

## 研究論文

## マルチパス摩擦攪拌プロセスによる ADC12 ダイカスト材の組織と機械的特性の改善

金 永坤\* 藤井英俊\*\* 津村卓也\*\*  
駒崎 徹\*\*\* 中田一博\*\*

## Research Article

J. JFS, Vol. 78, No. 9 (2006) pp. 451~456

## Improvement of Mechanical Properties and Structure of ADC12 Die Casting Alloy by Multi-pass Friction Stir Processing

Young-Gon Kim\*, Hidetoshi Fujii\*\*, Takuya Tsumura\*\*,  
Toru Komazaki\*\*\* and Kazuhiro Nakata\*\*

Friction Stir Processing (FSP) has been attracting attention as a useful surface modification process for cast alloys. It is well known that casting defects and abnormal structures are easily formed in the base metal. These defects significantly degrade the mechanical properties of the base metal. In this study, surface modification of the ADC12 die casting alloy by multi-pass friction stir processing (MP-FSP) was proposed and successful modification of the base material was achieved. The tensile and fatigue properties were investigated for MP-FSP samples in comparison with the base metal of the ADC12 alloy comprising 4 mm thick plates. In all the MP-FSP samples, the tensile strength and elongation were much higher than those of the base metal, and the fatigue life was also superior to the base metal.

**Keywords :** ADC12, cold flake, eutectic silicon, microstructure, fatigue strength

## 1. 緒 言

近年、軽量で比強度の高いアルミニウム合金に対して、摩擦熱を利用した固相状態での組織制御法の摩擦攪拌プロセス (Friction Stir Processing : FSP) の適用が注目され、その研究が活発に行われている<sup>1~13)</sup>。このプロセスは摩擦攪拌接合法<sup>14)</sup> (Friction Stir Welding) の原理を応用したものであり、鋳物材に適用した場合に、鋳巣のような铸造欠陥の消失や結晶粒微細化などにより、接合部の機械的性質の向上が図られる<sup>9, 13)</sup>。

鋳造法の1つであるダイカスト法で作製されるアルミニウム合金ダイカスト材は寸法精度が高く、鋳肌が滑らかであり、大量生産が容易である。しかし、溶湯がダイカスト機の射出スリーブ内でスリーブ壁面に触れる際に急速に温度低下し、凝固層を形成し、それが射出プランジャーにより剥離・破断され、溶湯中に混在したまま凝固すると、いわゆる破断チル層と呼ばれる異常組織となる<sup>15~18)</sup>。これは铸造欠陥として鋳巣とともにダイカスト材の機械的性質の低下に大きな影響を及ぼすことが知られている<sup>17)</sup>。このようなアルミニウム合金ダイカスト材に対しても FSP を適用すると、母材の铸造欠陥の消失及び共晶 Si 相の微

細均一分散などの組織改質が行われ、その改質部は母材より優れた機械的性質が得られると予想される。

しかしながら、いままでのアルミニウム合金の FSP に関しては、アルミニウム合金展伸材の A1050<sup>6)</sup>, A5083<sup>6)</sup>, A7075<sup>1, 4, 10, 12)</sup> に集中しているほか、一部で鋳物材の A319<sup>9)</sup>, A356<sup>7~9)</sup>, AC2B<sup>2)</sup>, 及び AC4A<sup>13)</sup> に対して適用されているが、ダイカスト材に対してはほとんど報告がない。

そこで、本研究ではアルミニウム合金ダイカスト材 ADC12 に対し、マルチパス摩擦攪拌プロセス (Multi-pass Friction Stir Processing (MP-FSP)) を適用して広範囲におけるダイカスト材の組織改善の効果を評価することを目的とし、その改質部の組織観察及び機械的性質の評価を行った。

## 2. 実験方法

本実験では、供試材料に板厚 4 mm のアルミニウム合金ダイカスト材 ADC12 (100 mm (W) × 300 mm (L)) を用いた。Table 1 に母材の化学組成を示す。

ADC12 合金に対して MP-FSP による組織改質を施すために、荷重制御 FSW 装置を用いて一枚板に対し、スター

平成 18 年 2 月 24 日 原稿受理

\* 大阪大学大学院工学研究科 (現 : 大阪大学接合科学研究所) Graduate School of Engineering, Osaka University  
(Present : Joining and Welding Research Institute, Osaka University)

\*\* 大阪大学接合科学研究所 Joining and Welding Research Institute, Osaka University

\*\*\* リョービ(株) Ryobi Limited

インプレート (stir-in-plate) を行った. 本実験に用いたツール形状は FSW の場合<sup>19, 20)</sup>と同様であり, ネジ有りのプローブを持つ合金工具鋼の SKD61 を使用した.

FSP のパラメータとしては, ツール押込み荷重を 14.2 kN, ツール回転速度を  $1250 \text{ min}^{-1}$ , 材料の移動速度を  $500 \text{ mm/min}$  と一定とした. また, FSP は Fig. 1 の模式図で示すように, 上からみてツールの回転方向と進行方向が一致する前進側 (advancing side) 方向に向かってツールを 4 mm ずつ移動させることで連続的に 14 パス実施した. パス間の冷却は空冷で行った.

一般的に FSW 時の欠陥は前進側で発生しやすいため, 前パスの前進側を後パスで攪拌させる目的で, 各パス間におけるツール移動方向を前進側にした. また, ツールのプローブ径は 5 mm であり, プローブが通過する領域である攪拌部の幅をほぼプローブ径相当とすると, 1 パスごとに約 1 mm 幅の重なり部分が攪拌部で生じることになる. MP-FSP を行ってから, ツールの進行方向に対して垂直な断面組織を観察した. 試料は鏡面仕上げをした後, 5% 珪フッ化水素酸水溶液 (5 ml HBF<sub>4</sub> + 95 ml 蒸留水) を用い

Table 1 Chemical compositions of base metal.

Alloy	Chemical compositions / mass%									
	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ni	Sn	Pb	Al
ADC12	2.35	11.82	0.17	0.56	0.81	0.18	0.04	0.02	0.06	Bal.

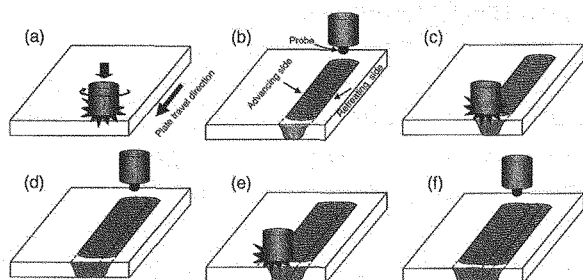
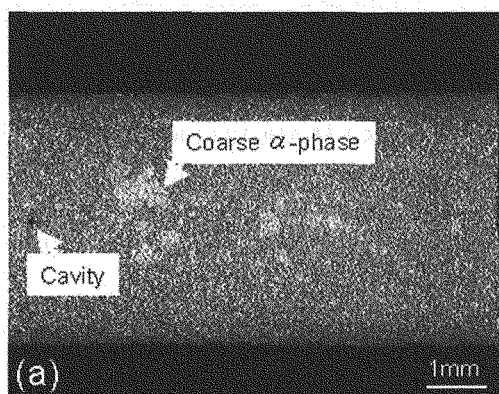


Fig. 1 Schematic illustration of the multi pass friction stir processing : (a) before first pass, (b) after first pass, (c) before second pass, (d) after second pass, (e) before third pass, (f) after third pass.



て約 1 分間腐食を行い, マクロ断面及びミクロ組織を観察した.

また, 母材と MP-FSP 試験片に対し, インストロン万能試験機を用いてそれぞれ引張試験を行った. 引張試験片の切り出し位置とその形状, 寸法を Fig. 2 に示した. さらに, 母材と MP-FSP 試験片において, ツールの進行方向に対して垂直に疲労試験片を作製しており, Fig. 3 に作製した疲労試験片形状と寸法を示す. 疲労試験は, 周波数 20 Hz, 最大繰返数  $1 \times 10^7$ , 荷重形式を軸力引張, 制御方式を荷重制御, 応力条件を  $R=0$  の条件で実施した.

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 ダイカスト材の欠陥状況及びその変化

ダイカスト材の短所としては, 上述したように素材中の

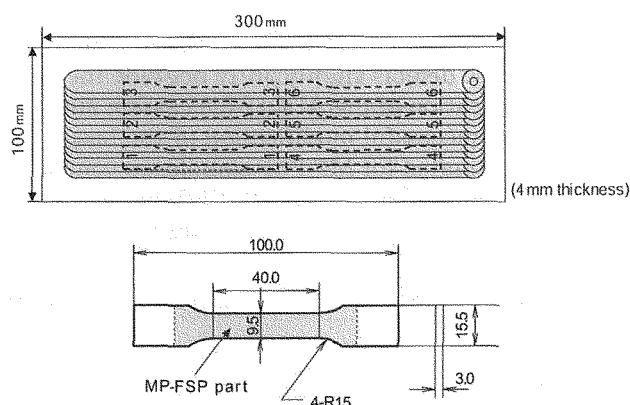


Fig. 2 Working position and dimension of the tensile test specimen of MP-FSP.

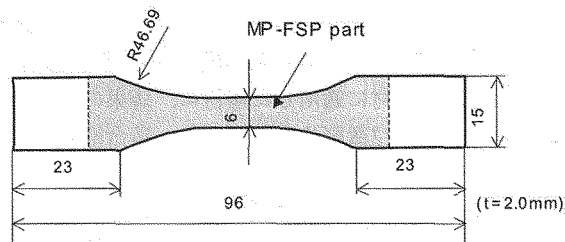


Fig. 3 Fatigue test specimen of MP-FSP.

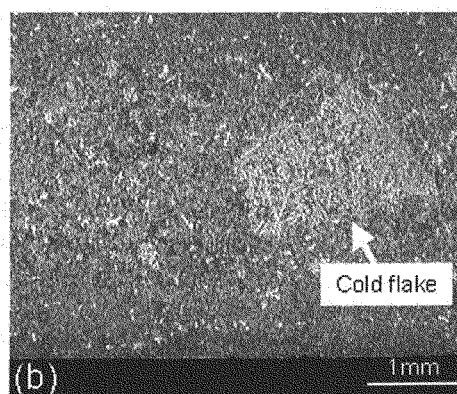


Fig. 4 A typical feature of casting defect and abnormal structure in ADC12 base metal.

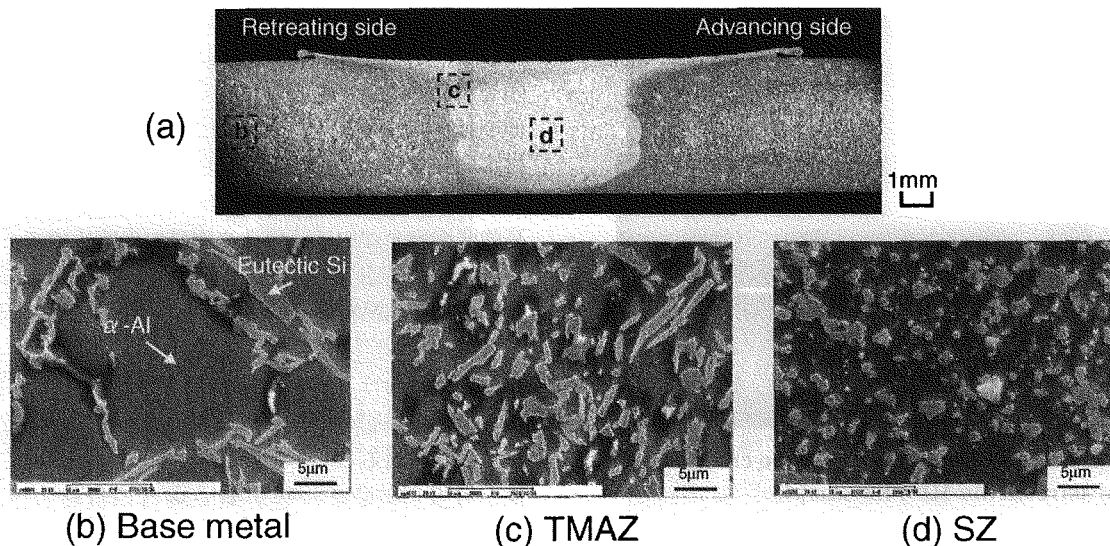


Fig. 5 Macro- and microstructural feature of the cross section in a typical part of the ADC12 FSW joint.

破断チル層の存在やガス含有量が多いという問題点がある。Fig. 4 (a), (b) にダイカスト母材で生成する鑄巣や粗大  $\alpha$  相、及び破断チル層などの異常組織を示す。断面写真を見ると、(a) では粗大  $\alpha$  相とその周辺に多数の小さな鑄巣が点在しており、また (b) は破断チル層の例であるが、これらは母材の機械的性質の低下に影響を及ぼす。アルミニウムダイカスト鑄物の機械的性質に及ぼす欠陥や組織の影響に対し、堀田ら<sup>21)</sup>は破断チル層欠陥を含む試験片はいずれも引張強度が約 200 MPa 以下であることや、またダイカスト材の冷却速度と関連がある鑄造組織のデンドライトアームスペーシング (DAS) の影響について調べ、引張強度は DAS が大きくなるにつれてほぼ直線的に低下したと報告している。しかし、ADC12 母材に対して FSW を適用することにより、Fig. 5 (a) の FSW 接合部の断面マクロ組織を例に示すように攪拌部ではこのような鑄造欠陥の消失が見られた。したがって、マルチパス FSP を適用すれば広範囲で母材に存在する鑄造欠陥がなくなると推測される。

### 3.2 共晶 Si の変化

Fig. 5 (a) の断面マクロ組織中の Fig. 5 (b), (c), (d) はそれぞれ高倍率で観察した母材 (Base metal)、熱加工影響部 (TMAZ)、攪拌部 (SZ) のミクロ組織である。母材は不均一な凝固組織を示し、主に  $\alpha$ -Al と共晶 Si からなっている。共晶 Si は粗大な細長い針状をしている。熱加工影響部では、ツールの熱加工の影響を受けて回転方向に引っ張られる変形組織が見られる。また、針状の共晶 Si が塑性流動の影響によって細かく分断される現象が認められる。攪拌部では、共晶 Si はほとんど針状から棒状もしくは粒状に変化し、かつ微細に分散している<sup>20)</sup>。このように、攪拌部では共晶 Si の形態が母材とは大きく異なることが明らかになった。

### 3.3 MP-FSP 改質部の組織形成

Fig. 6 は本実験で作製した MP-FSP 試験片の外観及び

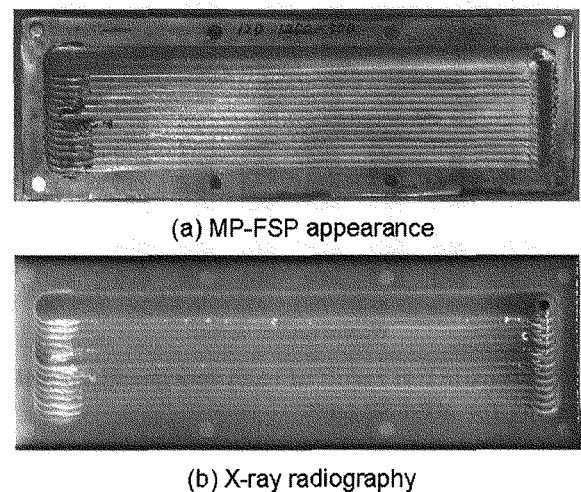


Fig. 6 Surface appearance and X-ray radiography of the MP-FSP sample.

X線透過写真である。外観では表面が滑らかであり、X線透過写真でも内部欠陥が存在しないことが確認できる。今回、実施した FSP パラメータは ADC12 材の FSW 適正条件範囲内の最も入熱量が適当と思われる条件<sup>19, 20)</sup>を選択したため、マルチパス FSP の場合でも比較的良好な改質部が得られたと言える。

Fig. 7 には MP-FSP 試験片に対し、ツールの進行方向に垂直な断面の組織を示す。それぞれ (1) 最初、(2) 真中、及び (3) 最後の断面組織を順に見ると、FSP された領域は欠陥の無い良好な攪拌部が広範囲で連続的に形成された。また、攪拌部の表面近傍の上部では縞模様の変色した領域が観察された。この領域をより拡大して見ると、それぞれ細かい Si 粒子の密度が少ない部分 (薄い色の部分) と多い部分 (黒い色の部分) としてその境界が明瞭に区分された。これはもともと母材の表面に細かい Si 相で存在しているチル層の形成に起因すると考えられる。また、母材の平均

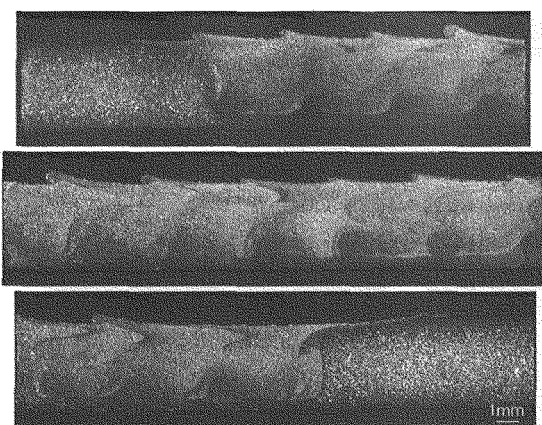


Fig. 7 Microstructural feature of the cross section in a typical part of the MP-FSP sample.

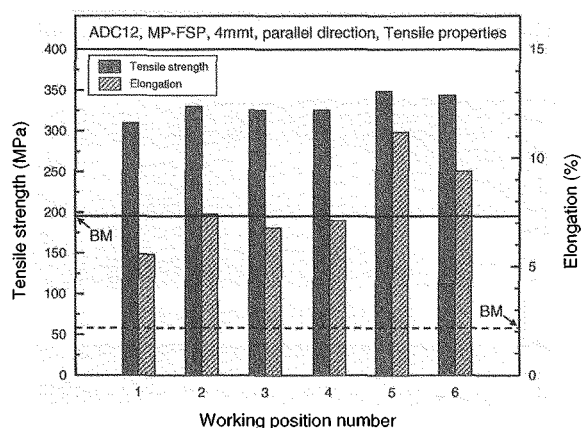


Fig. 8 Tensile test result of each specimen in parallel direction for MP-FSP part.

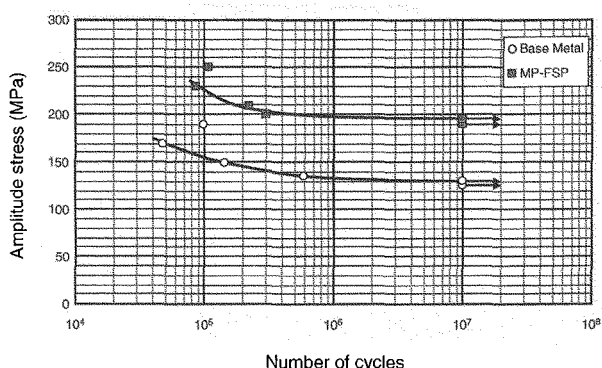


Fig. 9 Fatigue properties of ADC12 base metal and MP-FSP samples.

硬さの約 90 HV に比べて改質部の平均硬さは 110 HV 程度であり、1パスで行う FSW の場合とほぼ同様であることを確認した。したがって、マルチパスの場合でも改質部の硬さ分布がほぼ同等であるため、各パス間の相互作用による影響は少ないことが分かった。

#### 3.4 MP-FSP 改質部の機械的性質

Fig. 2 のようにツールの進行方向に対して平行に引張試

験片を切り出し、各試料位置における引張試験の結果を Fig. 8 に示す。いずれも引張強度が 300~350 MPa の範囲を示し、その平均強度は約 330 MPa であった。また、伸びは平均値が 7.9% (5.5~11.2%) を示した。一方、母材平均強度は約 190 MPa、伸びは 2.2% 程度であった。このように、ADC12 ダイカスト材の改質部が母材に比べて高強度を示す理由は、気孔や母材の異常組織である破断チル層などの鑄造欠陥の消失、また第 2 相である共晶 Si の微細分散や結晶粒微細化などの組織微細化に起因するものと考えられる。

破断面における破断チル層の面積率と強度の関係<sup>21, 22)</sup>から破断チル層の面積率が減ると母材強度は直線的に増加する傾向にあることが知られている。したがって、この関係から仮に破断チル層が無い場合の母材の強度は 230 MPa 程度と推定される。この推定が正しいとすると、破断チル層の消失による効果が約 30%、共晶 Si の微細分散及び結晶粒微細化の効果が約 70% となる。さらに、強度上昇に寄与する組織微細化に関しては、上述したように 2 つの因子が挙げられるが、材料的な観点から考慮すると ADC12 合金の機械的特性は晶出する第 2 相の共晶 Si の分布状態によって影響されやすいため、ここでは結晶粒微細化に比べて共晶 Si の微細分散の効果がより支配的な因子であると推測される<sup>17, 20, 22)</sup>。

Fig. 9 は母材と MP-FSP 試験片の疲労試験結果を示したものである。10<sup>7</sup> 回の疲労寿命において母材の疲労強度 130 MPa に対し、改質処理を行った MP-FSP 試験片は 195 MPa であり、母材の約 1.5 倍の高い値を示した。その破断位置も母材がほとんど R 部であるのに対し、MP-FSP 試験片は 230 MPa の条件を除いて全て平行部であった。この結果より、ADC12 ダイカスト材の疲労特性に及ぼす MP-FSP の効果は非常に大きいことが明らかとなった。また、このように MP-FSP 試験片の疲労強度が母材に比べて著しく向上した理由は引張試験の結果と同様であると考えられる。

Fig. 10 及び Fig. 11 はそれぞれ母材と MP-FSP 試験片の疲労試験後の破断面における SEM 観察結果である。母材では右下の鑄造欠陥である破断チル層 (Fig. 10 (a)) が疲労亀裂の発生起点と考えられる。また、Fig. 10 (b) の部分では粗大な破面形態を示し、板状のような粗大な共晶 Si 粒子が存在していることが観察された。

一方、MP-FSP 試験片では鑄造欠陥を起点としておらず、試片表面近傍の Fig. 11 (a) より疲労亀裂が発生・進展している。また、全体的に破断チル層が消滅して細かいディンプルパターンを示し、微細な Si 粒子が均一に分散していることが確認された。この改質材の破面で見られる微細な Si 粒子の形成要因は、3.2 節に述べたように ADC12 母材の初晶  $\alpha$ -Al の粒界に晶出する細長い共晶 Si は固くて脆い性質を持っているために、FSW の場合と同様に改質材ではツールの強い攪拌作用を受けながら細かく分断することにより微細に粒状化して分布するものと考え

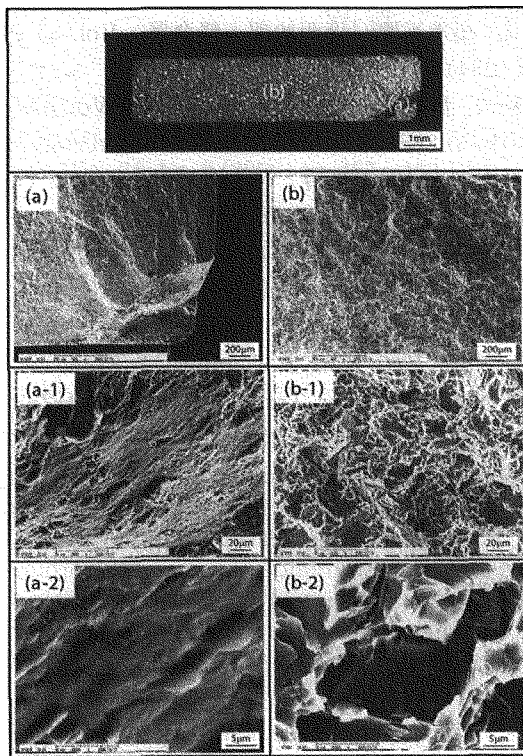


Fig. 10 Fracture surface of fatigue test specimens in the base metal of (a) cold flake and (b) middle part : (a-1), (a-2) high magnification of (a) and (b-1), (b-2) high magnification of (b).

られた<sup>20)</sup>.

以上の引張及び疲労試験後の破面観察結果により、ダイカスト材 ADC12 に対し、MP-FSP を適用した後の組織改善効果によって改質部の機械的特性が著しく向上されたことが明らかになった。

#### 4. 結 言

本研究では、アルミニウム合金ダイカスト材の ADC12 に対して広範囲で行うマルチパス摩擦攪拌プロセス (MP-FSP) を適用し、その組織及び機械的特性の改善効果を検討した。

以下に本実験で得られた主な結果をまとめる。

- (1) アルミニウム合金ダイカスト材に MP-FSP を適用することにより、FSW で得られる攪拌部を広範囲に連続的に形成することが可能である。
- (2) MP-FSP 試験片の平均引張強度は 330 MPa であり、母材強度に比べてばらつきが減少するとともにその値も著しく向上した。その増加の理由は主に母材の鑄造欠陥である気孔や破断チル層の消滅と Si 粒子の微細分散の影響及び結晶粒微細化の影響に起因する。
- (3) ADC12 ダイカスト材の疲労試験結果より、 $10^7$  回の疲労寿命において母材の疲労強度 130 MPa に対し、改質処理を行った MP-FSP 試験片は 195 MPa であり、母

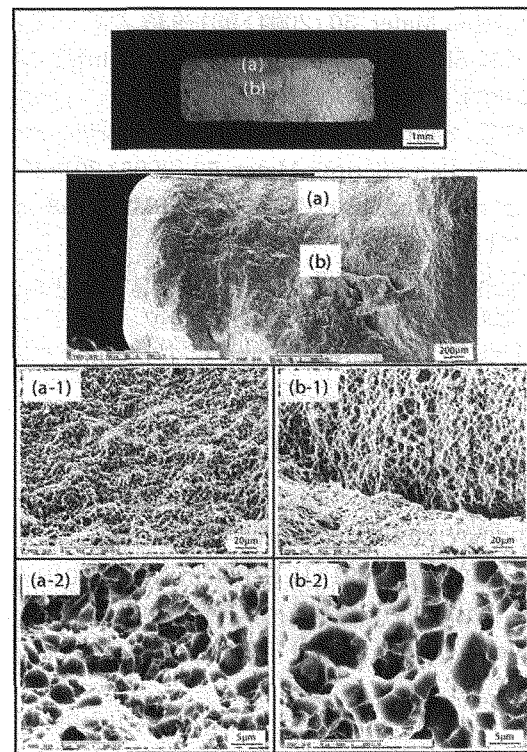


Fig. 11 Fracture surface of fatigue test specimens in the MP-FSP of (a) top surface and (b) middle part : (a-1), (a-2) high magnification of (a) and (b-1), (b-2) high magnification of (b).

材の約 1.5 倍まで増加した。

#### 謝辞

本研究の一部は、文部科学省「全国共同利用附置研究所連携事業 (金属ガラス・無機材料接合技術開発拠点)」の一環として行われた。また、本研究は文部科学省の科研費 (A : 17206074 及び B : 17360354) の助成を得た。

#### 文 献

- 1) R. S. Mishra, M. W. Mahoney, S. X. Mcfadden, N. A. Mara and A. K. Mukherjee : Scripta Mater. **42** (1999) 163-168
- 2) 篠田 剛, 李 錦旗, 吉沢 亮 : 軽金属, Vol. 49, No. 12 (1999) 607-612
- 3) P. B. Berbon, W. H. Bingel, R. S. Mishra, C. C. Bampton and M. W. Mahoney : Scripta Mater. **44** (2001) 61-66
- 4) Z. Y. Ma, R. S. Mishra and M. W. Mahoney : Acta Mater. **50** (2002) 4419-4430
- 5) R. S. Mishra, Z. Y. Ma and I. Charit : Mater. Sci. Eng. A **341** (2003) 307-310
- 6) Y. J. Kwon, I. Shigematsu and N. Saito : J. Jpn. Inst. Met. **67** (2003) 547-554

- 7) Z. Y. Ma, R. S. Mishra and M. W. Mahoney : Scripta Mater. **50** (2004) 931-935
- 8) S. R. Sharma, Z. Y. Ma and R. S. Mishra : Scripta Mater. **51** (2004) 237-241
- 9) M. L. Santella, T. Engstrom, D. Storjohann and T. -Y. Pan : Scripta Mater. **53** (2005) 201-206
- 10) I. Charit and R. S. Mishra : Acta Mater. **53** (2005) 4211-4223
- 11) R. S. Mishra and Z. Y. Ma : Mater. Sci. Eng. R **50** (2005) 1-78
- 12) J. Q. Su, T. W. Nelson and C. J. Sterling : Mater. Sci. Eng. A **405** (2005) 277-286
- 13) H. J. Liu, H. Fujii and K. Nogi : Mater. Sci. Tech. **20** (2004) 399-402
- 14) W. M. Thomas : International Patent Appl. No. PCT/GB92/02203 and GB Patent Appl. No. 9125978. 8 (1991) U. S. Patent No. 5,460,317
- 15) 岩堀弘昭, 戸沢勝利, 山本善章, 中村元志 : 軽金属, Vol. 34, No. 7 (1984) 389-394
- 16) 岩堀弘昭, 戸沢勝利, 浅野高司, 山本善章, 中村元志, 橋本正興, 上西始郎 : 軽金属, Vol. 34, No. 9 (1984) 525-530
- 17) 駒崎 徹, 丸山善則, 西 直美 : 鋳物 Vol. 67, No. 4 (1995) 258-264
- 18) 金沢憲一, 岡安光博 : 日本機械学会論文集 Vol. 64 (1998) 1878-1963
- 19) Y. G. Kim, H. Fujii, T. Tsumura, T. Komazaki and K. Nakata : Mater. Sci. Eng. A **415** (2006) 250-254
- 20) H. Fujii, Y. G. Kim, T. Tsumura, T. Komazaki and K. Nakata : Mater. Trans. **47** (2006) 224-232
- 21) 堀田昇次, 猿木勝司, 浅野高司, 中村元志 : 軽金属, Vol. 39, No. 3 (1989) 203-209
- 22) K. Nakata, Y. G. Kim, H. Fujii, T. Tsumura and T. Komazaki : submitted to Mater. Sci. Eng. A (2006)