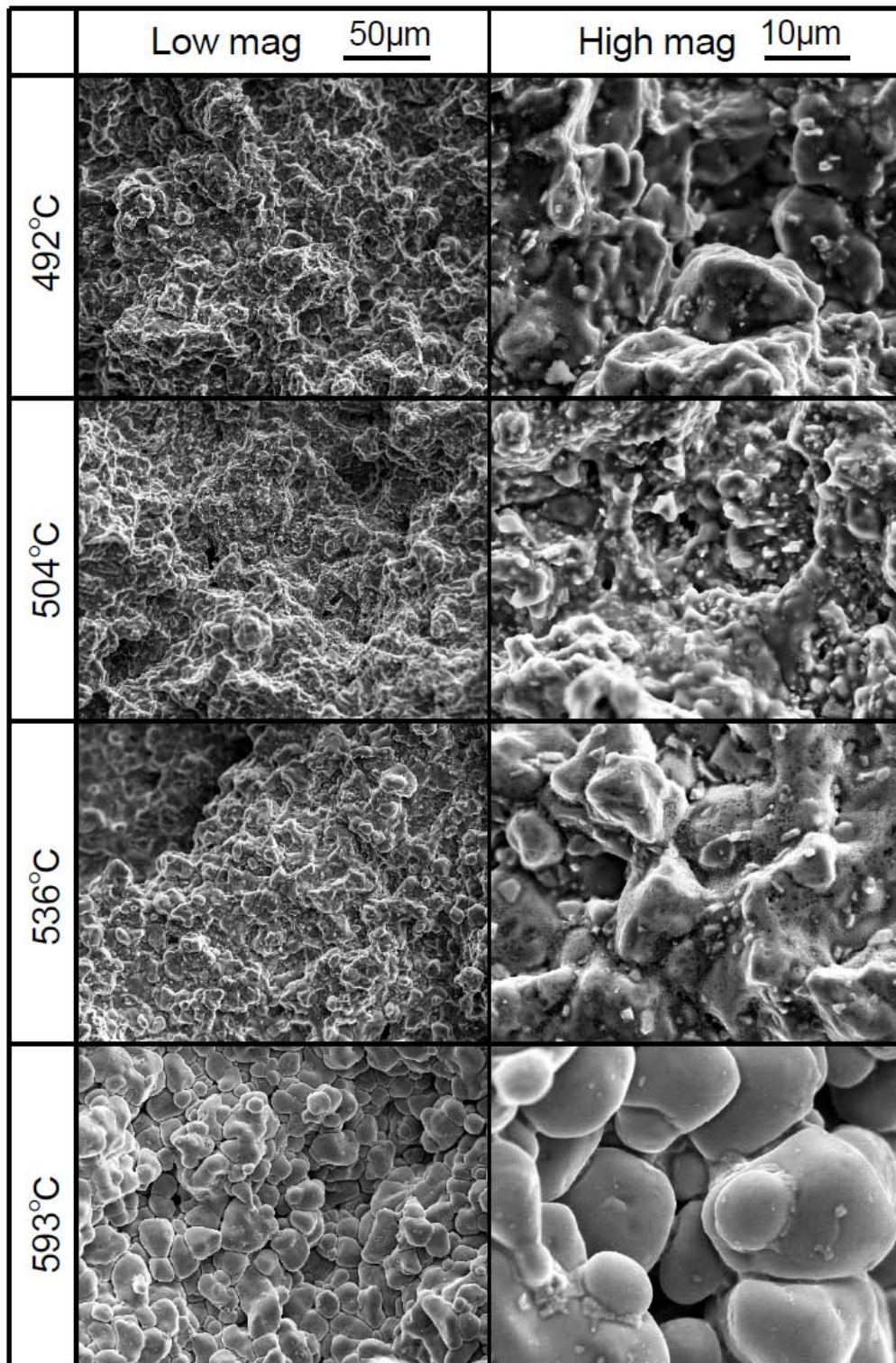


Fig. 4.15(e) SEM images of fracture surface for Al-Ca-Mn magnesium alloy.
(High temperature tensile test 492°C~593°C)

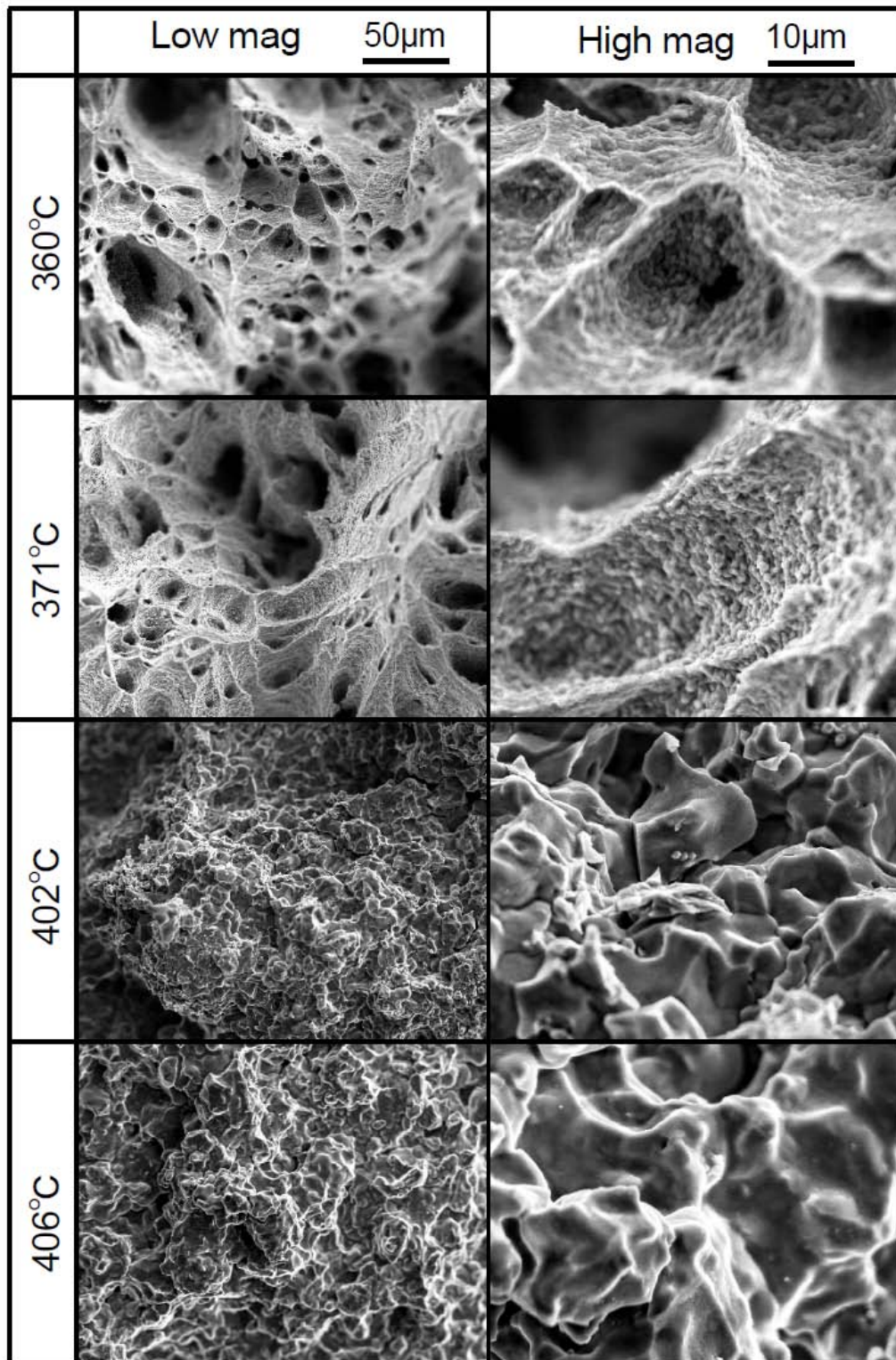


Fig. 4.15(f) SEM images of fracture surface for AZ91D magnesium alloy.
(High temperature tensile test 360°C~406°C)

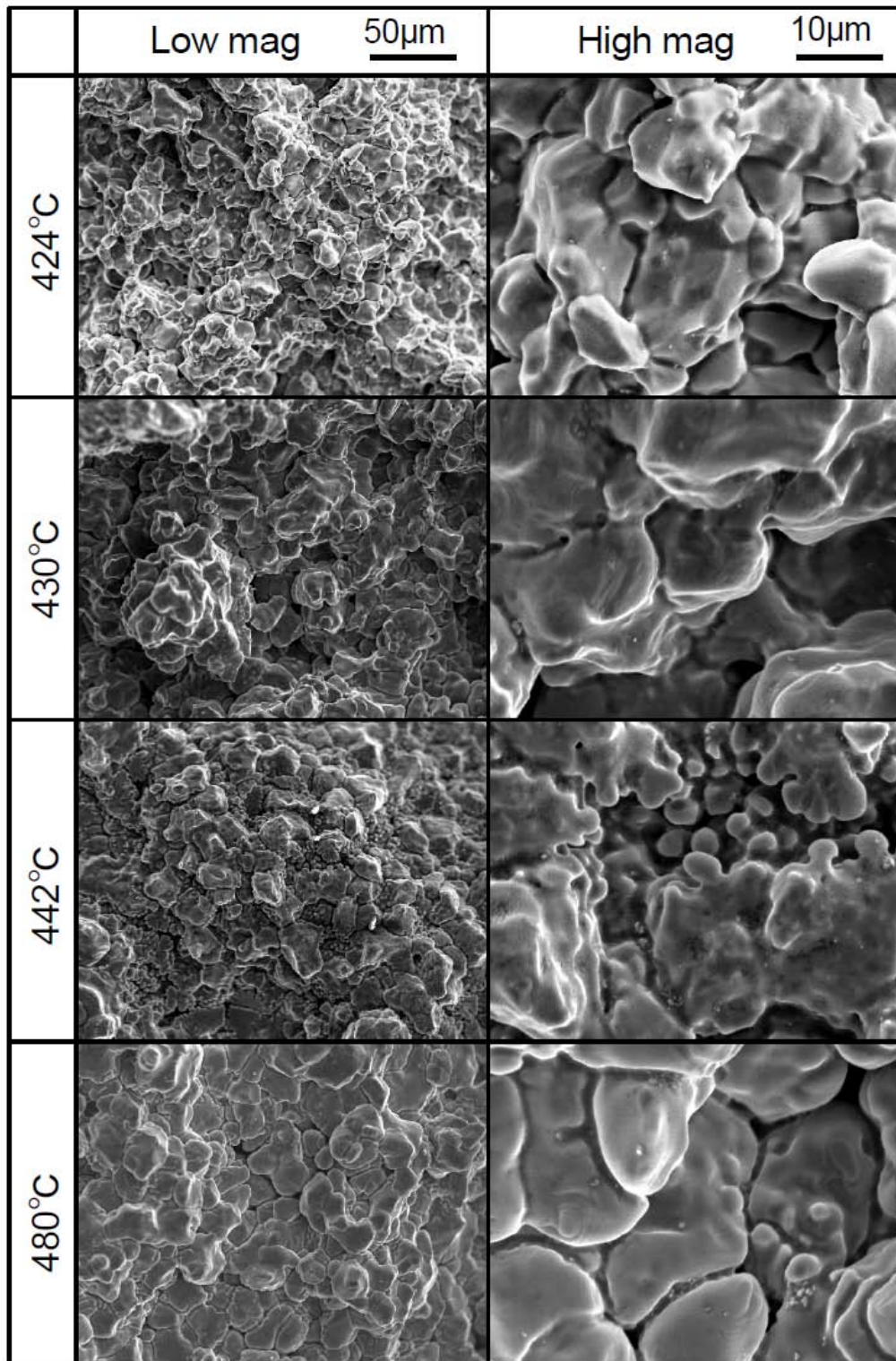
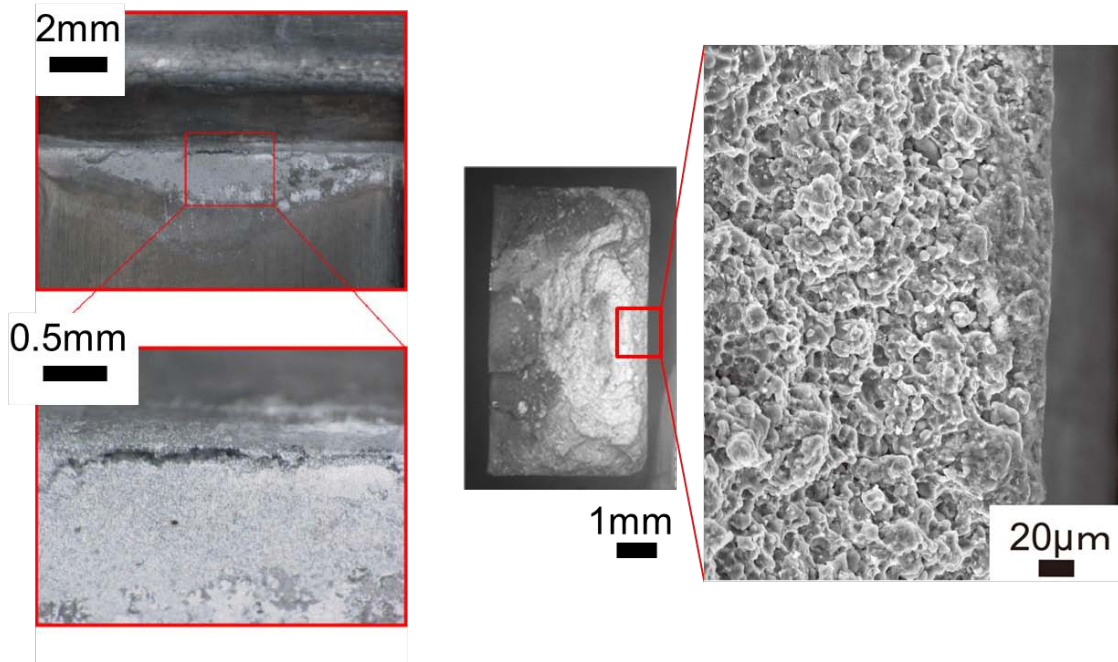


Fig. 4.15(g) SEM images of fracture surface for AZ91D magnesium alloy.
(High temperature tensile test 424°C~480°C)

4.7 凝固割れ感受性評価金型を用いた凝固割れ発生の結果

Fig.4.16(a)には、Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金で拘束端距離105mmの拘束部分のコーナーに発生した凝固割れの様子を示す。その破断面を観察するために、拘束部分を強制破断させ、走査型電子顕微鏡で観察したのが、Fig.4.16(b)である。中央の破断面には丸みを帯びたデンドライド形状が観察され、凝固割れが発生していることがわかる。

Fig.4.17は拘束端距離を25mm, 65mm, 105mmと変化させたときの凝固割れ率の違いをマグネシウム合金ごとに示している。Al-Ca-RE系耐熱マグネシウム合金およびAE44では拘束端距離65mm以下では凝固割れは発生せず、拘束端距離105mmではサンプルの一部に凝固割れの発生が観察されたが、その凝固割れ率も2%以下と低い。Al-Ca-Sn系耐熱マグネシウム合金は拘束端距離によらず、すべてのサンプルにおいて凝固割れが発生し、拘束端距離25mmでも凝固割れ率が16%と高く、拘束端距離65mm以上では40%以上の凝固割れ率となった。また、Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金およびAZ91Dは拘束端距離65mm以上ですべてのサンプルで凝固割れが発生したが、25mmでは一部のサンプルにのみ凝固割れの発生が見られた。Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金は拘束端距離の長さが大きくなるとともに凝固割れ率が大きくなったが、Al-Ca-Sn系耐熱マグネシウム合金およびAZ91Dでは、拘束端距離65mmの時に凝固割れ率が最も高くなった。この結果より、総じてAl-Ca-Sn系耐熱マグネシウム合金、AZ91D、Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金、Al-Ca-RE系耐熱マグネシウム合金、AE44の順に凝固割れが発生しにくいことがわかる。



(a) Observation of surface crack

(b) Fracture surface of solidification cracking

Fig. 4.16 SM and SEM images of solidification crack on Al-Ca-Mn magnesium alloy in the fabrication of die-casting casting. (Constraint length $L=105\text{mm}$)

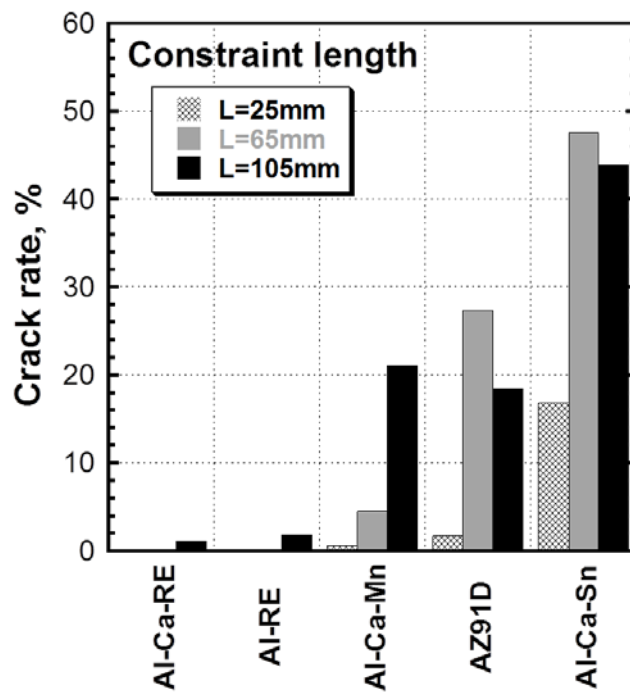


Fig. 4.17 Effect of constraint lengths on cracking susceptibility of each magnesium alloys.

4.8 凝固割れ感受性評価金型における凝固割れ発生予測

4.8.1 凝固割れ発生予測

凝固割れ感受性評価金型における各耐熱マグネシウム合金の凝固中、拘束部コーナ部分に発生する相当塑性ひずみの変化を解析した結果を Fig.4.18 に示す。(a)は Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金、(b)は AE44、(c)は Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金、(d)は Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金および(e)は AZ91D の結果である。図中に一点鎖線で示した縦の 2 本線はそれぞれ、熱分析によって測定された液相線温度 T_L と固相線温度 T_S を表している。破線および実線で示した 3 本の曲線は解析によって求められた拘束端距離 25,65 および 105mm の場合のゲート側拘束端コーナー部における相当塑性ひずみの変化である。液相線温度近傍ではそのひずみは小さく、また、液相が多く、融液が十分補充できるため、凝固割れは発生しないが、固相線温度近傍では、そのひずみは大きくなり、凝固割れが発生しやすくなると考えられる。いずれのマグネシウム合金も拘束端距離 105mm の時に凝固収縮量が最も大きく、コーナー部に最も大きな相当塑性ひずみが発生する。一方、拘束端距離が短くなるとともに凝固収縮量が小さくなるため、コーナー部に発生する相当塑性ひずみは小さくなる。

また、凝固収縮によって発生したコーナー部分のひずみが、その場観察法¹⁾により求めた凝固割れ発生限界ひずみ(●印)およびそれらを結んだ実線、すなわち、高温延性曲線⁴⁾以上に達すると凝固割れが発生すると考えられる。したがって、解析によって求めた製品の凝固過程で生じる相当塑性ひずみ履歴が、高温延性曲線と交わると凝固割れが発生すると考えられる。

Fig.4.18(a)に示すように Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金における拘束部コーナーに生じる相当塑性ひずみは拘束端距離 105mm の時に延性曲線に接近するものの交わらず、65mm や 25mm の時には延性曲線から離れている。これより、Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金はすべての拘束端距離で凝固割れが発生しにくいと予測される。

Fig.4.18(b)AE44 と Fig.4.18(c)Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金の拘束部コーナーに生

じる相当塑性ひずみは Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金のそれと比べ、すべての拘束端距離においても大きくなっている。しかし、AE44 の延性曲線は Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金に比べて高ひずみ側にあり、すべての拘束端距離において発生する相当塑性ひずみは延性曲線と交わることがないため、AE44 はすべての拘束端距離において凝固割れは発生せず、Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金に比べ凝固割れが発生しにくい材料であることがわかる。

一方、Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金では延性曲線が Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金とほとんど変わらないが、Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金の拘束端距離 105mm および 65mm の拘束部コーナーに生じる相当塑性ひずみは Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金と比較すると大きくなり、拘束端距離 105mm および 65mm の場合、延性曲線と交るため、これらの拘束端距離で凝固割れが発生すると予測される。

Fig.4.18(d) に示した Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金の拘束部コーナーに発生する相当塑性ひずみは、すべての拘束端距離において延性曲線と交わるか接近しているため、すべての拘束端距離において凝固割れが発生しやすいと予測される。また同様に、Fig.4.18(e)に示した AZ91D は拘束端距離 105mm と 65mm の相当塑性ひずみが延性曲線に接近しているため、これらの拘束端距離で凝固割れが発生しやすいと予測される。

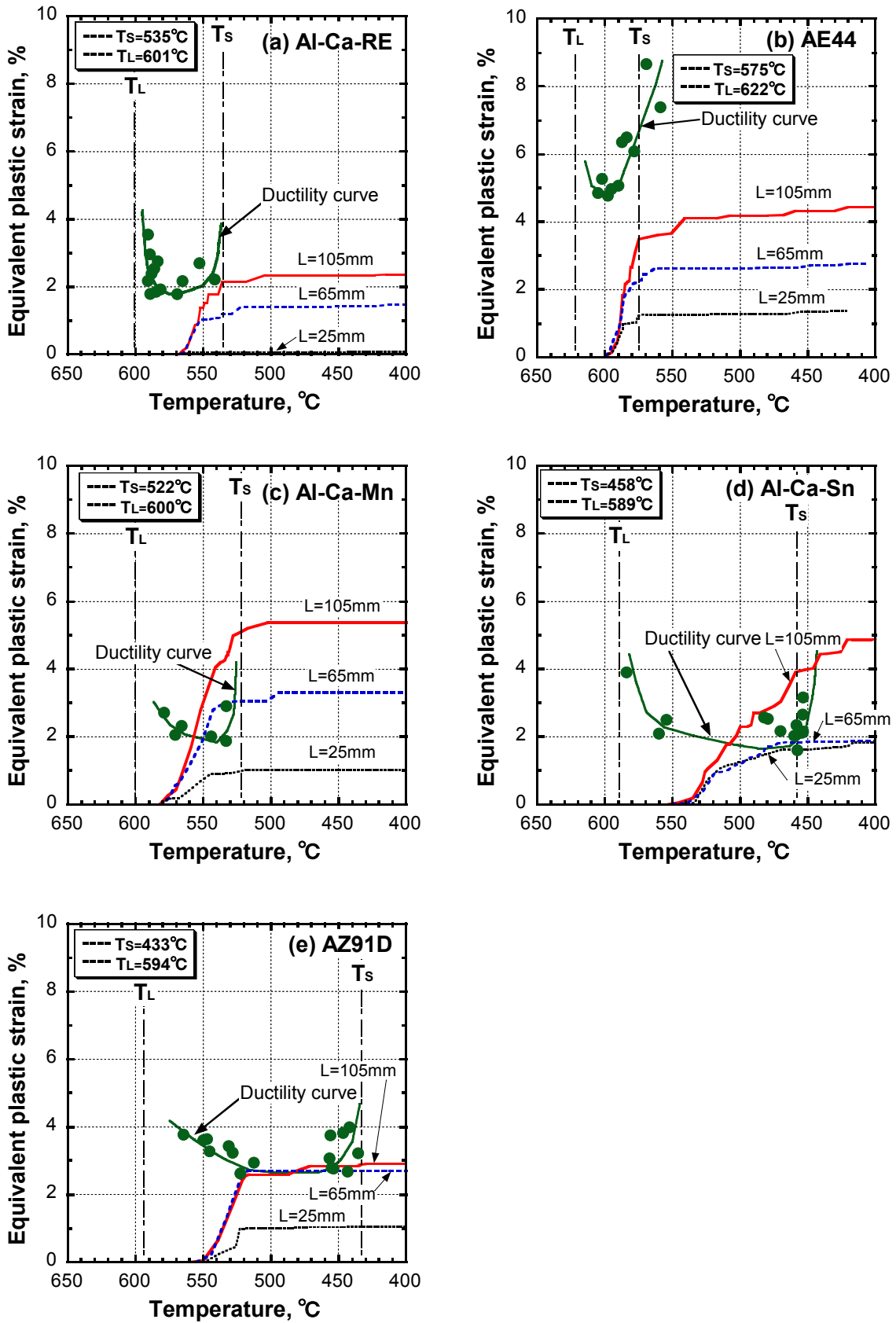


Fig.4.18 Relationship between equivalent plastic strain and critical strain.

4.8.2 凝固割れ発生予測方法の検証

拘束端距離を変化させ、凝固割れ感受性が評価できる金型を用いて実機ダイカスト鋳造試験で得られた結果と熱応力解析の結果および、その場観察法により求めた延性曲線の結果より、凝固割れ発生予測を行った。その検証結果を Fig.4.19 に示す。棒グラフは Fig. 4.17 で示したとおり、各拘束端距離における各耐熱マグネシウム合金の凝固割れ率を示している。Fig. 4.18 において延性曲線と拘束部コーナーに発生する相当塑性ひずみが交わるものは、凝固割れが発生すると予測され、棒グラフの上に(Crack)と記載し、グラフ内をグレーで示した。それ以外は延性曲線と拘束部コーナーに発生する相当塑性ひずみが交わらないため、凝固割れが発生しないと(No Crack)と判断されたものである。凝固割れ発生予測の結果は、実機鋳造による凝固割れ発生状況と非常に良く対応し、その場観察法により求めた高温延性曲線と熱応力解析の結果に基づいた凝固割れ発生予測結果の有効性を示すことができた。また、第3章で CST による凝固割れ感受性は AE44 が最も低く、Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム、Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム、AZ91D、Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウムの順に凝固割れ感受性が高くなると評価したが、今回用いた実機ダイカスト試験における凝固割れ発生傾向の順序に一致する結果となった。

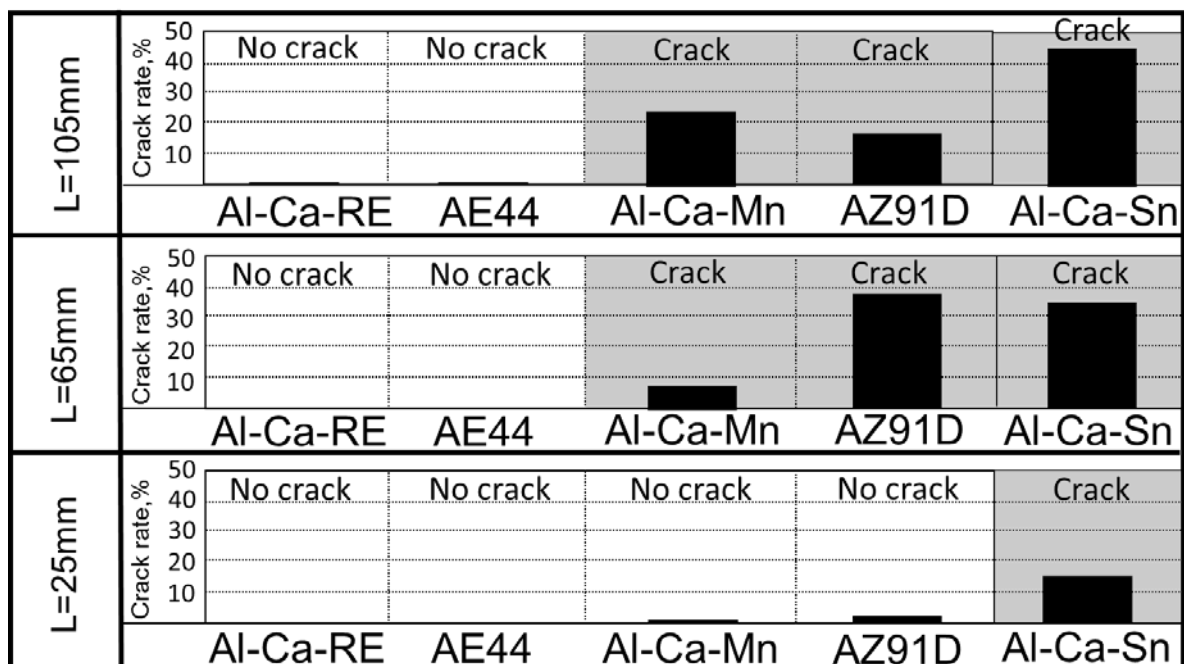


Fig. 4.19 Verification of evaluation of solidification cracking of each magnesium alloy.

4.9 結 言

5種類のマグネシウム合金を用いて、その場観察法により求めた延性曲線と铸造シミュレーションによる熱応力解析の結果を用いて、ダイカスト時の凝固割れ発生予測を行った。また、実機ダイカスト試験により凝固割れ発生率を求め、予測結果の検証を行なった。その結果、次のことがわかった。

- (1) 各種マグネシウム合金の高温における引張試験により実測した材料物性値を用いて凝固割れ感受性評価金型内における凝固中の相当塑性ひずみの変化を铸造シミュレーションソフトで高精度に解析できた。
- (2) 凝固割れ感受性評価金型を用いた実機铸造による凝固割れ発生率より、Al-Ca-Sn系耐熱マグネシウム合金, AZ91D, Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金, Al-Ca-RE系耐熱マグネシウム合金, AE44の順に凝固割れが発生しにくいことがわかった。
- (3) その場観察法により求めた固液共存温度領域での延性曲線と铸造シミュレーションの熱応力連成解析によって得られた凝固時に発生する相当塑性ひずみを比較し、

凝固割れ発生を予測した結果は、凝固割れ感受性評価金型を用いた実機ダイカスト成形の凝固割れ観察結果と一致しており、ダイカスト成形時における凝固割れの発生を高精度に予測できることがわかった。

参考文献

- 1) 小島陽:軽金属, 58(2008),526-548.
- 2) 川畑博之, 西野直久, 相川智広, 大竹和実, 弦間喜和 : 軽金属, 60 (2010), 596-601.
- 3) 渡部智也, 木村亮介, 中澤 嵩, 千葉 浩行, 田中宗平, 植木 徹, 鳥山隆成, 吉田 誠 : 軽金属, 58 (2008) , 395-405.
- 4) 長海博文, 竹田好宏, 梅田高照 : 軽金属, 55 (2005) , 463-467.
- 5) 仲山 公規 , 堤 一之 : 鑄造工学, 75(2003), 123-129
- 6) 森下 誠, 阿部 光宏, 徳田 健二, 吉田 誠:軽金属,59 (2009), 417-423.
- 7) 座間淳志, 利光万弘, 渡部智也, 千葉浩行, 鳥山隆成, 吉田 誠 : 軽金属, 61 (2011), 446-451
- 8) 長海博文, 竹田好宏, 梅田高照 : 軽金属学会第 106 回春期大会講演概要,(2004)
- 9) 申 健, 梶谷敏之, 鈴木俊夫, 梅田 高照 : 鉄と鋼, 78(1992), 587-593
- 10) 水上英夫, 中島啓治, 川本正幸, 渡辺忠男, 梅田 高照 : 鉄と鋼, 84(1998), 763-769.

第5章 耐熱マグネシウム合金半凝固射出成形材の凝固割れ感受性評価

5.1 緒言

近年、耐熱性やクリープ特性を向上させた難燃性マグネシウム合金の一つとしてCaを添加した合金^{1),2),3)}が開発されている。しかしながら、Caを含むマグネシウム合金は铸造性が悪く、凝固割れが発生しやすいと言われている^{1),2),3)}。この問題を解決する手段として、半熔融・半凝固プロセスがある^{4),5)}。半熔融・半凝固プロセスでは、原理上、凝固する際に収縮量が小さくなるため、凝固割れが発生しにくいと考えられる。さらに、微細な組織が得られ、ダイカスト成形よりも機械的特性が向上すると考えられている^{1),2)}。

そこで、著者らは高い固相率で成形できる新しいマグネシウム合金半凝固プロセスを考案^{6),7)}した。本方法は、耐熱マグネシウム合金溶湯を連続冷却しながら半凝固状態で攪拌し、半凝固スラリーを射出成形するプロセスである。この章では、そのプロセスを実現した射出成形装置の試作と最適な射出条件について検討を行った結果を述べる。また、開発した半凝固射出成形プロセスで製造した製品の凝固割れ感受性を評価するため、第3章で提案した拘束緩和式U型高温割れ試験法を用いて半凝固材の高温延性曲線を求めた。さらに、開発した半凝固射出成形プロセスによって凝固割れの発生が抑制できるかどうかについて、凝固割れ感受性評価金型を使って検証した。また、凝固割れ感受性に及ぼす半凝固組織の影響について考察した。

5.2 2MN 半凝固射出成形装置の試作

5.2.1 半凝固射出成形機の仕様

一般的な樹脂のインライン射出成形機の場合、射出シリンダー先端部に樹脂を送ったのち、その樹脂を射出シリンダーで高速射出する。その際、樹脂が射出シリンダー後方の可塑化部へ漏れ出るのを防止するとともに、射出後の圧力を保持するため、射出スクリュー先端には逆流防止機構（チェックリング）が備わっている。そのチェックリング

は、樹脂の粘度を利用して動作する仕組みとなっている。しかし、マグネシウム合金溶湯では、固相率が 30%程度の時の粘度でも 1~数 Pa・s であり、樹脂の 100~1000Pa・s よりも 2桁から 3桁低い。そのため、固相率が 30%程度の半凝固マグネシウム合金溶湯では、このようなチェックリング機構では、溶湯が逆流し、充填不良や射出後の圧力を保持することが難しいことが分かっている。

そこで、実用化を目指すため、半凝固射出成形機の基本構成として、半凝固スラリーを攪拌・生成するスクリー混練部と金型内にスラリーを高速・高圧で射出するプランジャー射出部を分割したプリプランジャー方式を採用し、試作を行った。Fig.5.1 に 2MN 半凝固射出成形機のスクリー混練部とプランジャー射出部の概略図を示す。また、Fig.5.2 には 2MN 半凝固射出成形機の外観図および写真を示す。プランジャー射出部の先端には、機械的に動作するシャットオフバルブ部があり、回転式の開閉弁を設けてマグネシウム合金溶湯の流出を防いでいる。また、半凝固スラリーの粘度が低いことから、スクリー回転による押し出し流動が困難となる。そのため、スクリー部を縦に配置し、半凝固スラリーの自重による流動を期待した。射出時には、スクリーヘッド部で射出部を完全密閉にできる状態にして、混練部への逆流を防止することが可能である。

試作した装置の仕様を Table 5.1 に示す。マグネシウム合金は凝固潜熱や比熱がアルミニウム合金に比べ小さいため、凝固が発生しやすい。したがって、マグネシウム合金の半凝固スラリーを高速で充填させる必要がある。そこで、プランジャー速度を最大 4m/s とし、立ち上がり速度を速くするため、加速度 40G 以上とした。また、最大保圧能力をダイカスト成形と同等の 70MPa と設定した。

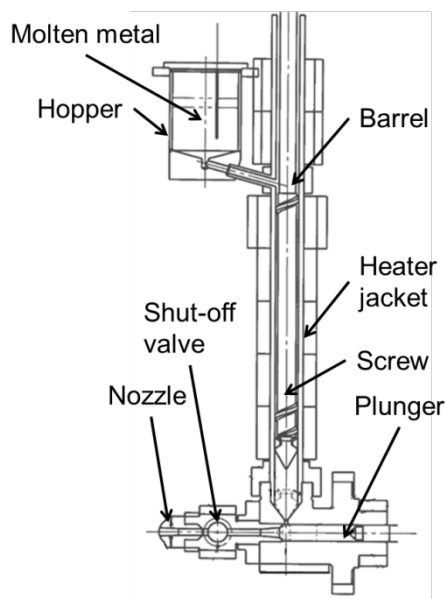


Table 5.1. The main specification of the trial injection molding machine at clamp force 200ton.

Item	Main specification
Injection speed	Maximum 4 m/s
Acceleration at injection	Minimum 40G
Hold pressure at injection	Maximum 70MPa
Capacity at injection	430cm ³
Semi-solid ratio	Maximum 30±5 %
Vacuum in mold	less than 5kPa
Cycle time	less than 60sec
Measurement accuracy	less than ±1%
Clamp force	2000kN

Fig.5.1 Schematic illustration of screw and plunger parts in the tentative semi-solid injection molding machine.

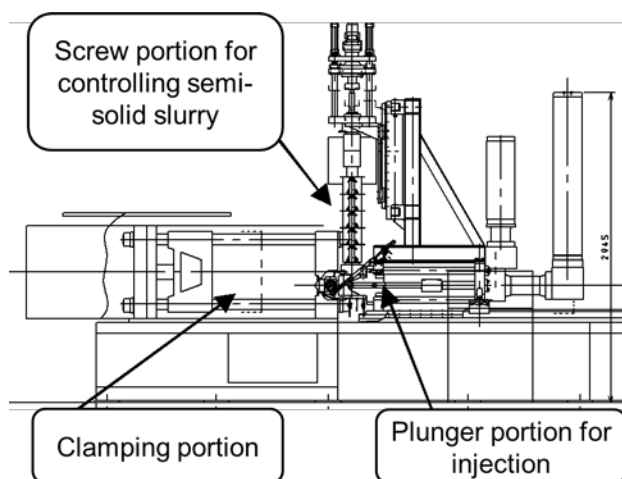


Fig. 5.2 Appearance of Rheological-molding machine.

5.2.2 半凝固射出成形機の動作

Fig.5.3 に半凝固射出成形機の動作概要を示す。上部のホッパーで溶けたマグネシウム合金はその下部からスクリー上部に流れ込む。所定の固相率の半凝固スラリーを生成するため、スクリー混練部のスクリーはサイクル開始前には下降している。(a) 半凝固スラリーの計量時に設定した射出容量となる位置まで溶湯を攪拌冷却しながらスクリーが上昇する。次に(b)設定した速度でスクリーが下降し、半凝固スラリーを攪拌しながらプランジャー射出部へ移送する。それと同時に、スクリーヘッド部

が封止弁となってスクリー部から射出部への流路が閉鎖する。この時まで、シャットオフバルブは閉じた状態にしており、計量中に金型内へ半凝固スラリーが流出するのを防いでいる。その後、(c)プランジャーによる射出動作が開始されると同時にシャットオフバルブが開き、半凝固スラリーはノズルを通して高速射出され、金型内に充填される。(d)金型内で半凝固スラリーが十分冷却された後、金型が開き成形品が取り出される。所定の半凝固スラリーを生成するために、バレル、プランジャー、シャットオフバルブおよびノズルの温度がそれぞれ分割された領域の加熱ヒータで制御されている。なお、本論文では、プランジャー部に近い、バレル設定温度を半凝固スラリーの代表温度として示している。

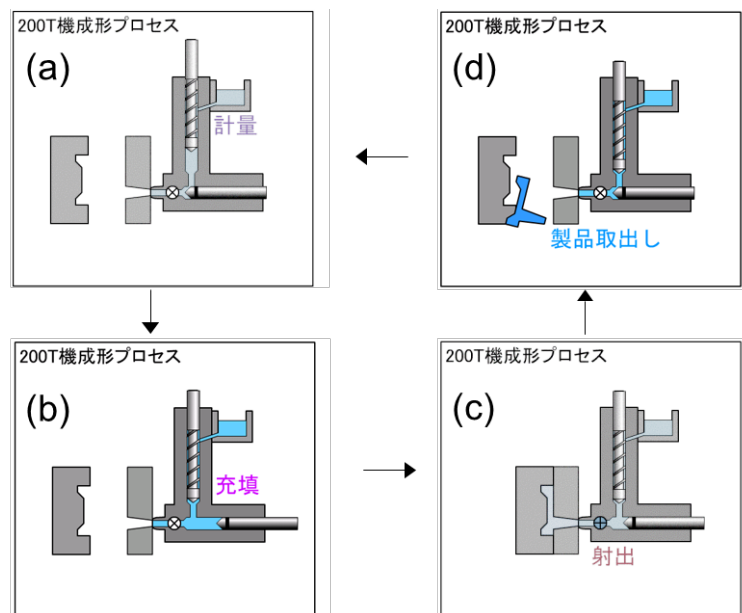


Fig.5.3 Schematic diagram illustrating the operation of semi-solid injection molding machine.

5.3 使用材料および実験方法

5.3.1 使用材料

実験に用いた Al および Ca が添加された耐熱マグネシウム合金の化学組成を Table 5.2 に示す。また、熱分析によって求めたこの材料の液相線温度は 612°C, 固相線温度は 522°C

であった。開発した型締め力 2MN のマグネシウム合金用半凝固射出成形機を用いて Table 5.3(a)の成形条件により，幅 100mm，長さ 120mm，厚さ 5.5mm の平板を作製した。比較材として，0.9MN ダイカストマシンを用い，Table 5.3(b)の成形条件により幅 60mm，長さ 150mm，厚さ 7mm の平板を作製した。さらに，2.5MN のスクイズキャストマシンを用いて Table 5.3(c)の成形条件により幅 100mm 長さ 60mm 厚さ 12mm の平板を作製した。なお，ダイカスト成形およびスクイズキャスト成形の溶湯温度は湯回り不良を防止するため，液相線温度より約 100℃高い 720℃とした。これら平板から高温引張試験用および凝固割れ発生限界ひずみ測定用の試験片を作製した。

Table 5.2 Chemical compositions of magnesium alloys (mass%)

Al	Mn	Ca	Si	Cu	Ni	Fe	Mg
4.03	0.37	3.17	0.02	0.0001	0.0005	0.002	Bal.

Table 5.3 (a) Conditions of semi-solid injection molding

Slurry temperature (°C)	592, 602, 640
Plunger speed (m/s)	1.5
Pressure (MPa)	70
Die temperature (°C)	200

Table 5.3 (b) Conditions of die casting

Slurry temperature (°C)	720
Plunger speed (m/s)	2
Pressure (MPa)	90
Die temperature (°C)	150

Table 5.3 (c) Conditions of squeeze casting

Slurry temperature (°C)	720
Plunger speed (m/s)	0.2
Pressure (MPa)	100
Die temperature (°C)	250

5.3.2 組織観察試料および EBSD 試料の作製方法

成形した平板から組織観察用の試料を切り出して樹脂埋めをしたのち、#320 のエメリ一紙で面出研磨を行った。その後、Mg 合金は水で腐食しやすいため、無水アルコールを主成分とする潤滑剤を使用して、 $15\mu\text{m}$ のダイヤモンドで精研磨(MD-largo)作業と $3\mu\text{m}$ のダイヤモンドによって琢磨クロス(MD-Dur)による琢磨作業を行った。最後に、コロシダルシリカ(OP-S 懸濁液)と琢磨クロス (MD-Chem) を用いて、表面の傷が完全に消えるまで琢磨作業を行った。なお、工程が変わる都度、エタノールで約 5min の超音波洗浄を行った。

EBSD に用いる試料は、長さ 10mm、幅 10mm の試料台に固定できる大きさにする必要がある。そこで、Fig.5.4 に示すように、 $5\text{mm}\times 5\text{mm}$ 程度の大きさに切り出した試料を $\phi 10\text{mm}$ の真鍮製の試料台にアクリル系瞬間接着剤で貼り付け、熱間埋込樹脂で作った直径 30(mm)のホルダーに $\phi 10(\text{mm})$ の穴を 3ヶ所均等に開け、それらの穴に試料を接着した試料台を挿入・接着し、研磨・琢磨作業を行った。EBSD の試料は、前述の琢磨工程を実施した後、コロシダルの汚れを完全に除去するため、アセトンおよびプロパノールを用いた超音波洗浄を十分に行い、光学顕微鏡の暗視観察により、試料表面に傷がないことを確認した後、アセトンを用いて接着剤を溶かし、丁寧に熱間埋込樹脂から試料を取り外した。マグネシウム合金は酸化しやすいため、EBSD での解析は琢磨作業終了直後に行った。

また、組織観察は AceticGlycol (エチレングリコール : 60%, 酢酸 : 20%, 蒸留水 : 19%, 硝酸 : 1%) 液を用いて表面を 10 秒間腐食させ、光学顕微鏡 (Nikon 製, OPTIPHOT-2) にて行った。

5.3.3 固相率の測定方法

射出成形機により作製された試験片の固相率は組織観察によって撮影した写真を用いて Fig. 5.5 に示すように、点算法で算出した。測定条件は以下のとおりである。

1. 光学顕微鏡写真の $100\mu\text{m}$ スケールが 16mm になるように 160 倍に拡大する
2. $180\text{mm}\times 230\text{mm}$ の測定範囲にグリッド間隔を 5mm ($35\mu\text{m}$)を描く
3. グリッドの交点における初晶数と共晶数より固相の割合を算出する.
4. 各成形条件で5か所の平均値とする.

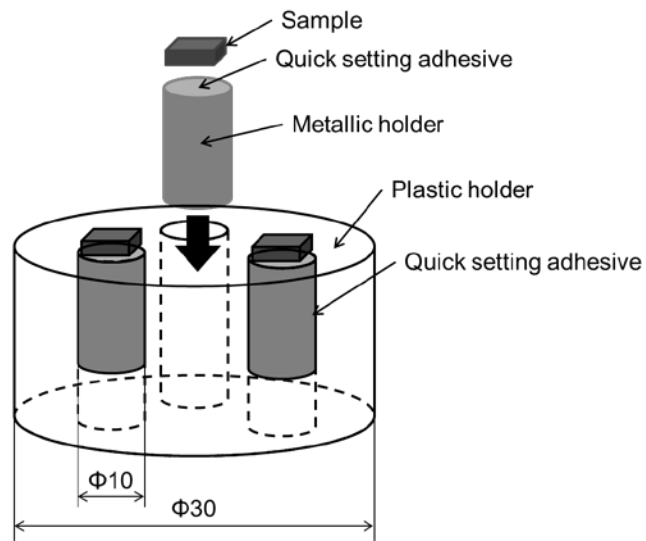


Fig. 5.4 Schematic illustration of the device for polishing EBSD sample.

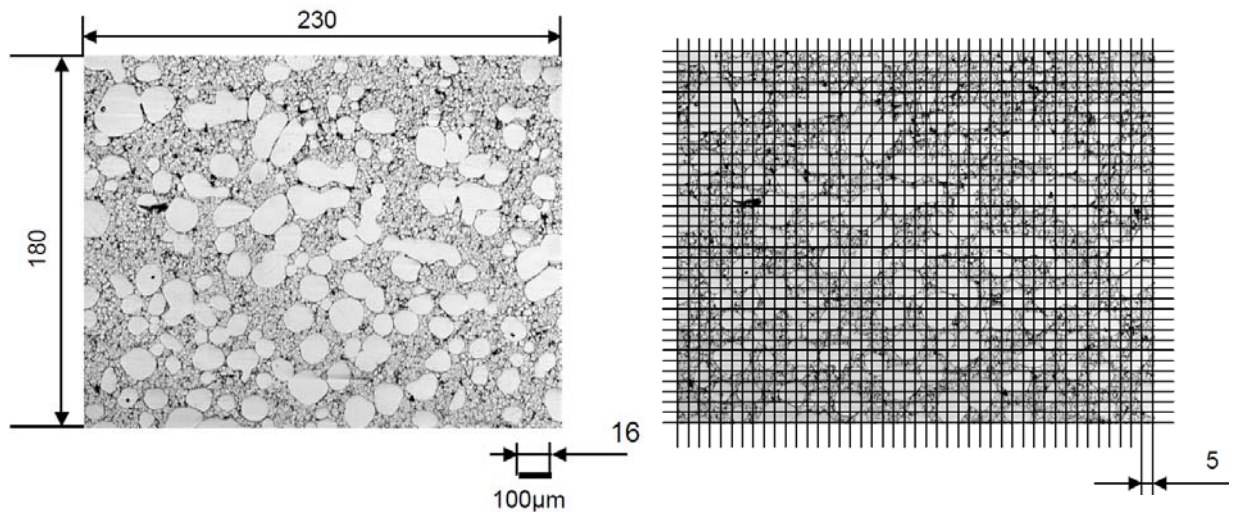


Fig. 5.5 Microstructure of Al-Ca-Mn magnesium alloy produced by semi-solid process and the grid for measuring the solid fraction.

5.3.4 高温引張試験

Fig.5.6 に高温引張試験片の形状を示す。ダイカストおよびスクイズキャスト成形した平板から直径 6mm、長さ 100mm の丸棒試験片を切り出した。また、半凝固射出成形で成形した平板は板厚が 5.5mm であるため、一部に平面を有する直径 6mm の丸棒状試験片とした。4 章で述べたように、その試験片中央を高周波誘導加熱によって 300°C から固相線温度 522°C 付近に急速加熱した後、引張試験を行い、各温度における応力ひずみ曲線から、解析に必要な物性値を求めた。

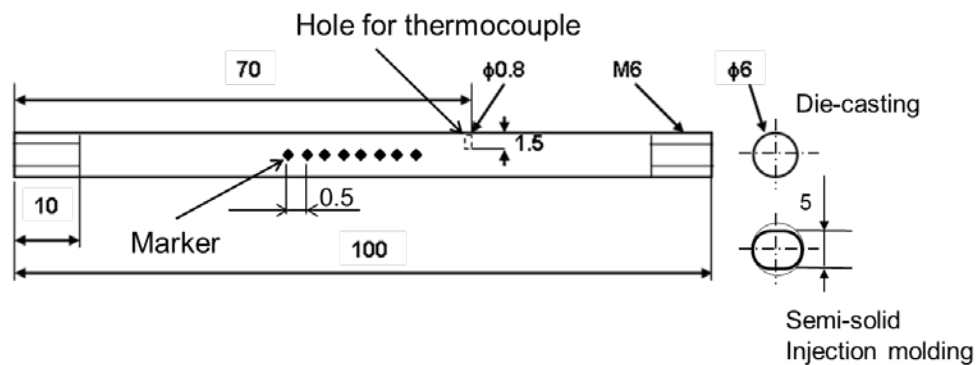


Fig.5.6 Tensile test specimen of magnesium alloys for measuring the mechanical properties at high temperature.

5.3.5 その場観察法による高温延性曲線の取得方法

ダイカスト成形、スクイズキャスト成形およびスラリー温度 592°C、602°C、640°C で成形した半凝固射出成形によって作製した平板から幅 10mm、長さ 100mm、板厚 4.5mm の板を切り出し、第 3 章で提案した拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具を用いたその場観察法により、凝固割れ発生限界ひずみを求めた。これにより、成形方法の違いならびに固相率の違いによる凝固割れ発生限界ひずみと温度との関係を取得し、Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金の固液共存温度域における高温延性曲線を得た。

5.3.6 凝固割れ感受性評価方法

第 4 章において、ダイカスト成形機に凝固割れ感受性評価金型を取り付け凝固割れ感

受性の評価を実施した。半凝固射出成形機においても Fig. 5.7 に示すように同じ形状の凝固割れ感受性評価金型を取り付けて成形実験を行い、半凝固射出成形での凝固割れ感受性の評価を行った。凝固収縮する際、両端部に設けた拘束部(A)によってそのコーナーにひずみが発生し、主にゲート側拘束部コーナーに凝固割れが発生した。4章と同様に、このコーナーの全周囲長さに対する凝固割れが発生した長さの割合を求め、凝固割れ率として定量的な評価を行った。拘束距離 $L=105\text{mm}$ 、チルタイム 5s において、Table 5.3(a) に示す半凝固射出条件のうちスラリー温度 592°C で成形した場合の凝固割れ率と Table 5.3(b) に示すダイカスト条件で成形した場合の凝固割れ率を比較した。

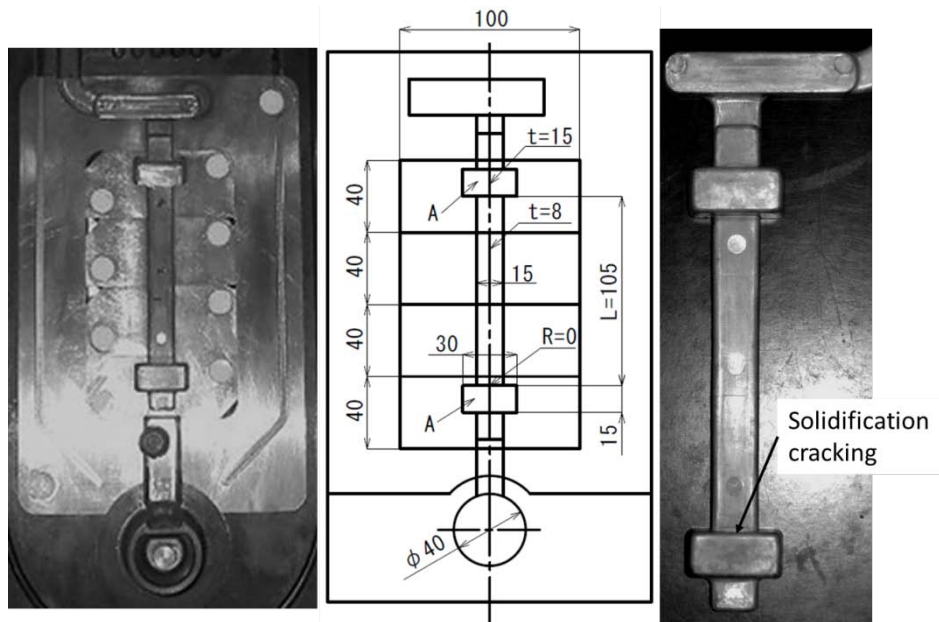


Fig.5.7 Appearance and dimension of solidification crack susceptibility test mold and a test sample by using semi-solid injection molding.

5.3.7 熱応力連成解析方法

凝固割れ感受性評価金型におけるひずみ解析において節点数約 140,000、要素数約 720,000 の四面体 1 次要素を用いた 1/2 対称モデルを作成した。特に、凝固割れが生じるコーナー付近での要素の大きさは 0.5mm とした。熱応力解析は線形硬化弾塑性体モデルとし、解析に必要な物性値（みかけのヤング率、0.2%耐力、加工硬化係数）は第 4 章で述べた方法で実測して求めた。これらの物性値を Fig.5.8 に示す。その他の物性値は

JMatPro で算出し、Fig.5.9 に示す。解析にはこれらの物性値を入力し、熱応力連成解析が可能な鋳造シミュレーションソフト ProCAST を用い、実機鋳造で凝固割れが発生したゲート側拘束部コーナーにおいて凝固中に生じるひずみを求めた。ここでは、凝固割れ発生に寄与するひずみとして、局所的な領域での等価的なひずみという意味で相当塑性ひずみを採用した。

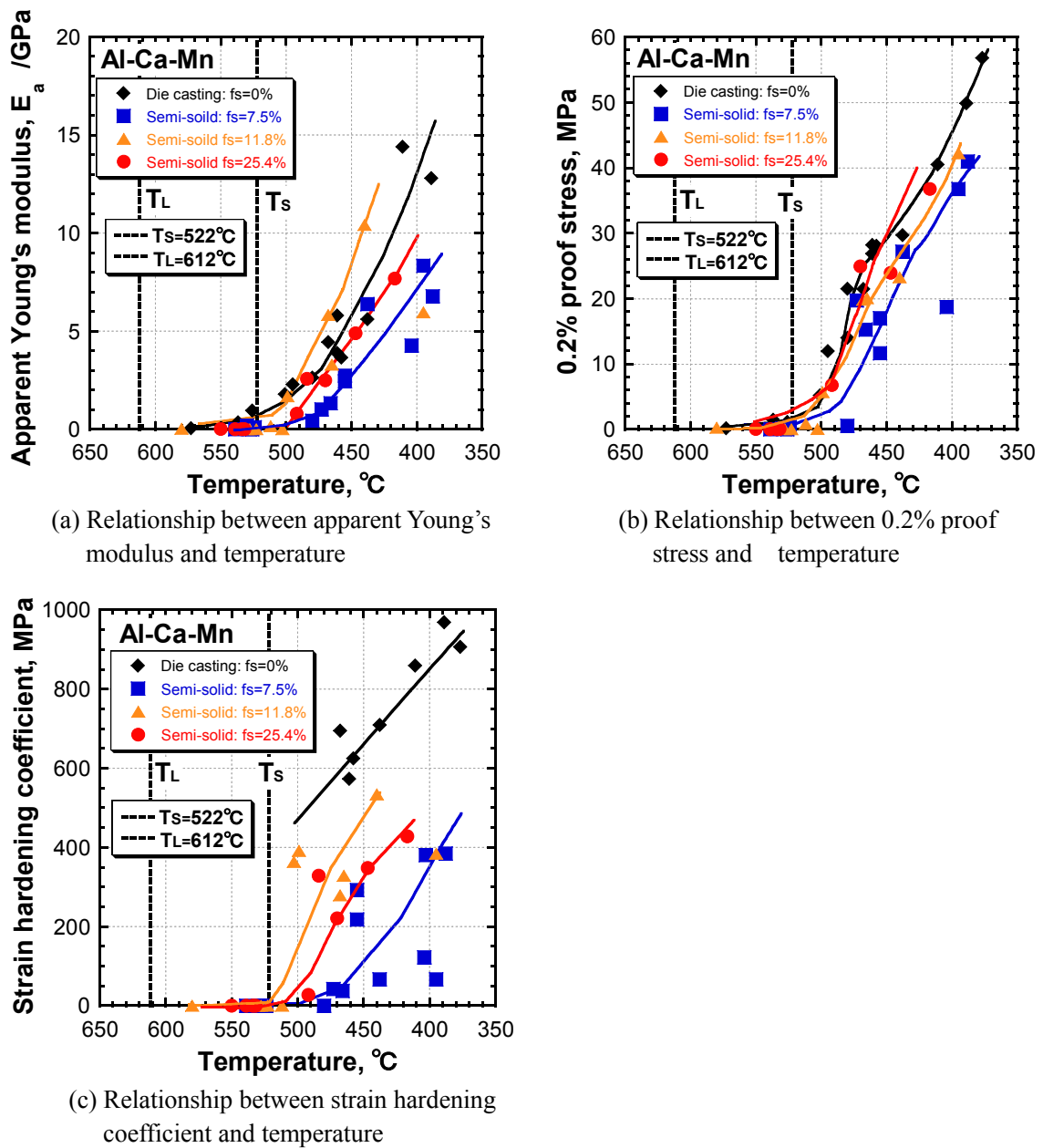


Fig.5.8 Mechanical properties of Al-Ca-Mn magnesium alloys produced by semi-solid process.

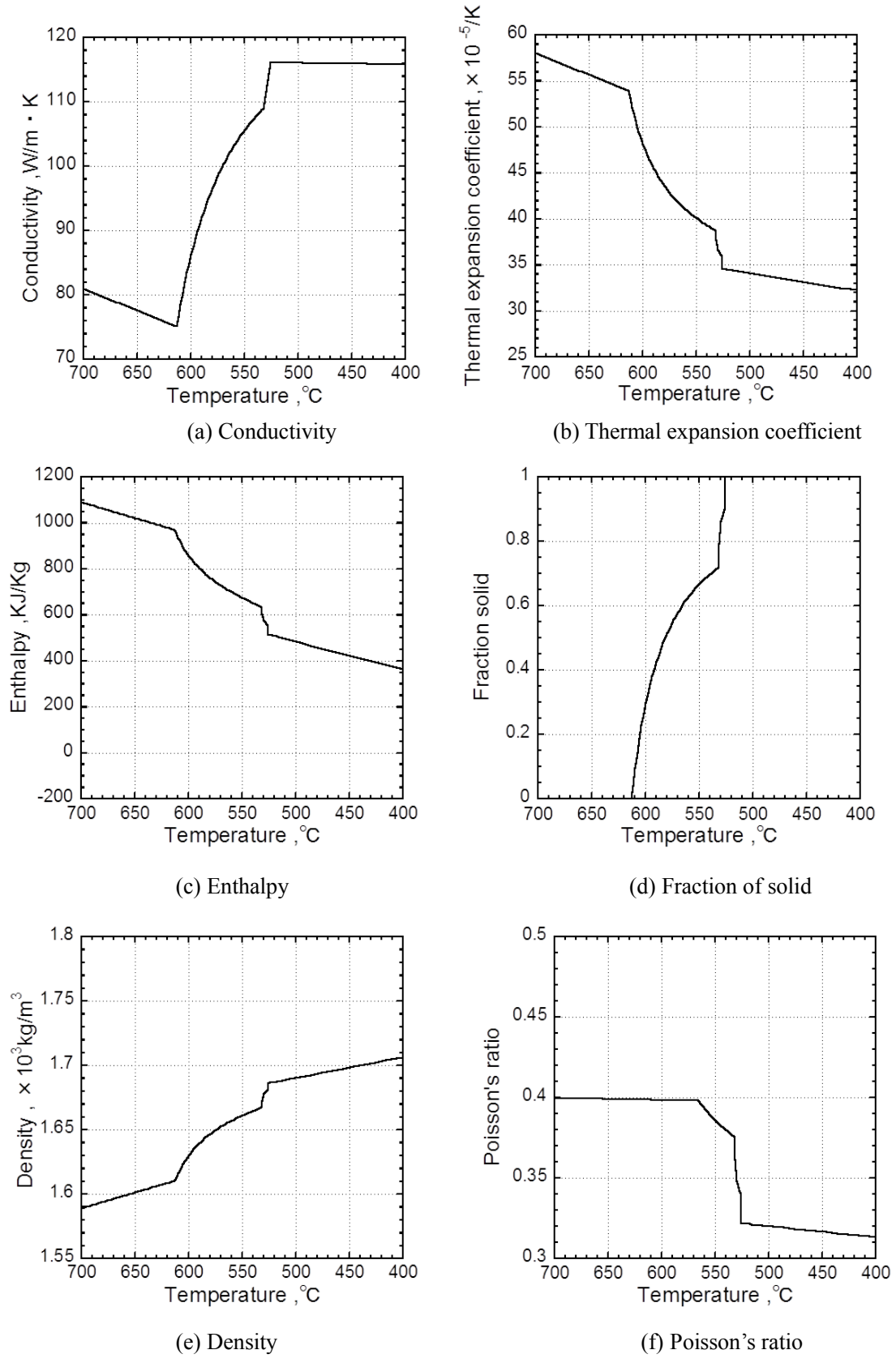


Fig. 5.9 Thermo-physical and physical properties of magnesium alloys for thermal stress analysis using JMatPro.

5.4 半凝固射出成形法で作製した Mg 合金の組織形態

固相率を変量させるため、状態図上で固相率を 0%(640°C), 15%(602°C), 30%(592°C)と概算し、これらの温度をスラリー生成部の設定温度とし半凝固射出成形を行った。Fig.5.10 は作製された試験片の凝固組織である。この組織写真から点算法により求めた固相率は 7.5%(640°C), 11.8%(602°C), 25.4%(592°C)であり、640°Cの場合を除き、目標固相率よりも少し低い値であった。いずれの組織においても初晶の粒径は 100 μ m~150 μ m であり、残りの液相が凝固した部分は微細な共晶組織を呈している。

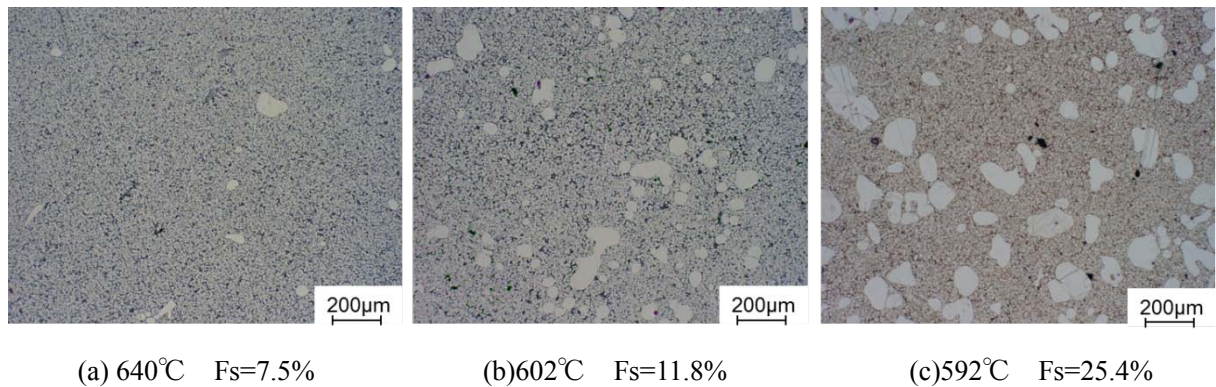


Fig. 5.10 Optical microstructures of semi-solids having different solid content.

5.5 実機鋳造での凝固割れ感受性

Fig.5.11 は拘束端距離 $L=105\text{mm}$ の金型を用い、固相率が 25.4%での半凝固射出成形材とダイカスト成形材で凝固割れが発生した試料の凝固割れ率を測定した結果である。割れが観察された試料の凝固割れ率の平均は固相率 25.4%の半凝固射出成形の場合 14%、ダイカスト成形の場合 67%であった。ダイカスト成形では 10 個中すべての試料において凝固割れが観察され、凝固割れ率が高いが、半凝固射出成形では 13 個中 11 個の試料で凝固割れが観察されず、凝固割れが観察された 2 個の試料の凝固割れ率も小さい。したがって、半凝固射出成形によって凝固割れ発生を抑制できることがわかった。

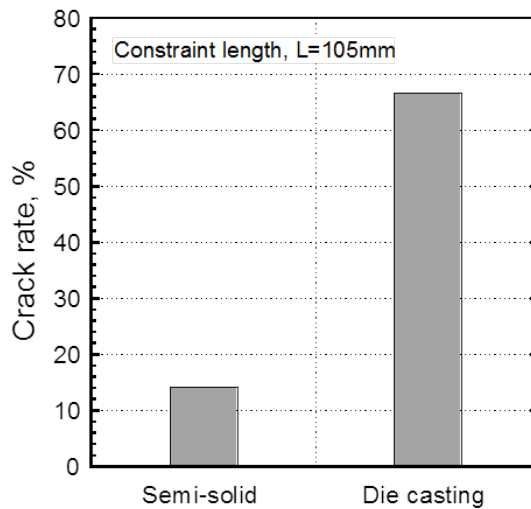


Fig. 5.11 Solidification cracking rate on test mold for each processing.

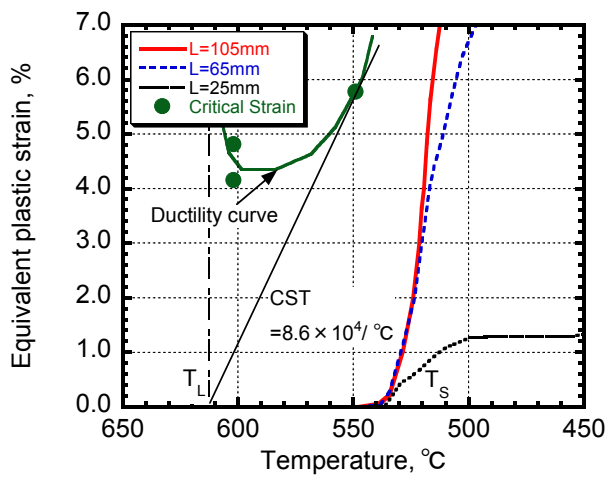
5.6 半凝固射出成形による凝固割れ感受性の改善機構

5.6.1 高温延性曲線と凝固割れ感受性の関係

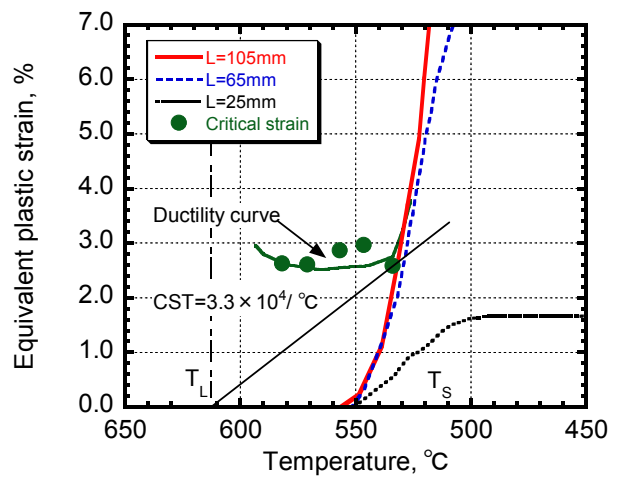
拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具を用いて半凝固射出成形による固相率 25.4%, 11.8% および 7.5% の試験片の凝固割れ発生限界ひずみと温度との関係をそれぞれ Fig.5.12(a), Fig.5.12(b) および Fig.5.12(c) の●に示す。また、比較としてダイカスト成形による結果を Fig.5.12(d) に示す。これらの点を滑らかに結んだ線が高温延性曲線である。

凝固割れ感受性を評価する指標として限界負荷ひずみ速度 CST (Critical strain rate for temperature drop) が用いられている^{8), 9), 10)}。この CST は Fig.5.12 に示すように、液相線温度から高温延性曲線に接する直線と横軸との角度で定義されている。ここでは、データ点が少ないため、固相線温度付近において最も小さい凝固割れ発生限界ひずみのプロット点を通る直線の角度を CST とし、CST と固相率の関係を Fig.5.13 に示した。固相率の増加とともに CST は増加し、凝固割れ感受性は固相率の増加とともに低くなると考えられる。

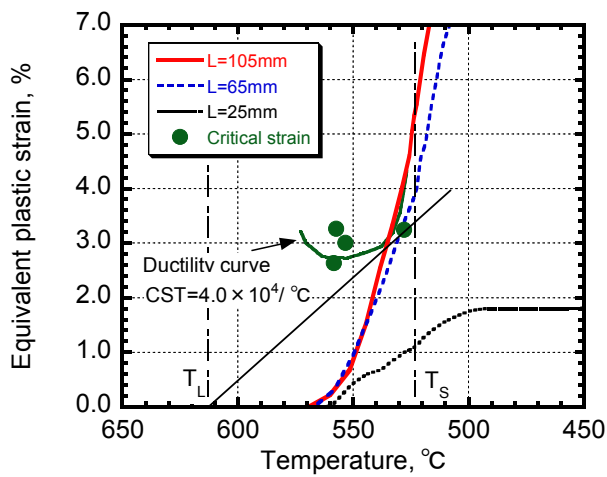
また、ダイカスト成形材の CST に比べ、半凝固射出成形材の CST は大きく、半凝固射出成形材の凝固割れ感受性はダイカスト成形材のそれに比べて低いと考えられる。



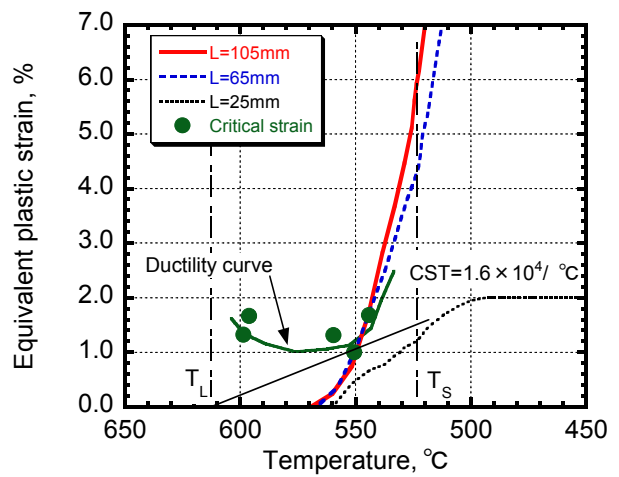
(a) Semi-solid injection molding
592°C $F_s=25.4\%$



(b) Semi-solid injection molding
602°C $F_s=11.8\%$



(c) Semi-solid injection molding
640°C $F_s=7.5\%$



(d) Die casting molten metal 720°C

Fig. 5.12 Relationship between equivalent plastic strain and critical strain.

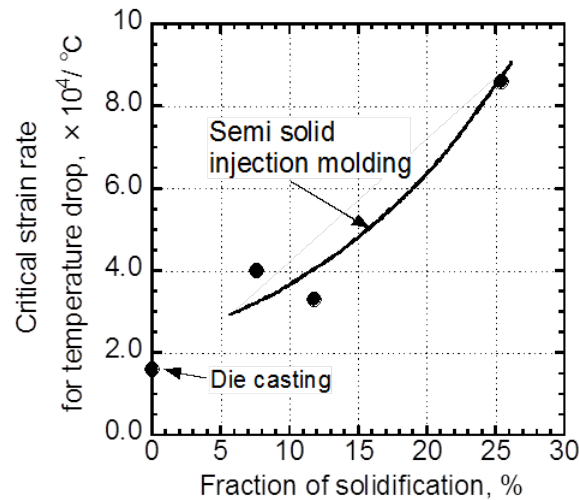


Fig. 5.13 Relationship between critical strain rate for temperature drop and fraction of solidification for semi solid injection molding and die casting.

5.6.2 ひずみ解析による凝固割れ発生予測

Fig.5.12(a), (b), (c)および(d)の 570°Cから 550°Cにかけて増加する 3 本の曲線は、拘束端距離を $L=105\text{mm}$, 65mm , 25mm と変化させた場合、凝固割れ感受性評価金型においてゲート側拘束部コーナー付近に発生する相当塑性ひずみを解析によって求めた結果である。

コーナーのひずみ変化曲線と高温延性曲線の関係から凝固割れの発生を予測すると、Fig.5.12(a)の固相率 25.4%の半凝固射出成形では、どの拘束端距離においてもコーナーのひずみ変化曲線と高温延性曲線が交差しないため、凝固割れは発生しないと考えられる。一方、Fig.5.12(b)および(c)の固相率 11.8%および 7.5%の半凝固射出成形の場合、 $L=105\text{mm}$, 65mm の最終凝固付近において、コーナーのひずみ変化曲線と高温延性曲線が交差するため、凝固割れが発生する可能性があると考えられる。Fig.5.12(d)のダイカスト成形の場合、 $L=105\text{mm}$, 65mm において、コーナーのひずみ変化曲線と高温延性曲線が交差するため、凝固割れが発生すると思われる。 $L=25\text{mm}$ では、どの成形条件でも凝固割れは発生しないと考えられる。

以上のことから、凝固時に負荷されるひずみを考慮した割れ発生予測において、固相

率 25.4%の半凝固射出成形はダイカスト成形に比べて、凝固割れが発生しにくいことがわかった。また、拘束端距離 105mm の場合、拘束部コーナー部において固相線温度近傍に到達した時に生じる相当塑性ひずみは、半凝固射出成形の固相率が 25.4%では 2.9%、固相率が 11.8%では 4.9%、固相率が 7.5%では 5.4%、ダイカスト成形では 6.2%となっており、固相率の増加によって拘束部コーナー部に発生するひずみは小さくなっている。さらに、その他の拘束端距離においても同様の傾向がみられる。

したがって、半凝固射出成形では固相率の増加とともに金型内で発生するひずみが小さくなるため、凝固割れ発生を抑制できると考えられる。

5.6.3 凝固割れ発生限界ひずみに及ぼす組織の影響

Fig.5.13 より半凝固射出成形材の CST がダイカスト成形材に比べて大きいため、半凝固成形材の凝固割れ感受性の低下に及ぼす組織的な要因について考察を加えた。

5.6.3.(a) 共晶量

Fig.5.14(a)には平衡凝固する場合の 4%Al-3%Ca マグネシウム合金の各相の割合と温度との関係を、Fig.5.14(b)には液相中の元素濃度と温度との関係について JMatPro を用いて計算した結果を示す。

例えば、602°Cの半凝固スラリーは Fig.5.14(a)より固相率は計算値として 26.7%であり、Fig.5.14(b)よりその時の溶質の濃度は Al: 4.98wt%、Ca: 4.07wt%である。したがって、金型キャビティー内で凝固する半凝固スラリーの液相は溶質濃度 Al: 4.98wt%、Ca: 4.07wt%が凝固することになる。 casting シミュレーションにおける相当塑性ひずみを解析においても、すでに凝固している初晶を除いた液相が凝固するとして、ゲート側拘束部コーナー付近に発生する相当塑性ひずみを求めた。

Fig.5.15(a)に示すように、半凝固状態のスラリーは、半凝固射出成形装置のバレル内では等温に保持されているため、平衡凝固状態に近い固液共存状態になっていると考えられる。その半凝固スラリーは射出プランジャーによって金型キャビティー内に充

填されると急冷凝固される。この時の半凝固スラリー中の液相部の凝固過程は急冷凝固モデルとしてよく使用される Scheil の式が適用できると考えられる。Fig.5.15(b)は、溶湯をそのまま金型に充填した場合と半凝固スラリーを金型に充填した場合の凝固後の固相中の溶質の濃度分布を Scheil の式に基づく計算より定性的に示したものである。

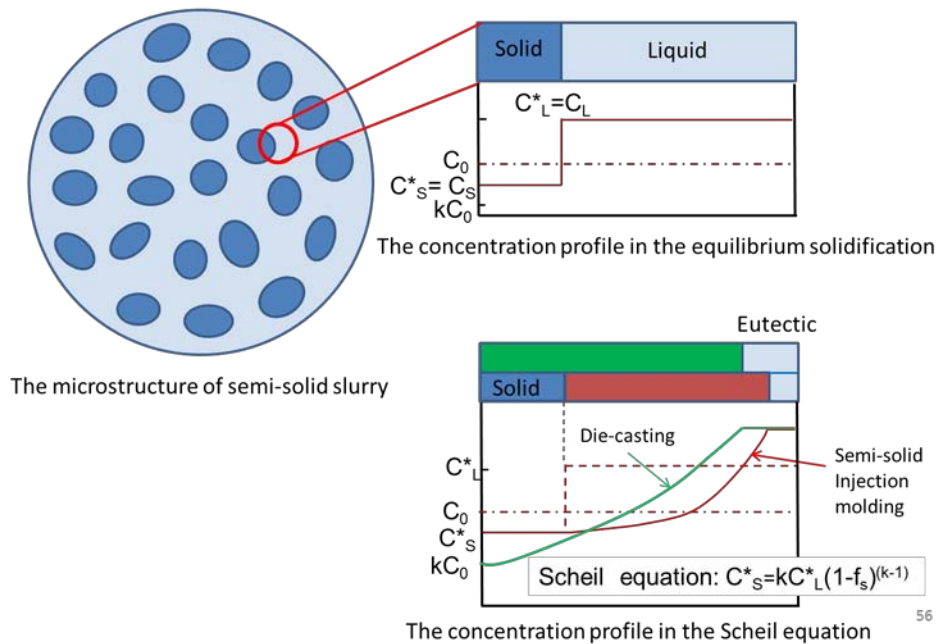
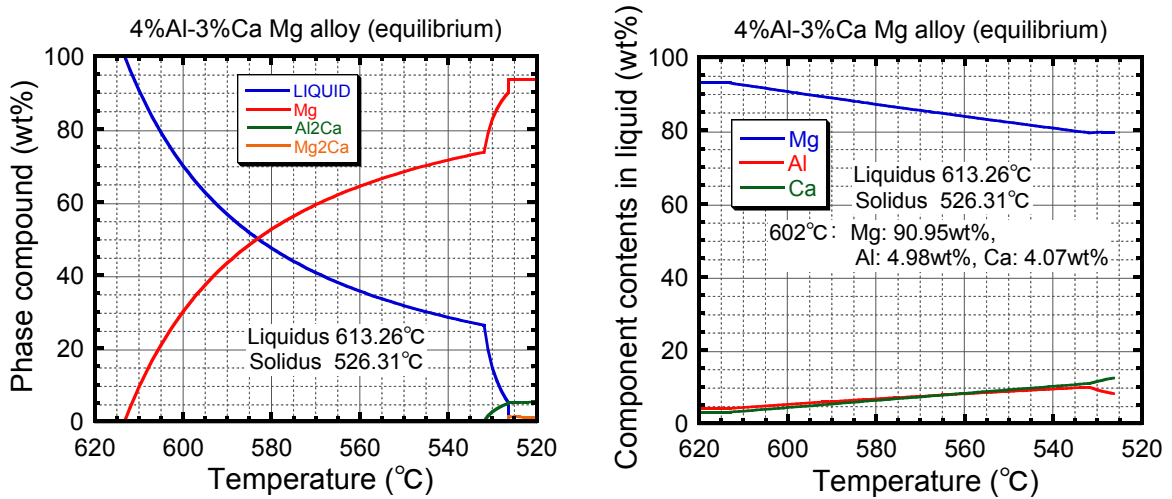


Fig.5.15 The solidification model in semi-solid injection molding

なお、模式図では液相の濃縮により最終凝固部では共晶が形成され、凝固すると考えている。半凝固スラリー中の固相内は溶質濃度が均一になっているとすれば、模式図に示すように半凝固スラリーを充填させた方が、溶湯をそのまま充填させた場合に比して共晶量は少なくなると予想される。

そこで、Fig.5.16にはJMatProを用いて、Scheil-Guliverモデルに基づいて凝固した場合における各相の割合の計算結果を示す。Fig.5.16(a)は720°Cの溶湯が凝固した場合で、Fig.5.16(b)は602°C、固相率26.7%の半凝固スラリーが凝固した場合である。720°Cの溶湯をダイカスト成形した場合、532.9°Cで液相率が28%に達した際に共晶凝固する。一方、602°Cの固相率26.7%のスラリーを半凝固射出成形した場合532.8°Cで液相率が24%に達した際に共晶凝固する。したがって、Fig.5.15(b)の予想どおり、共晶量は、半凝固スラリーを射出成形した方が、ダイカスト成形した場合に比べ若干少なくなっている。このことより、本装置で成形できる固相率30%の半凝固スラリーの射出成形は、ダイカスト成形よりも残留融液量が減少し、凝固割れを発生しにくくさせる傾向にあると考えられる。

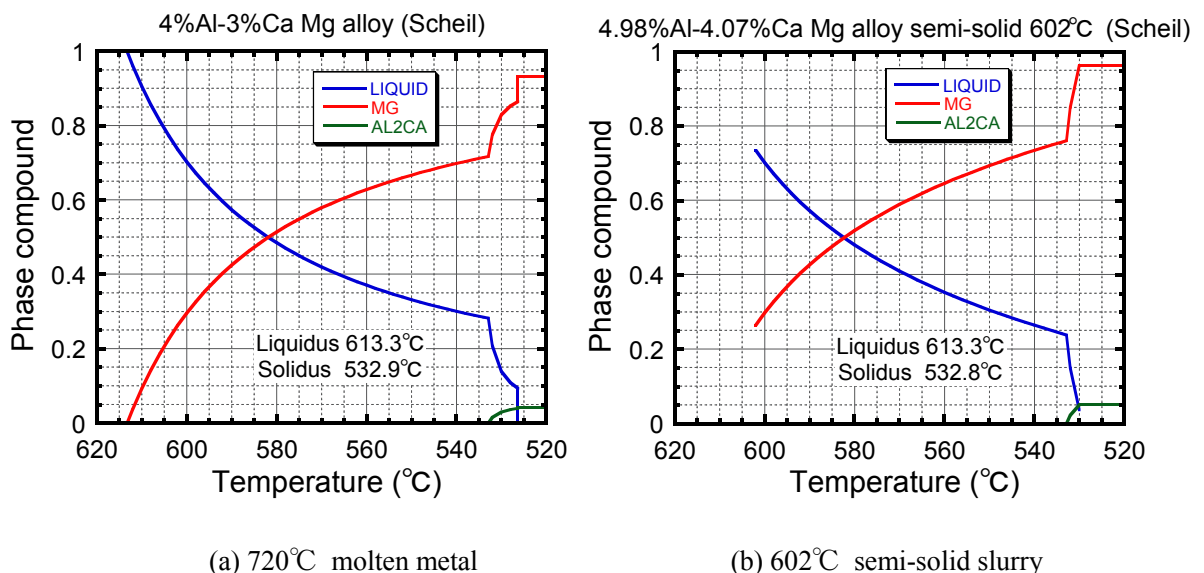
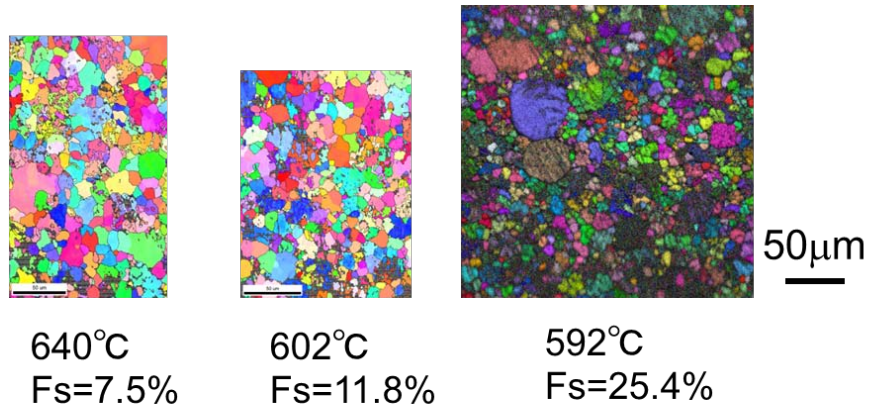


Fig.5.16 Relationship between the temperature and the proportion of each phase of the 4% Al-3% Ca magnesium alloy in Scheil equation.

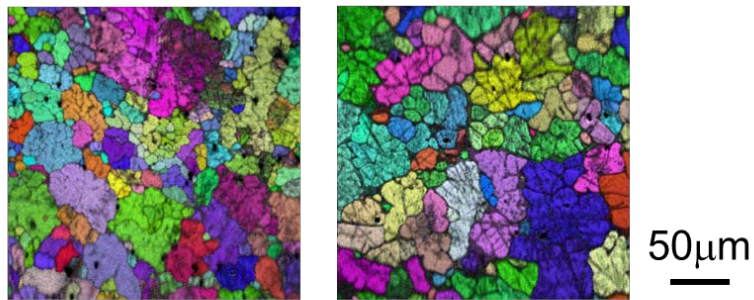
5.6.3.(b) 結晶粒径

熱分析によって求めたこの材料の液相線温度は 612°C，固相線温度は 522°Cで，溶融状態から凝固させるダイカスト成形の場合，固液温度領域は 89°Cであるので，この温度差の収縮が起こる．それに比べ，592°Cの半凝固射出成形の場合 69°Cの温度差の収縮しか発生しないため，コーナー部の凝固収縮に伴うひずみ量は小さくなり，凝固割れは発生しにくくなると考えられる．それに加えて，中田らによれば，高力アルミニウム合金ではリングキャスト試験において，結晶粒径が小さくなると凝固割れ感受性が低下することが報告⁸⁾されている．Fig.5.10 に示したように半凝固射出成形材の凝固組織は100 μm ~150 μm の球状の初晶と非常に微細な共晶組織との混合組織となっていた．そこで，EBSD を使って，初晶を除く部分の平均結晶粒径を調べ，ダイカスト成形材やスクイズキャスト成形材との平均結晶粒径を比較した．

Fig.5.17 は EBSD を用いた OIM (Orientation Imaging Microscopy)解析により方位差が 15° 以上で結晶粒界があるとして求めた Boundary orientation map である．(a)は半凝固射出成形の OIM である．なお，固相率が 7.5%と 11.8%の写真は共晶部分のみを観察範囲としたため，固相率 25.4%の写真より小さくなっている．ただし，半凝固射出成形の結晶粒度分布を求める際には，初晶を含まない共晶部分のみを対象とし，200 μm ×150 μm の範囲とした．また，比較材として，(b)はダイカスト成形，(c)はスクイズキャスト成形の OIM である．この解析から粒度分布を求めた結果が Fig.5.18 である．この結果より，各成形プロセスにおける平均結晶粒径を求め，Fig.5.19 に平均結晶粒径と CST との関係として整理した．半凝固射出成形材の初晶を除く部分の平均結晶粒径はいずれの固相率においても約 10 μm とダイカスト成形材の 36 μm やスクイズキャスト成形材の 46 μm に比べ小さい．しかしながら，固相率を変化させた半凝固射出成形材においては，平均結晶粒径に差がないものの CST は，固相率 25.4%材と固相率 7.5%および 11.8%材では大きな差があり，CST に対する結晶粒径の影響は見られない．また，固相率 7.5%および 11.8%材とスクイズキャスト成形材およびダイキャスト成形材の CST を



(a) Semi-solid injection molding



(b) Die casting (c) Squeeze casting

Fig.5.17 Boundary orientation maps for measuring grain diameter.

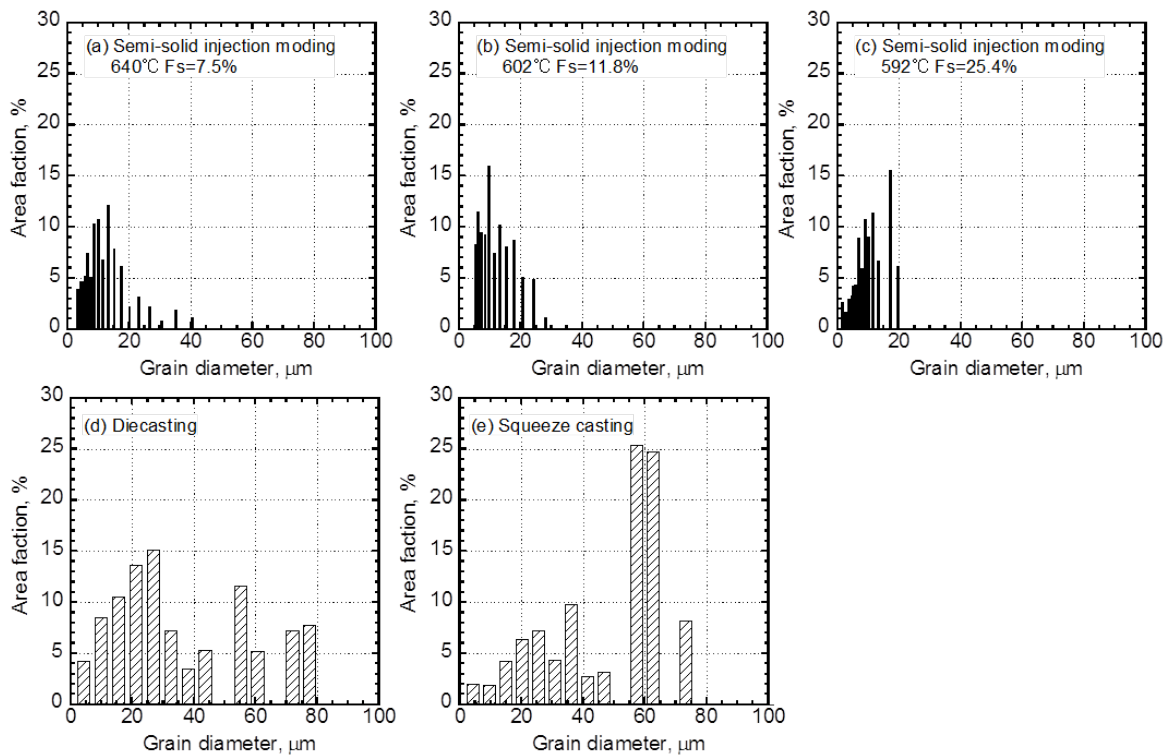


Fig.5.18 Grain size distributions of each process of Al-Ca-Mn magnesium alloy by using EBSD

比較しても結晶粒径が大きく変化しているにもかかわらず，CST に差が見られない。

これらの結果から，本研究で用いた材料の範囲では，凝固割れ感受性に及ぼす結晶粒径の影響は認められない。

以上の結果より，半凝固射出成形材そのものの凝固割れ感受性に及ぼす組織の影響は明確ではなく，今後の検討課題とする。

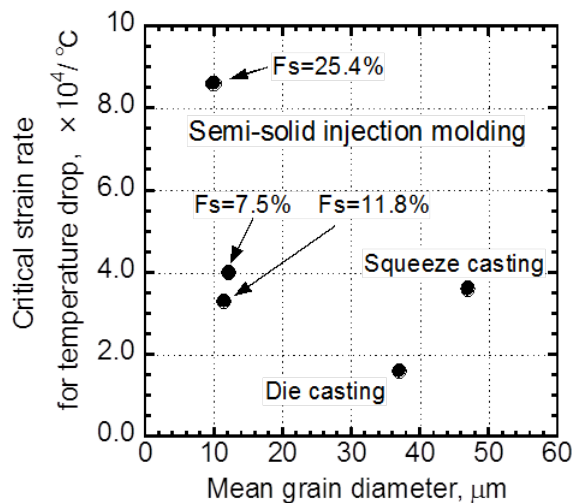


Fig. 5.19 Relationship between critical strain rate for temperature drop and mean grain diameter for each process.

5.7 結言

本研究では，開発した半凝固射出成形装置を用いて，固相率 7.5%，11.8%および 25.4% の 4mass%Al，3mass%Ca を含むマグネシウム合金を成形し，従来のダイキャスト法やスクイズキャスト法で成形した合金とともに凝固割れ発生限界ひずみを測定し，凝固割れ感受性の比較を行った。得られた結果を以下に要約する。

- (1) 拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具を用いて半凝固射出成形材，ダイキャスト成形材およびスクイズキャスト材の凝固割れ発生限界ひずみを求め，固液共存温度領域における高温延性曲線を得ることができた。
- (2) 固相率を 7.5%，11.8%および 25.4%と変化させたマグネシウム合金の CST は，固

相率が増加するとともに増加し、凝固割れ感受性は固相率の増加とともに低下することがわかった。

- (3) ダイキャスト法，スクイズキャスト法，固相率 25.4%の半凝固射出成形法で作製されたマグネシウム合金の CST はそれぞれ 1.6×10^4 °C， 3.3×10^4 °C， 8.6×10^4 °C であり，半凝固射出成形法によって凝固割れ感受性が低下することがわかった。
- (4) 高温ひずみ解析と高温延性曲線を考慮した凝固割れ発生予測を行った結果，半凝固成形材は凝固割れが発生しにくいことがわかった。

参考文献

- 1) 小島陽：軽金属，(2008)，526-548.
- 2) 坂本和夫，山本研一：軽金属,52 (2002)，437-441.
- 3) 川畑博之，西野直久，相川智広，大竹和実，弦間喜和：軽金属，60 (2010)，596-601.
- 4) 岡野忍：軽金属，47 (1997)，598-604.
- 5) 鎌土重晴，小島陽：軽金属，50 (2000)，682-688.
- 6) 田中達也，今井田豊，篠崎賢二，吉田誠，藤井敏男：同志社大学理工学研究報告，47(2007)，209-215.
- 7) 田中達也，今井田豊，篠崎賢二，吉田誠，藤井敏男：同志社大学理工学研究報告，51(2010)，89-97.
- 8) 中田一博：Al-Zn-Mg 3 元系高力アルミニウム合金の溶接凝固割れ感受性の改善に関する研究，大阪大学博士論文(1993),71-73.
- 9) 仙田富男，松田福久，高野元太，渡辺潔，小林忠明，松坂矯：溶接学会誌，41(1972),709.
- 10) 仙田富男，松田福久，高野元太：溶接学会誌，42(1973),48.

第6章 耐熱マグネシウム合金を用いた実部品の試作

6.1 緒言

第3章および第4章では、Al-Ca-RE系、Al-Ca-Mn系、Al-RE系およびAl-Ca-Sn系の4種類の耐熱マグネシウム合金と1種類の汎用マグネシウム合金（AZ91D）を用いて、それらマグネシウム合金のダイカスト成形における凝固割れ感受性について調査した。第5章においては、Al-Ca-Mn系の耐熱マグネシウム合金を用いて、ダイカスト成形、スクイズキャスト成形および新たに開発した半凝固射出成形の3つ成形プロセスの違いによる凝固割れ感受性についても調査し、半凝固射出成形によって凝固割れが発生しにくくなることを示した。さらに、各材料、各プロセスにおける凝固割れ発生限界ひずみの測定によって、固液共存温度域における延性曲線を取得するとともに、固液共存温度域における応力ひずみ曲線を取得して、铸造シミュレーションを用いた解析を用いることにより、金型内で凝固中に発生するひずみを求めることができ、凝固割れの発生予測をすることが可能となった。その予測結果の精度を検証するため、凝固割れ評価金型を用いて各材料、各プロセスにおける実機铸造実験を行い、製品での凝固割れ発生の割合と凝固割れの発生予測結果と比較し、凝固割れ発生が予測できることを明らかにした。

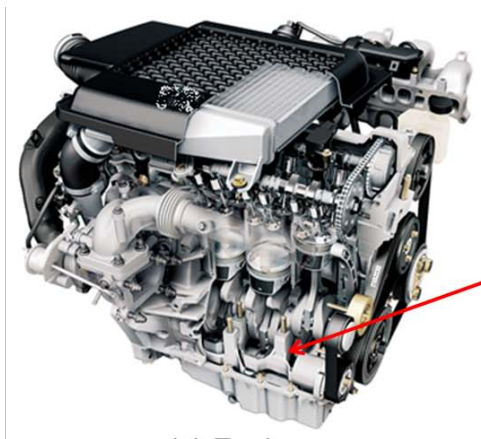
そこで、第6章では、実際の部品形状の金型を用いて、凝固割れの発生予測を行い、その精度と課題について検討を行った。また、半凝固射出成形プロセスでも、実際の部品形状の金型を作製し、製品の品質および耐久性について調査を行った。

1つはAl-Ca-Sn系耐熱マグネシウム合金を用いたダイカスト成形により「ベアリングビーム」と呼ばれる部品を試作し、凝固割れ予測および凝固割れ状況の調査を行った。もう一つは、第5章で説明した新開発の半凝固射出成形装置を用いて、Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金製の「クラッチピストン」と呼ばれる部品を試作し、凝固割れ発生状況の調査を行うとともに、この部品の油圧耐久性試験を実施し、半凝固射出成形による製品の品質と耐久性能について評価を行った結果について述べる。

6.2 ダイカスト成形によるベアリングビーム部品の試作

6.2.1 試作品の形状

Fig.6.1(a), (b), (c)および(d)はエンジンおよび試作対象部品のベアリングビームを示す。ベアリングビームは(b)に示すように、エンジン(a)の下の方にあるクランクシャフトを支える軸受部品である。現状はアルミニウム合金ダイカスト成形によって生産されている。(c)および(d)は耐熱マグネシウム合金を用いてダイカスト成形した鋳造品の写真であり、製品部分の両側に湯道が付いている。(c)は部品の上側から撮影したもので、(d)は下側から撮影したものである。



(a) Engine



(b) Bearing beam



(c) A view from the upper of bearing beam



(d) A view from the lower of bearing beam

Fig.6.1 Photographs of bearing beam for fabricated heat resistant magnesium alloys.

6.2.2 試験材料

ベアリングビームの試作に用いた材料は Al-Ca-Sn 系の耐熱マグネシウム合金と汎用マグネシウム合金 AZ91 である。この二種類のマグネシウム合金の組成は前章と同じもので、その組成を Table 6.1 に再掲する。

Table 6.1 Chemical compositions of magnesium alloys. (mass%)

Material	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Be	Ca	Sn	Mg
Al-Ca-Sn	4.5	-	-	-	-	-	-	-	1.7	0.7	Bal.
Al-Zn (AZ91D)	9.06	0.68	0.19	0.031	0.006	0.001	0.002	0.001	-	-	Bal.

6.2.3 解析モデル

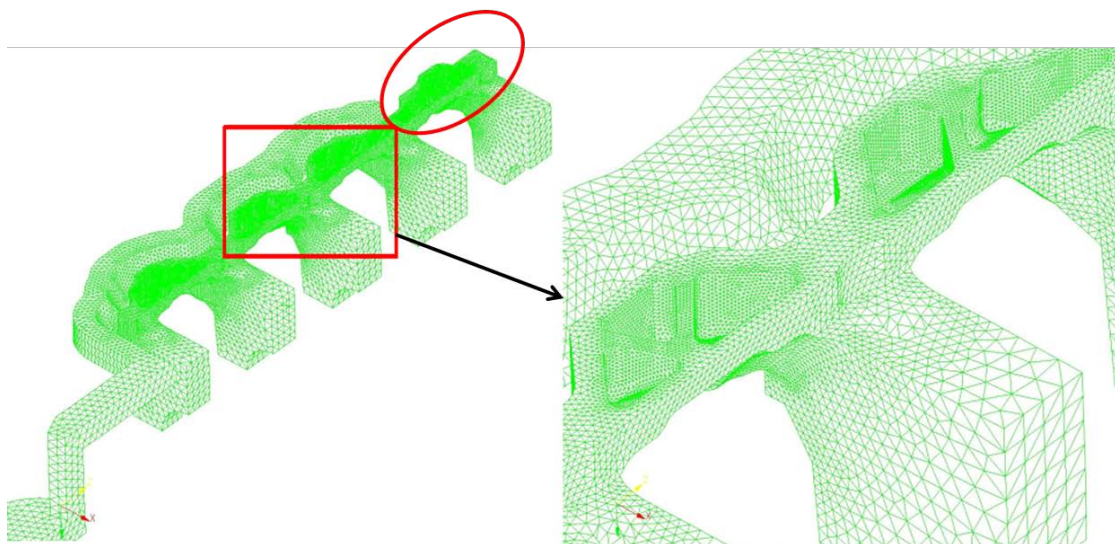
リブの底は $R=2.0\text{mm}$ のフィレット形状を有し、複雑な形状をしている。その形状を再現するためには、要素分割の長さを 1mm 以下にする必要がある。しかしながらリブ底を 0.5mm の大きさの要素サイズで全体をモデル化すると要素数が多くなり、パソコンベースでのコンピュータではメモリーが不足する。Fig 6.1 に示した成形品の形状は、左右対称形状ではないが、Fig.6.2 に示した解析モデルのように、丸印で囲った部分を除くと、左右対称形状に近い。そこで、可能な限り細かく要素分割するため、ここでは、左右対称モデルとして解析を行うこととした。このモデルの節点数は 279,641、要素数は 1,384,204 である。四角で囲った部分はリブ部の拡大図であり、リブ形状をより正確にモデル化することができた。比較のため、 $R=0\text{mm}$ のリブ底形状にしたモデルも作成し解析を行った。解析は第 4 章 4.4 節で述べたように、熱応力連成解析が可能な ESI 社製の鋳造シミュレーション ProCAST を用いた。熱応力解析は線形硬化弾塑性体モデルとし、凝固割れ発生に寄与するひずみとして、局所的な領域での等価的なひずみ、すなわち、相当塑性ひずみにより評価を行った。解析に必要な物性値は 4 章 4.5 節で示した、Fig. 4.11, Fig. 4.12, Fig. 4.13, および Fig.4.14 から、Al-Ca-Sn 系の耐熱マグネシウム合金および汎

用マグネシウム合金 AZ91 の結果を用いた。また、境界条件を Table 6.2 に示す。

Table 6.2 Boundary condition

Heat transfer coefficient between molten metal and mold	10,000 W/m ² · K
Heat transfer coefficient between die and die	200 W/m ² · K
Heat transfer coefficient between die and air	10W/m ² · K, at 20°C air temp.

金型の初期温度は安定な成形サイクルになった時の温度 200°C とし、その金型に 700°C のマグネシウム合金溶湯を充填させた。充填完了後から凝固するまでの応力解析を実施し、マグネシウム合金溶湯が凝固するにしたがって、金型内部で発生するひずみを解析した。解析の時間間隔は、凝固開始初期の温度変化が大きいことを考慮し、初期値を 0.0001s 間隔とした。その後、温度変化量に応じて、最大 0.5s 間隔まで自動的に変化させ、30s 後まで解析を行った。なお、熱応力解析は各要素の固相率が 30% に到達したところから開始するよう設定した。



(a) Mirror symmetry mesh model.

(b) Enlarged view around ribs.

Fig. 6.2 Analysis mesh model to predict the solidification cracking of a bearing-beam.

6.2.4 解析結果

Fig.6.3 は AZ91D の成形品全体の相当塑性ひずみの分布状態である。リブ部分を通る直線で示した位置で切断し、その切断面における相当塑性ひずみの分布状態が Fig.6.4 である。赤色の○印に示すように、ベアリング固定部分にあたる厚肉部分の両脇にあるリブ底にひずみが集中しやすいことがわかった。

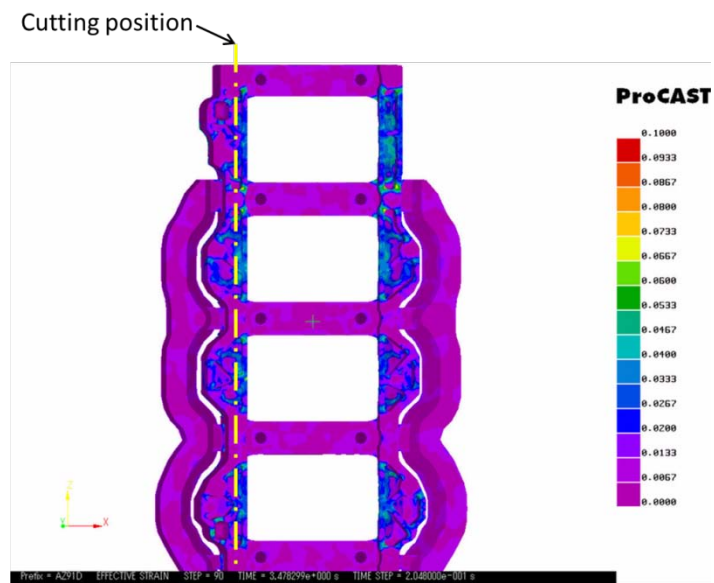


Fig.6.3 Contour figure of equivalent plastic strain of bearing beam using AZ91D

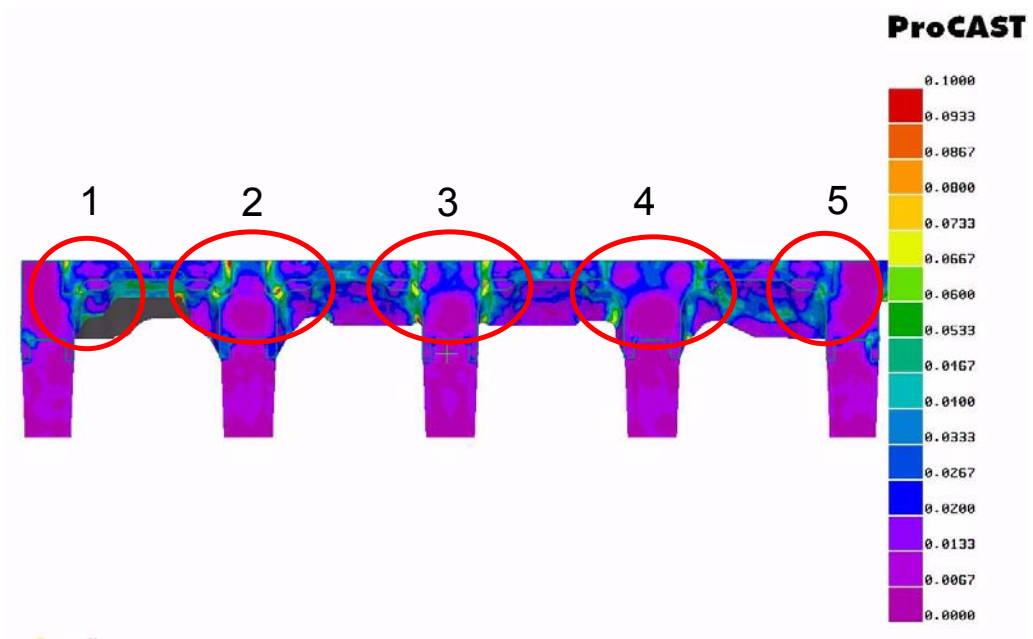


Fig.6.4 Distribution of equivalent plastic strain at the cutting plane of bearing beam using AZ91D

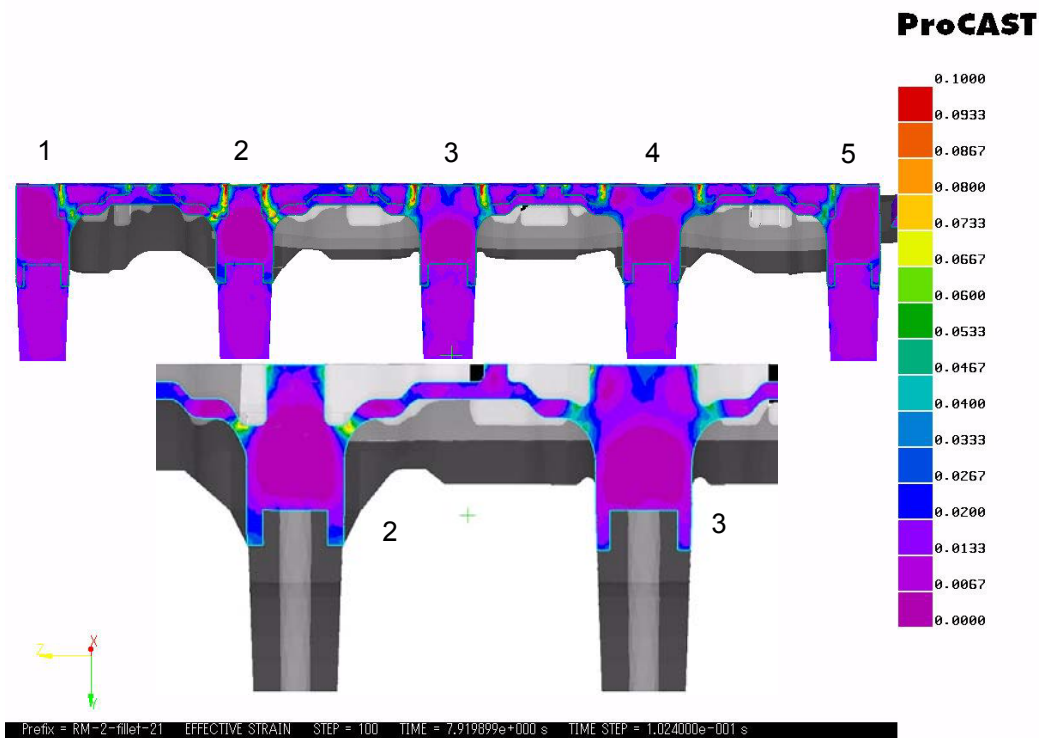


Fig.6.5 Distribution of equivalent plastic strain at the cutting plane of bearing beam using Al-Ca-Sn magnesium alloy.

また、Fig.6.5 は Al-Ca-Sn 系の耐熱マグネシウム合金の切断面における相当塑性ひずみの分布状態である。AZ91D と同様にリブ底に相当塑性ひずみが集中していることがわかる。

そこで、リブ 2 からリブ 5 の部分における相当塑性ひずみの変化を Fig.6.6 および Fig.6.7 に示す。Fig.6.6 は Al-Ca-Sn 系の耐熱マグネシウム合金、Fig.6.7 は汎用マグネシウム合金 AZ91D の結果である。それぞれ(a)はリブ部のフィレット形状が $R=0\text{mm}$ の場合で(b)が $R=2.0\text{mm}$ の場合の結果である。リブ 3 および 4 に発生するひずみはリブ部にフィレット $R=2.0\text{mm}$ にすることにより、発生するひずみは Al-Ca-Sn 系の耐熱マグネシウム合金も AZ91D 合金も減少した。リブ 5 では、フィレット $R=2.0\text{mm}$ とすることにより、リブ部に発生するひずみは AZ91D 合金では減少するものの、Al-Ca-Sn 系の耐熱マグネシウム合金ではほとんど変化が見られなかった。リブ 2 では、 $R=2.0\text{mm}$ のフィレットにすると、む

しろリブ部に発生するひずみが大きくなった。この部分に、 $R=2.0\text{mm}$ のフィレットをつけると、リブ底の断面の肉厚が小さくなり、断面減少によるひずみが大きくなったためと考えられる。リブ底に発生するひずみは、どのリブにおいても延性曲線と交わり、大きなひずみが発生しているため、凝固割れが発生すると予測された。

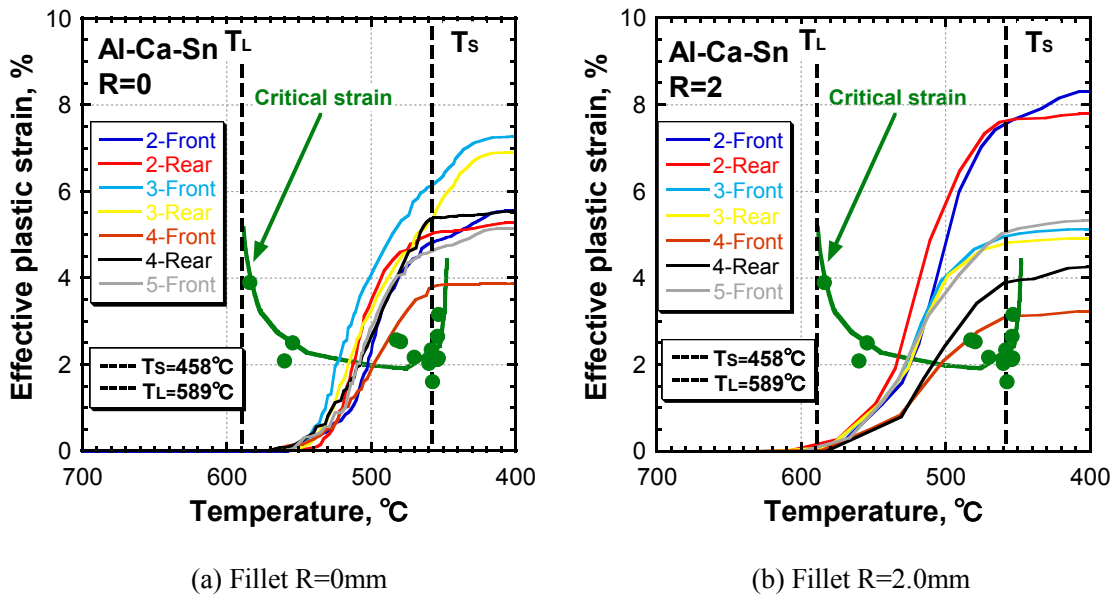


Fig. 6.6 Relationship between critical strain and equivalent plastic strain at the ribs of prototype bearing beam using Al-Ca-Sn magnesium alloy.

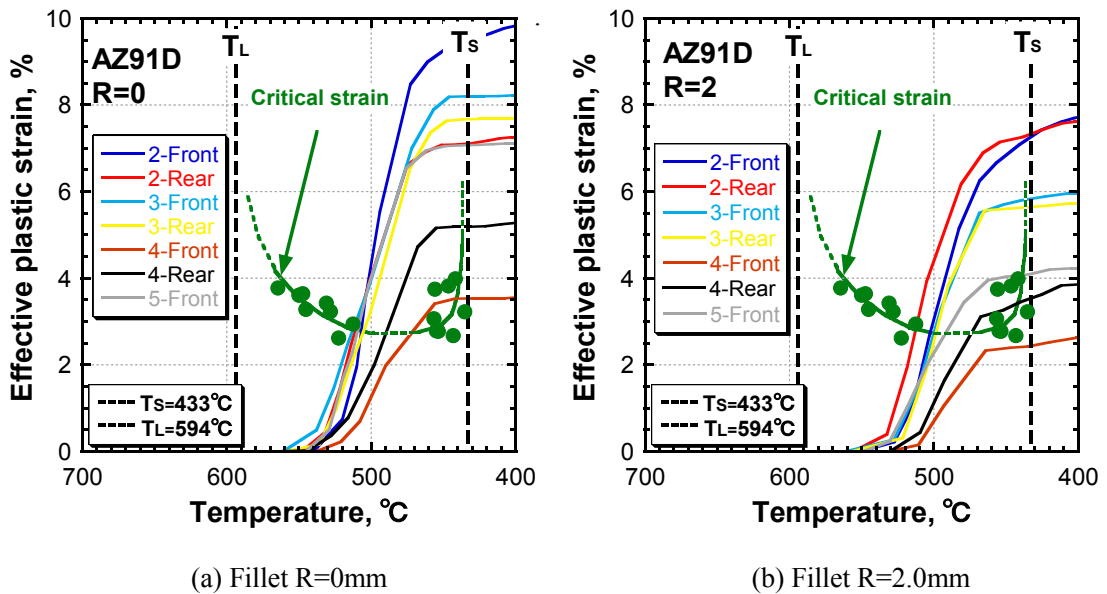


Fig. 6.7 Relationship between critical strain and equivalent plastic strain at the ribs of prototype bearing beam using AZ91D

Fig.6.8 は試作品のリブ部の写真である。解析では凝固割れが発生すると予測したが、その予測に反して試作した成形品にはどちらのマグネシウム合金でも割れが発生しておらず、良好な成形ができた。

実際にはPCの能力が不足しており、再計算して確かめることができないが、以下に現状の解析における問題点を述べる。

凝固割れ評価金型のような簡単な形状の場合、ひずみ集中部分を要素分割長さ 0.5mm で分割しても、その近傍の肉厚は 8mm 以上と厚い。そのため、ひずみ集中部とその周辺の要素は十分な要素数で分割されている。しかし、ベアリングビームではひずみが集中する部分の肉厚が 4mm よりも薄くなっている場所があり、要素分割長さが 0.5mm では肉厚方向の分割数が少なくなっている。そのため、フィレット部分のひずみを精度よく解析できていないことが考えられる。さらに、急激な温度変化によって発生するひずみは時間分割が大きくなるほど誤差が蓄積し、凝固割れが発生する付近のひずみ値を大きくしてしまう要因であると考えられる。実用的な時間以内で計算が終了することが望まれるが、PCの能力向上や並列計算によって解決される問題であり、解の精度が高まれば、凝固割れがより正確に判定できると考えている。



Fig.6.8 Macrophotography at the rib area of the prototype of bearing beam using Al-Ca-Sn magnesium alloy.

6.3 半凝固射出成形機によるクラッチピストンの試作

6.3.1 試作品の形状と適用場所

Fig.6.9 に試作対象に選んだ「クラッチピストン」の適用部位を示す。前輪駆動の4速オートマチックミッションの油圧部品の一つであり、このクラッチピストンに油圧がかかると多板クラッチを押つけて、回転要素と連結する。また、油圧の圧力が抜かれるとリターン springs により、回転要素から切り離される機構を有する。したがって、耐久性と耐圧が要求される部品である。この部品を軽量化することによって油圧応答性が向上し、スムーズでレスポンスの高い変速が実現できると考えられる。そこで、比較的安価な耐熱マグネシウム合金で、クリープ特性の高い Al-Ca-Mn 系マグネシウム合金を選択し、この部品の試作を検討した。この材料は凝固割れを発生しやすい材料であるため、凝固割れが抑制できる第5章で述べた 2MN の半凝固射出成形機を用いた半凝固成形プロセスを用いて、クラッチピストンを試作することとした。

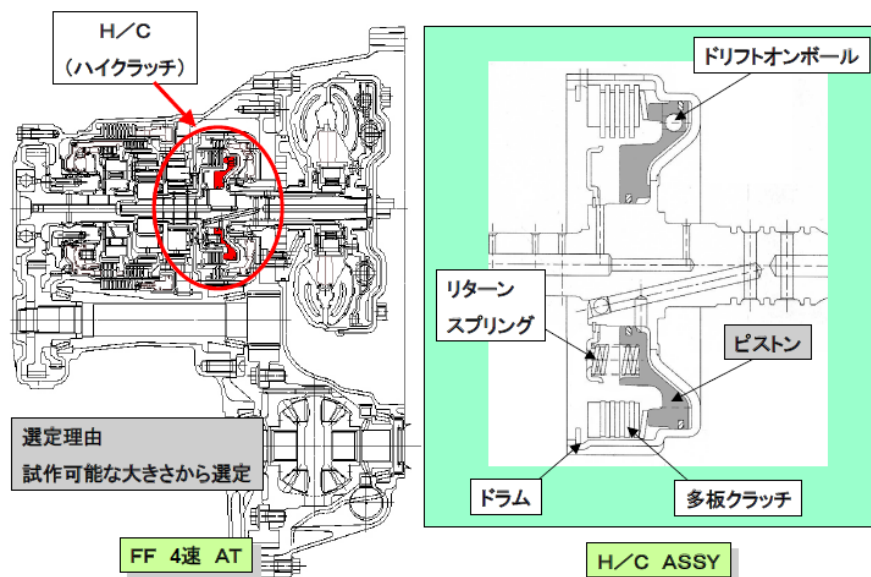


Fig.6.9 The location of the prototype clutch piston in a transmission.

6.3.2 試験材料

実験に用いた材料は Al および Ca が添加された Al-Ca-Mn 系の耐熱マグネシウム合金の化学組成を Table 6.3 に示す。

Table 6.3 Chemical compositions of magnesium alloys (mass%)

Al	Mn	Ca	Si	Cu	Ni	Fe	Mg
4.03	0.37	3.17	0.02	0.0001	0.0005	0.002	Bal.

6.3.3 クラッチピストンの耐久性評価

クラッチピストンの耐久性を評価するため、Fig.6.10 の試験装置を用いて油圧 2.45MPa と 0MPa の間を 3s サイクルで繰り返し加減圧を行い、クラッチピストンに破損が生じるまでの繰り返し回数を調査した。比較として、現行のアルミダイカストのクラッチピストンでも評価を行った。なお、繰り返し負荷が 847,800 回に達したところで繰り返し試験を打ち切った。

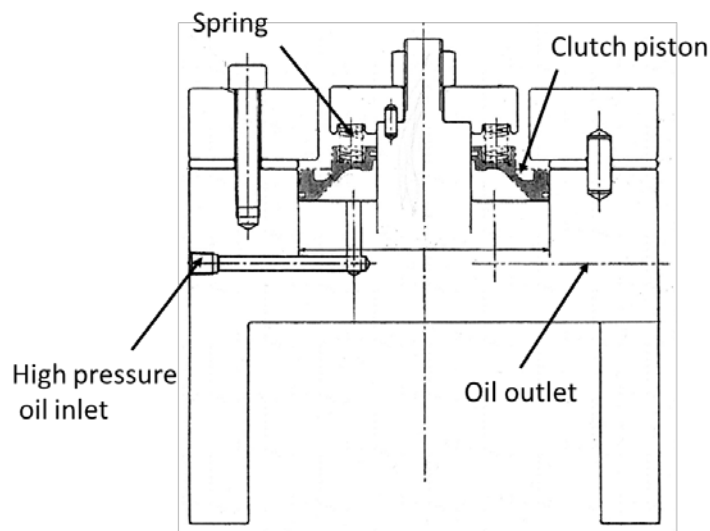


Fig.6.10 Test apparatus for the durability evaluation of the clutch piston

6.3.4 試作品に発生する欠陥状況

Fig.6.11 は成形したクラッチピストンであり、Fig.6.12 は 12 か所ある穴の底を拡大したもので、その底のコーナーに凝固割れが発生していることがわかる。そこで、試作品に対してカラーチェックによる表面割れ検査を行った。これら欠陥を整理すると、製品表面から観察できる(a) 鋳抜き部底の割れ、(b) 内周溝加工部のマイクロ巣および(c)外周溝加工部に分類できた。その成形品の外観と主な欠陥発生場所について Fig.6.13 に示す。

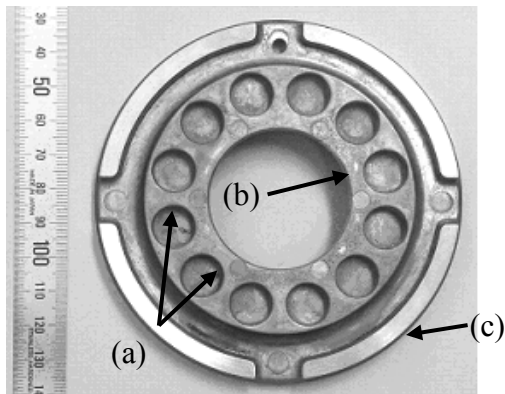


Fig.6.11 A sample of clutch piston



Fig.6.12 Solidification cracking that occurred at the corner.

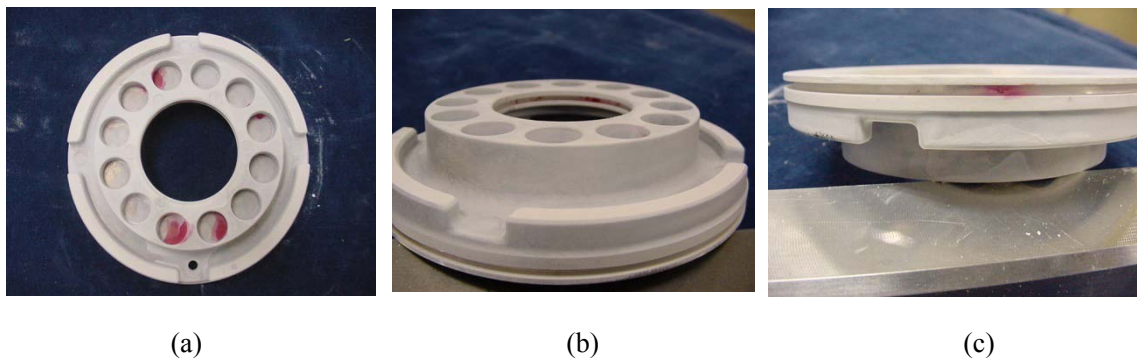


Fig.6.13 Defect on the surface of the clutch piston by color checks method

(a) 鋳抜き部底の割れの破面にはデンドライトが観察され、凝固割れを起点としてき裂が進展していると思われる。したがって、鋳抜き底の凝固遅れを防止するため、鋳抜き部の冷却対策を行った。(b),(c)の欠陥についての多くはマイクロ巣と凝固割れおよび凝固後の延性低下に伴う割れが混在する割れが発生していた。(b),(c)の欠陥部分は、製品内の肉厚が大きく変化する形状のため、半凝固のマグネシウム合金スラリーが凝固するまでに十分に溶湯圧力を伝達させることが難しく、溶湯補給不足になりマイクロ巣が発生しやすいと考えられる。そこで、鋳巣の発生予測を行い、最適なゲート厚さを検討した。

6.3.5 鋳造シミュレーションによるゲート厚さの設計

半凝固スラリーに十分な溶湯圧力を伝達させるため、ゲートが凝固するまでの時間とゲート厚さの関係を、鋳造シミュレーション ProCAST を用いて解析し、充填完了後、ゲ

ート部分のマグネシウム合金の温度変化を予測した。Fig.6.14 は、ゲート中央部分の固相率がそれぞれ 50%, 70%, 100%に達するまでの時間とゲート厚さの関係を表わしている。また、Fig.6.15 にはゲート部厚さ 5mm の時の 0.58s 後と 0.80s 後の固相率分布を示し、製品部分の固相率がすべて 100%に達する時間は約 1.4s であった。また、Fig.6.14 よりゲート部の固相率が 70%に達するのは約 0.83s と予測された。製品部分において矢印で示す肉厚の小さい部分は約 0.58s で凝固が完了すると予測され、鋳抜き部に対して十分に溶湯圧力を伝達させることは難しいと思われる。一方、外周溝加工部の固相率が 70%に達する時間は約 0.91s と予測され、外周溝加工部分には十分な溶湯圧力が伝達し、マイクロ巣の減少が期待される。そこで、ゲート部厚さを 5mm と決定し、鋳抜き部の冷却を強化するため、鋳抜き部にベリリム銅を採用した金型を製作した。Fig.6.16 は鋳巣が発生する場所を予測した結果である。この結果から、鋳抜き部間および製品部分には鋳巣は発生しないと考えられる。

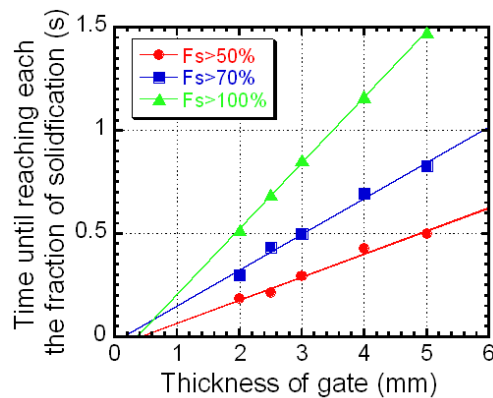


Fig.6.14 Relationship between the thickness at gate and the solidification time at the gate.

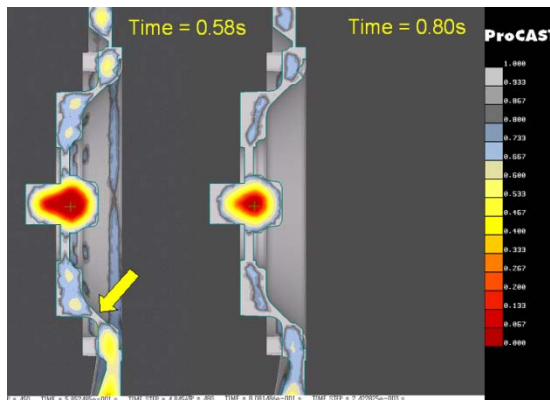


Fig.6.15 Distribution of solid fraction in gate thickness 5mm

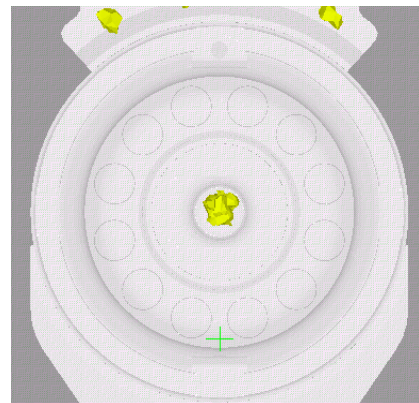


Fig.6.16 occurrence prediction of the shrinkage defect

6.3.6 最適鑄造条件の検討

12 か所ある穴部に凝固割れが発生しない鑄造条件を見出すために、品質工学に基づいた検討をおこなった。制御可能な因子として、昇圧速度、スクリーバレルの温度、射出速度、射出圧力、保圧時間、真空度、金型温度、チルタイムの8種類の因子を抽出し、Table 6.4 に示す L18 直交表に割りつけた条件で鑄造実験を実施した。評価対象は穴周囲の全体長さに占める凝固割れの長さで、その結果を Table 6.5 に示す。Fig.6.17 は制御因子が凝固割れ発生にどの程度影響を与えるのか示したグラフで、縦軸の S/N 比の数値が大きい方が、凝固割れが発生しない、良い成形条件となる。これらの結果から凝固割れの発生は射出速度、鑄造圧力の影響が大きいことがわかった。半凝固スラリーの温度(SB temp.)は 592°Cが最も成形性が良いことがわかった。最適条件として高い昇圧速度、スクリーバレルの温度 592°C、射出速度 4m/s、射出圧力 70MPa、保圧時間 600ms、真空度 50kPa、金型温度 150°C、チルタイム 10s を選択し、耐久性評価用のクラッチピストン

Table6.4 The forming experimental condition by semi-solid injection molding machine.

No.	Control factor							
	Pressure-up speed	SB temp. (°C)	Injection speed (m/s)	Injection pressure (MPa)	Hold time of injection pressure (ms)	Degree of vacuum (kPa)	Die temp. (°C)	Chill time (s)
1	High	640	1	20	200	Air	150	1
2	High	640	2	40	600	50	200	3
3	High	640	4	70	1000	5	250	10
4	High	602	1	20	600	50	250	10
5	High	602	2	40	1000	5	150	1
6	High	602	4	70	200	Air	200	3
7	High	592	1	40	200	5	200	10
8	High	592	2	70	600	Air	250	1
9	High	592	4	20	1000	50	150	3
10	Low	640	1	70	1000	50	200	1
11	Low	640	2	20	200	5	250	3
12	Low	640	4	40	600	Air	150	10
13	Low	602	1	40	1000	Air	250	3
14	Low	602	2	70	200	50	150	10
15	Low	602	4	20	600	5	200	1
16	Low	592	1	70	600	5	150	3
17	Low	592	2	20	1000	Air	200	10
18	Low	592	4	40	200	50	250	1

Table 6.5 Rate of solidification cracking in each hole

Result: Solidification cracking frequency												
No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	0.8		1	1	1	0.8	1	1	0.6	0.8	1	1
2	0.8	1	0.8	0.4	0.6	0.8	0.8	0.4	0.6	1	0.8	0.6
3	0.4	0.8	0.4	0.4	0.8	0.4	0.6	0.6	0.8	0.8	0.6	0
4	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
5	0.6	0.8	0.8	1	1	0.6	0.6	1	1	1	1	1
6	0.4	0.6	1	0.4	0.2	0.2	0	1	0.8	1	0.4	0.4
7	1	0.8	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
8	0.75	0.75	0.5	0.5	0.5	0.25	0.75	0.25	0.75	0.75	1	0
9	0.8	0.8	0.2	0.2	0.8	1	0.4	0.4	0.2	0.2	0.6	0.4
10	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
12	0.2	1	0.2	1	0.4	0.4	0.4	0.4	0.8	0.6	0.2	0.6
13	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
14	0	0.2	0.4	0.8	0.4	0.2	0.4	0	0.2	0.8	0.4	0.2
15	0.6	0.8	0.6	0.4	1	0.8	0.6	0.8	0.6	0.4	0.4	0.6
16	0.6	0.6	0.6	0.4	0.8	0.8	0.4	0.8	0.6	0.6	0.4	0.8
17	0.6	0.8	0.8	1	0.6	0.4	0.8	0.8	1	1	1	0.8
18	0	1	0.67	1	0.67	1	1	0.67	1	1	0.67	0

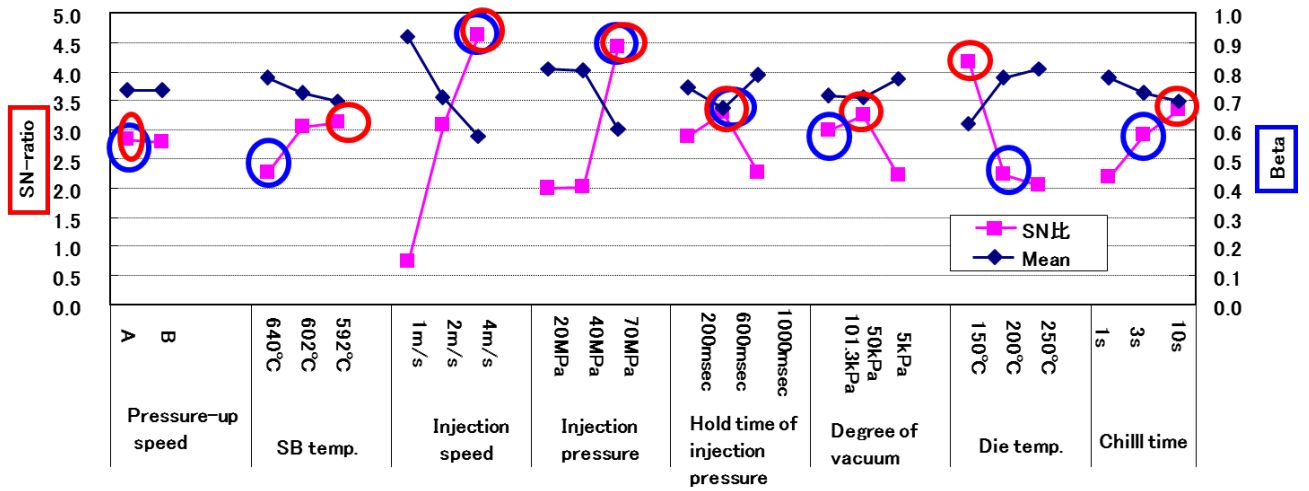


Fig.6.17 Influence on optimum molding conditions by evaluation of the number of solidification cracking.

試験片の成形した。

最適条件で成形したクラッチピストンの内部欠陥を X 線透過より観察した結果が

Fig.6.18 である。また、カラーチェックで表面の割れを観察した結果が Fig.6.19 である。

これら検査結果から、凝固割れがなく、内部の欠陥が少ない試作品を得ることができた。



Fig.6.18 X-ray radiography.

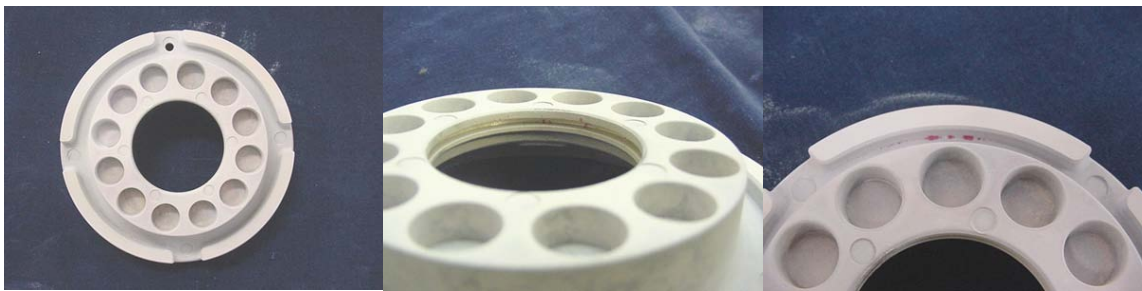


Fig.6.19 Defect on the surface of the clutch piston by color checks method.

6.3.7 耐久性評価試験の結果

クラッチピストンの耐久試験に用いた試験片の断面組織を観察し、固相率を測定した結果を Fig.6.20 に示す。ゲート側から半ゲート側までを縦に切断し、その断面を 8 か所に分けて観察し、固相率を測定した。平均固相率は 16.2%であった。ゲート側の肉厚部 4 の断面付近の固相率はバレル設定温度からの固相率 25%に比べ、9.9%と小さくなっている。また、反ゲート側の断面 7 および断面 8 の固相率は約 12%と小さくなっている。固相率が低い場合、半凝固・半熔融成形では、流れやすい液相が先端に流動しやすくなることから、反ゲート側の固相率が小さくなったものと考えられる。

クラッチピストンの耐久試験の結果を Fig.6.21 に示す。横軸はアルミダイカスト製のク

ラッチピストンの試験回数(847,800)を 1 としてそれに対する耐久度として示した。アルミダイカスト製の試験数は 4 で、マグネシウム合金製の試験数は 8 である。マグネシウム合金製クラッチピストンは、最も耐久性が高いもので 334,200 回の繰り返して破損し、アルミダイカスト製のそれと比較すると 1/3 の耐久性しか得られなかった。

マグネシウム合金の中でもっとも耐久性の優れた試料の破損状況を Fig.6.22 に示す。破損した部位はスプリング座面近傍が多く、すべて反ゲート側の部分から破損していた。Fig.6.18 および Fig.6.19 で示したように湯境や欠陥が観察されていないことから、反ゲート側の固相率が小さくなっていたことから、材料組織の影響による強度低下が耐久性を低下させた一因と考えられる。一方、アルミダイカストと同じ形状、板厚でマグネシウム合金製のクラッチピストンを試作している。アルミニウム合金の剛性はマグネシウム合金の剛性の 1.4 倍あるため、同じ板厚では、マグネシウム合金に加わるひずみ量は 1.4 倍になるため、座面近傍の板厚の薄い部位から破損が生じたことも考えられる。

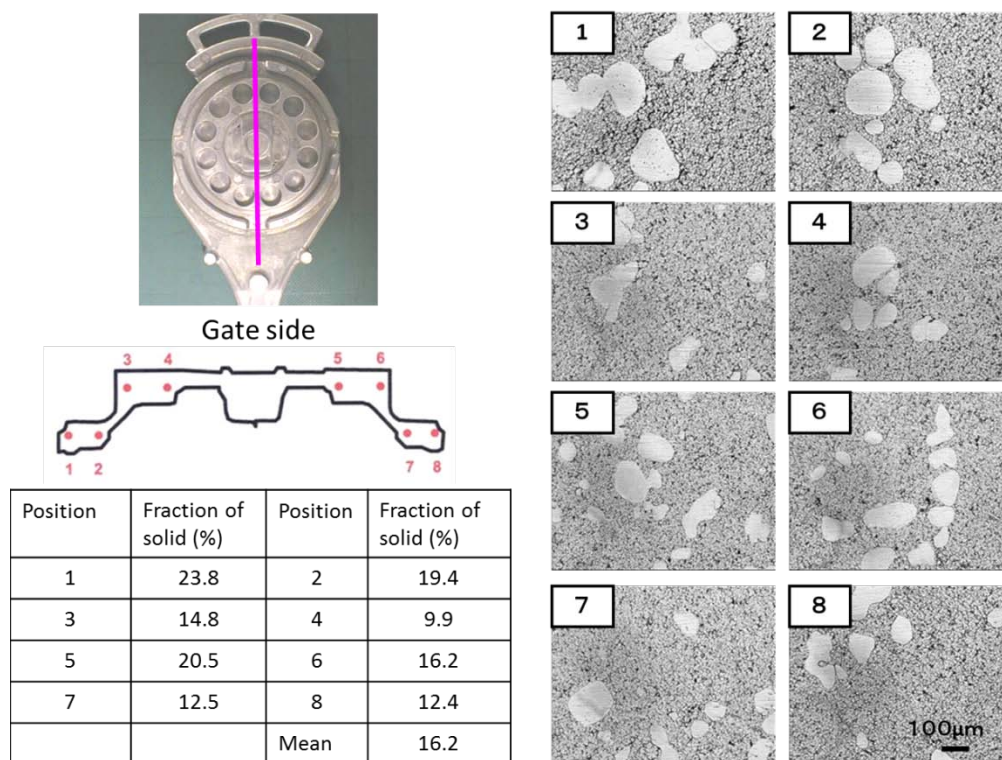


Fig.6.20 Microphotograph of the structure of a clutch piston of heat-resistant magnesium alloy.

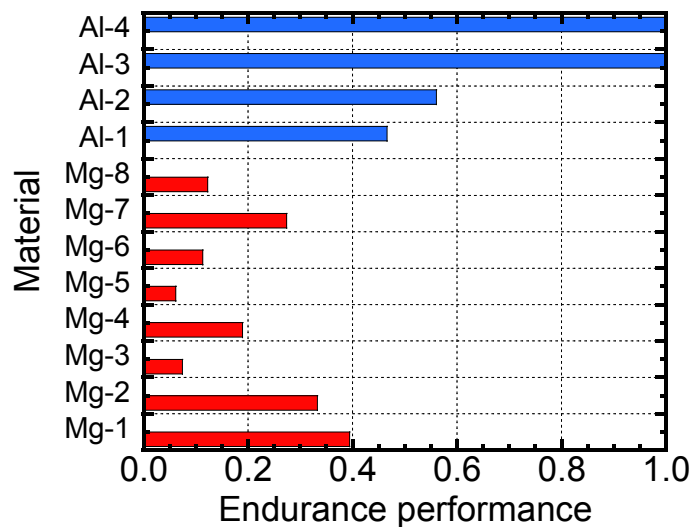


Fig.6.21 The evaluation of result of durability test

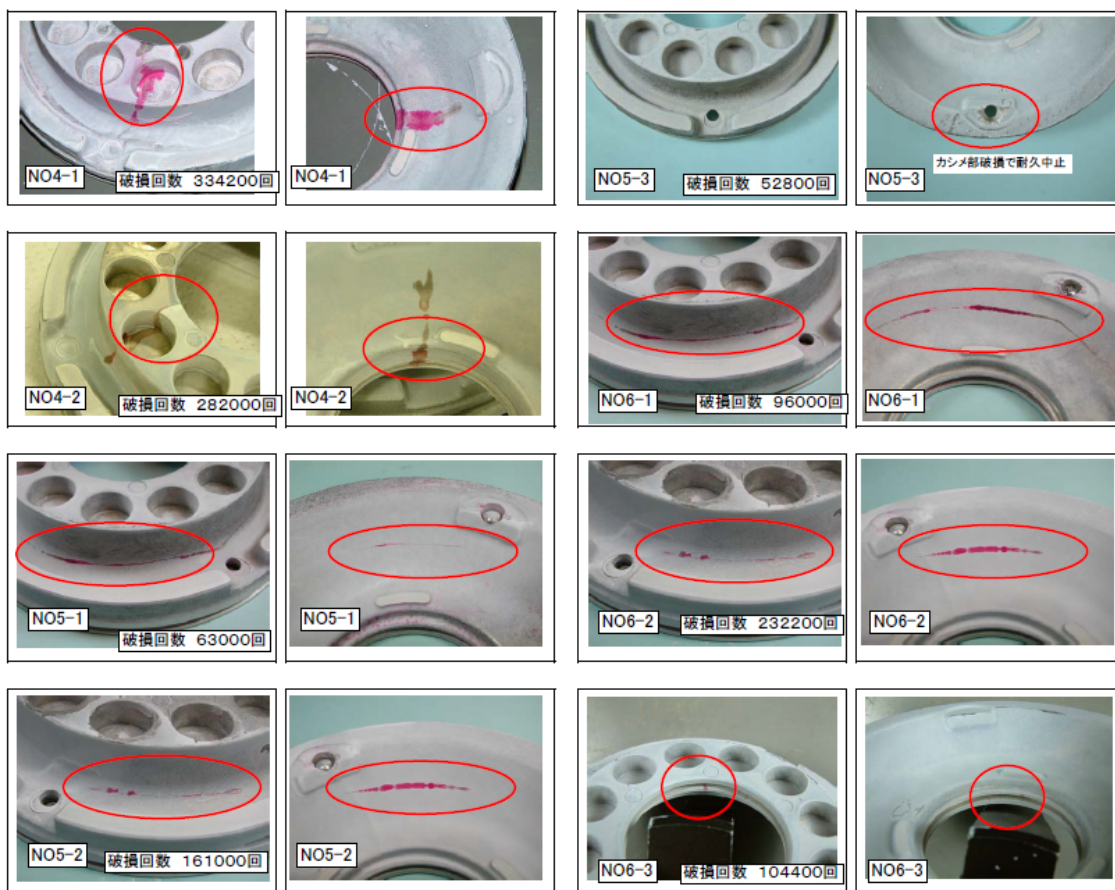


Fig.6.22 The photograph of fracture point of the sample after the durability test.

6.4 結 言

Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金を用いたダイカスト成形により「ベアリングビーム」と呼ばれる部品を試作し、第3章および第4章において高温物性試験で得られた耐力、加工硬化係数、凝固割れ発生限界ひずみを鋳造シミュレーション ProCAST のデータベースに組み込み、Al-Ca-Sn 系の耐熱マグネシウム合金および汎用のダイカスト用 AZ91D を用いて実部品としてベアリングビームを試作する際に、凝固割れが予測可能かどうかを検証した。凝固割れ発生予測した結果、2種類のマグネシウム合金を用いても鋳造割れが発生すると予測された。しかし、実機による試作では、どちらのマグネシウム合金とも凝固割れが認められず、良好な製品を成形することができた。その理由として、ベアリングビームではひずみが集中する部分の肉厚が4mmよりも薄くなっている場所があり、要素分割長さが0.5mmでは肉厚方向の分割数が少なくなっている。そのため、フィレット部分のひずみを精度よく解析できていないことが考えられた。また、凝固割れはひずみが集中する場所に発生するため、細かい要素分割とともに、時間分割も小さくすることにより、急激な温度変化によって発生する変形量の誤差蓄積を小さくする必要がある。

新開発の半凝固射出成形装置を用いて、Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金製の「クラッチピストン」と呼ばれる部品を試作し、凝固割れ発生を抑制し、この部品の耐久性試験を実施した。その結果、アルミダイカスト製のクラッチピストンの耐久回数は847,800回で、マグネシウム合金製のクラッチピストンは、最も耐久性が良いものでも334,200回で破損した。アルミダイカスト製のそれと比較すると1/3の耐久性しか得られなかった。アルミニウム合金の剛性はマグネシウム合金の剛性の1.4倍あるため、同じ板厚では、マグネシウム合金に加わるひずみ量は1.4倍になるため、座面近傍の板厚の薄い部位から破損が生じたと考えられ、マグネシウム合金に適した設計をする必要があることがわかった。

第7章 総括

本論文では、耐熱性を向上させたマグネシウム合金のダイカスト成形時に発生する凝固割れを抑制し、その凝固割れを予測することを目的とした技術開発を行った。

まず、第3章において、凝固割れ発生を支配する材料的因子として、凝固割れ発生限界ひずみを実験的に求める方法を検討し、ダイカスト成形時と同じ冷却速度を再現しながら冷却過程で凝固割れ発生ひずみを精度良く計測できる方法を提案した。ここでは、拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具を用いたその場観察法による新しい試験方法によって、5 種類のマグネシウム合金の固液共存温度領域の凝固割れ発生限界ひずみの取得を試みた結果、以下のことを明らかにした。

- (1) 各種マグネシウム合金の凝固割れが発生する温度と限界ひずみの関係から固液共存温度域での高温延性曲線を高精度で取得できることが明らかになった。
- (2) 得られた高温延性曲線より温度変化に対する限界負荷速度 CST(Critical strain rate for temperature drop)を求めることにより、耐熱マグネシウム合金の凝固割れ感受性を定量的に比較することができた。
- (3) CST は AE44 が $13.3 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ で最も大きく、次いで、Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金は $4.3 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 、Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金は $3.0 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 、AZ91D は $1.96 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ と小さくなり、Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金が最も小さく $1.35 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ であった。
- (4) CST による凝固割れ感受性は AE44 が最も低く、Al-Ca-RE 系耐熱マグネシウム合金、Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金、AZ91D、Al-Ca-Sn 系耐熱マグネシウム合金の順に凝固割れ感受性が高くなる。
- (5) RE を含まずに Ca を添加した耐熱マグネシウム合金の金属組織はラメラ状の共晶組織が細長く、ネットワーク状に連なっており、組織上、凝固割れが発生しやすいと考えられる。

つぎに、第4章では金型内で凝固中に発生するひずみを熱応力連成解析によって求めるため、金型内で凝固中に発生するひずみを熱応力連成解析が可能な鋳造シミュレーションソフトに必要な5種類のマグネシウム合金の温度に依存した物性値を取得した。第3章で得られた各種耐熱マグネシウム合金の高温延性値と金型内で凝固中に発生するひずみの大小関係により、凝固割れ発生予測の可能性を検討した。さらに、簡易形状金型を用いた実機ダイカスト成形を行い、凝固割れ発生予測の精度の検証を行った。その結果、次のことを明らかにした。

- (1) 各種マグネシウム合金の高温における引張試験により実測した材料物性値を用いて凝固割れ感受性評価金型内における凝固中の相当塑性ひずみの変化を鋳造シミュレーションソフトで高精度に解析できた。
- (2) 凝固割れ感受性評価金型を用いた実機鋳造による凝固割れ発生率より、Al-Ca-Sn系耐熱マグネシウム合金、AZ91D、Al-Ca-Mn系耐熱マグネシウム合金、Al-Ca-RE系耐熱マグネシウム合金、AE44の順に凝固割れが発生しにくいことがわかった。
- (3) その場観察法により求めた固液共存温度領域での延性曲線と鋳造シミュレーションの熱応力連成解析によって得られた凝固時に発生する相当塑性ひずみを比較し、凝固割れ発生を予測した結果は、凝固割れ感受性評価金型を用いた実機ダイカスト成形の凝固割れ観察結果と一致しており、ダイカスト成形時における凝固割れの発生を高精度に予測できることがわかった。

さらに、第5章では高い固相率で成形できる新たな半凝固射出成形プロセスを考案し、半凝固射出成形装置を開発した。半凝固射出成形プロセスにより凝固割れ感受性が低下するかどうかについて調べるため、第3章で提案した拘束緩和式U型高温割れ試験機を用いて半凝固材の高温延性曲線を求め、半凝固組織が凝固割れ感受性に及ぼす影響について考察を行った。開発した半凝固射出成形装置を用いて、固相率7.5%、11.8%および25.4%の4mass%Al、3mass%Caを含むマグネシウム合金を成形し、従来のダイキャスト法やスクイズキャスト法で成形した合金とともに凝固割れ発生限界ひずみを測定し、凝

固割れ感受性の比較を行い、以下のことを明らかにした。

- (1) 拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具を用いて半凝固射出成形材、ダイカスト成形材およびスクイズキャスト材の凝固割れ発生限界ひずみを求め、固液共存温度領域における高温延性曲線を得ることができた。
- (2) 固相率を 7.5%、11.8%および 25.4%と変化させたマグネシウム合金の CST は、固相率が増加するとともに増加し、凝固割れ感受性は固相率の増加とともに低下することがわかった。
- (3) ダイキャスト法、スクイズキャスト法、固相率 25.4%の半凝固射出成形法で作製されたマグネシウム合金の CST はそれぞれ 1.6×10^4 °C、 3.3×10^4 °C、 8.6×10^4 °Cであり、半凝固射出成形法によって凝固割れ感受性が低下することがわかった。
- (4) 高温ひずみ解析と高温延性曲線を考慮した凝固割れ発生予測を行った結果、半凝固成形材は凝固割れが発生しにくいことがわかった。

これまで、第 4 章および第 5 章では、簡易形状を有した凝固割れ感受性評価金型で凝固割れの発生予測を行い、予測結果と実機鑄造実験の結果が良く一致したことを明らかにした。そこで、最後の第 6 章では、実部品形状モデルにおいて、凝固割れの発生予測技術の有効性を調べた。その一つとして、Al-Ca-Sn 系の耐熱マグネシウム合金および汎用のダイカスト用 AZ91D を用いて実部品として「ベアリングビーム」を試作し、凝固割れが予測精度の検証をした。

その結果、実機による試作では、どちらのマグネシウム合金とも凝固割れが認められず、良好な製品を成形することができ、予測結果と一致しなかった。その理由として、PC の能力に関係するが、モデルの要素分割数と時間分割が考えられる。凝固割れはひずみが集中する場所に発生するため、細かい要素分割で、時間分割も小さくすることにより、急激な温度変化によって発生する変形量の誤差の蓄積を小さくすることが必要であることがわかった。

新開発の半凝固射出成形装置を用いて、Al-Ca-Mn 系耐熱マグネシウム合金製の「クラ

ッチピストン」と呼ばれる部品を試作し、凝固割れ発生状況の調査を行うとともに、この部品の耐久性試験を実施した。12箇所ある鋳抜き部には割れが発生し、その破面を観察すると凝固割れを起点として、き裂が進展していることがわかった。そこで、凝固割れが発生しない鋳造条件を見出すため、品質工学に基づいた検討を実施した。その結果、凝固割れの発生は射出速度、鋳造圧力の影響が大きいことがわかった。最適条件として高い昇圧速度、スクリーバレルの温度 592℃、射出速度 4m/s、射出圧力 70MPa、保圧時間 600ms、真空度 50kPa、金型温度 150℃、チルタイム 10s を選択し、耐久性評価用のクラッチピストン試作した結果、凝固割れがなく、内部の欠陥が少ない試作品を得ることができた。この条件で成形した耐熱マグネシウム合金製クラッチピストンの試作品を用いて、耐久試験を実施した結果、アルミダイカスト製に比べ、半凝固射出成形プロセスを用いて成形した耐熱マグネシウム合金製クラッチピストンの耐久性は 1/3 しか得られなかった。これは、アルミニウム合金とマグネシウム合金の剛性違いによるもので、アルミニウム合金に比べ剛性の低い、マグネシウム合金を設計する際に単なる材料置換ではなく、マグネシウム合金に適した部品設計をすることが大切であることがわかった。

以上、拘束緩和式 U 型高温割れ試験治具を用いたその場観察法による新しい試験方法を提案し、これまで明らかにされていなかった、ダイカスト成形時と同じ冷却速度を再現しながら、耐熱マグネシウム合金の固液共存温度域における延性曲線を求めることができた。また、耐熱マグネシウム合金の固液共存温度域における応力ひずみ曲線を取得し、鋳造シミュレーション解析によって凝固中に発生するひずみを精度よく求めることができるようになったことで、凝固割れの発生を予測し、抑制することができるようになった。実部品への適用については、その精度を実証するに至らなかったが、計算能力の高い装置を利用することにより、実用範囲内で凝固割れ予測技術が使える技術として確立していきたいと考えている。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり，終始，熱心に御指導，御教示を賜りました広島大学大学院工学研究科 篠崎賢二 教授に深甚なる感謝の意を表します．

本論文を校閲戴くとともに有益なご助言，御教示を賜りました菅田 淳 教授，佐々木 元 教授，松木一弘 教授，山本元道 准教授に厚くお礼を申し上げます．

また，有益な御討論，御助言をいただきました早稲田大学理工学部 吉田 誠 教授，広島大学大学院工学研究科 門井浩太 助教に厚くお礼を申し上げます．

本研究を遂行するにあたり，半凝固射出成形の開発および試作，評価につきまして，御指導，御議論を賜りました同志社大学 理工学部 田中達也 教授，神戸製鋼所 山口和郎 氏に深く感謝をいたします．

また，ダイカスト成形による試作におきまして，御指導，御議論を賜りましたマツダ(株) 小田信行 氏，常友 敦 氏，リョービ(株) 浅田 譲 博士，大村博幸 氏，村島泉 氏に深く感謝いたします．

本研究の多くの実験は，材料接合工学研究室の修了生 三澤亮太 氏，永井淳嗣 氏，光藤和昭 氏，篠澤 政宏 氏をはじめ，卒業生の皆様のご協力を頂きました．皆様には厚くお礼を申し上げます．

最後に，私が社会人コースに進学することに関して多大なるご支援を賜りました広島県立総合研究所西部工業技術センター センター長 坂元康泰 博士をはじめ，好満芳邦 博士，梶岡 秀 博士，土取 功 博士，筒本隆博 氏および山下弘之 氏に厚くお礼申し上げます．また，府山伸行 氏，寺山 朗 博士には有益な御助言をいただきました．厚くお礼を申し上げます．

本論文関連発表

学術論文

- (1) 藤井敏男, 山本元道, 篠崎賢二, 光藤和昭, 「その場観察法を用いた耐熱マグネシウム合金ダイカストの凝固割れ感受性評価」: 軽金属, 63(2013), 8-13.

←第3章に対応

- (2) 藤井敏男, 山本元道, 篠崎賢二, 光藤和昭, 「耐熱マグネシウム合金ダイカスト凝固割れ発生の予測」: 軽金属, 63(2013), 14-20.

←第4章に対応

- (3) 藤井敏男, 山本元道, 篠崎賢二, 三澤亮太, 永井淳嗣, 吉田誠, 田中達也, 「耐熱マグネシウム合金半凝固射出成形材の凝固割れ感受性評価」: 軽金属, 63(2013), 223-228.

←第5章に対応

本論文に関連した報告書

- (1) 田中達也, 今井田豊, 篠崎賢二, 吉田誠, 藤井敏男, 「耐熱 Mg 合金用新半凝固射出成形プロセスの研究: 新型半凝固射出成形機の試作と成形条件」 同志社大学理工学研究報告 47,4 (2007),17-23

- (2) 藤井敏男, 府山伸行, 寺山朗, 筒本隆博, 小田信行, 「自動車用耐熱 Mg 部品の鋳造割れ予測技術の開発」 広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告 52(2009),20-23.

- (3) 田中達也, 今井田豊, 篠崎賢二, 吉田誠, 藤井敏男 「耐熱 Mg 合金用新半凝固射出成形プロセスの研究(第二報): 新型 200ton 型締め力半凝固射出成形機の試作と最適成形条件」 同志社大学理工学研究報告 51,2 (2010),23-31

学会発表

- (1) 藤井 敏男, 杉原 秀明, 吉田 誠, 篠崎 賢二, 「Al-Ca 系耐熱マグネシウム合金の凝固割れ感受性の評価法」: 日本铸造工学会 第 146 回全国講演大会, (2005.5.27.), 42.
- (2) 藤井 敏男, 篠崎 賢二, 三澤 亮太, 山本 元道, 「その場観察法による Mg 合金の固液共存温度領域における延性の評価」: 溶接学会, 平成 17 年度秋季全国大会, (2005.9.20), 455.
- (3) 三澤 亮太, 藤井 敏男, 篠崎 賢二, 「その場観察法による Mg 合金の固液共存温度領域における延性の評価」: 日本金属学会, 第 137 回秋期講演大会, (2005.9.28),402.
- (4) 藤井 敏男, 杉原 秀明, 永井 淳嗣, 吉田 誠, 篠崎 賢二, 「Al-Ca 系耐熱マグネシウム合金の凝固割れ感受性」: 日本金属学会, 第 137 回秋期講演大会, (2005.9.28)
- (5) 篠崎 賢二, 山本 元道, 藤井 敏男, 田中 達也, 三澤 亮太, 長光 勇輔, 「その場観察法による実用 Mg 合金の凝固割れ発生ひずみ量の実測」溶接学会秋季全国大会全国大会講演概要(2006.11.9),105.
- (6) 永井 淳嗣, 光藤和昭, 藤井敏男, 篠崎賢二, 田中達也, 「半凝固射出成形における耐熱 Mg 合金の凝固割れ発生予測」: 日本金属学会
- (7) 永井 淳嗣, 光藤和昭, 藤井敏男, 篠崎賢二, 田中達也, 「耐熱 Mg 合金射出成形時の凝固割れ感受性評価」: 日本金属学会
- (8)千葉 浩行, 藤井 敏男, 浅田 穰, 篠崎 賢二, 吉田 誠, 「軽合金の固液共存状態における力学物性取得の試み」第 148 回全国講演大会概要
- (9) 藤井 敏男, 篠崎 賢二, 常友 敦, 光藤 和昭, 篠澤 政宏, 「Mg 合金のダイカスト時の凝固割れ発生予測」, 日本金属学会第 47 回・日本鉄鋼協会第 50 回 中四国支部講演大会
- (10) 藤井 敏男, 篠崎 賢二, 常友 敦, 光藤 和昭, 篠澤 政宏, 「Mg 合金のダイカスト時の凝固割れ発生予測」, 溶接学会秋季全国大会講演概要 81(2007.9.1), 110.
- (11) 篠澤政宏, 光藤和昭, 藤井敏男, 山本元道, 篠崎賢二, 常友 敦, 小田信行, 「耐熱

Mg 合金の凝固割れ発生を予測する高温物性値取得方法」：第 115 回 軽金属学会大会講演概要，(2008.11.16)，45

- (12) 藤井敏男，篠澤政宏，光藤和昭，山本元道，篠崎賢二，常友 敦，小田信行，「簡易形状金型による耐熱 Mg 合金の凝固割れ発生予測」：第 115 回 軽金属学会大会講演概要，(2008.11.16)，46.

特許出願

- (1) 藤井 敏男，篠崎 賢二，山本 元道，三澤 亮太：

特願 2005-290549 【発明の名称】金属材料の延性値測定方法および延性値測定装置