

メカニカルアロイング法による析出硬化型アルミニウム合金の時効硬化特性

日大生産工(院) ○永野 祐太郎

日大生産工 菅又 信, 金子 純一, 久保田正広

1. 緒言

高速輸送機関や宇宙航空機関などに使われている 2000 系, 7000 系の Al 合金は, 析出硬化型の合金である. その中で Al-Cu 系 2219 合金の引張強さは常温で 400MPa, Al-Cu-Mg 系 2024 合金は 475MPa, Al-Zn-Mg 系 7N01 合金は 430MPa であり, いずれも高強度 Al 合金として知られ本研究の供試材とした.

析出硬化に分散強化を加算して, Al 合金の強度を高めることができるメカニカルアロイング法(以下 MA 法)がある. MA 法の特徴は, 固相状態のまま金属粉末同士を機械的エネルギーによって混合させるため, 合金組成範囲の制約がなく, 自由に成分を組合せることができる. また超微細組織ばかりでなく, 非平衡相, 準安定相を含む材料の作製が可能である. しかし, Mg を含む Al 合金に MA 法を適用すると助剤であるメタノールや大気中から材料内に酸素が取り込まれ, 酸化傾向の大きい溶質 Mg が優先的に酸化されることが知られている¹⁾. したがって, 時効硬化に寄与する溶質 Mg が減少するため MA 処理材で時効硬化能が減少すると考えられる.

本研究では, 2219, 2024, 7N01 合金の 3 種類の合金粉末に MA 法を適用し, 得られた粉末およびその固化成形した P/M 材の機械的特性を調べ, 特に時効硬化能低下の微視的機構を明らかにするとともに, その低下を抑止する方策を導き出すことを目的とした.

2. 実験方法

2.1 試料の配合組成

Table 1 に本研究で使用する 3 種類の合金の組成分析値を示す. 2219, 7N01 合金は均質化熱処理した鋳造材, 2024 合金は市販の圧延板材を出発材として使用した.

Table 1 Alloy and composition.

Aluminum alloy	Composition(mass%)
2219	Al-6.27Cu-0.31Mn
2024	Al-4.4Cu-1.6Mg-0.63Mn
7N01	Al-4.42Zn-1.4Mg

2.2 MA 処理および P/M 材の作製

2024, 2219, 7N01 合金をフライス盤で切削粉とした. 切削粉を MA 処理して P/M 材とする一連の材料作製工程図を Fig.1 に示す. MA 装置として乾式アトライター型ボールミルを用いた. Fig.2 にボールミルの概略図を示す. 容量 5000ml のタンク内に鋼球を 17.5kg および切削粉 1 チャージ分(700g)を装入した. なお, 酸化防止のため一定流量の Ar ガスを流しタンク内を Ar ガスで満たした. タンク外部を水冷し, インペラー回転数 120rpm で 8h および 30hMA 処理した. 焼付き防止のためのミリング助剤としてメタノール(CH₃OH)を 1 チャージ当たり 50cc 注入した. MA 終了後, 十分放置冷却し, Ar ガス雰囲気中で MA 粉末を取り出し, Fig.3 に示す Al 円筒缶に充填した後, 得られた MA 粉末を金型に入れ 45ton の

Age hardening behavior of precipitation hardening aluminum alloys prepared by mechanical alloying

Yuutarou NAGANO, Makoto SUGAMATA, Junichi KANEKO and Masahiro KUBOTA

負荷を 60s 保持する冷間プレスで圧粉体とした。粉末表面の吸着ガスや吸着水分を除去するため、真空中で 623K×1h で加熱し脱ガス処理した。その後 673K で 30min の予備加熱した圧粉体を温度 673K, ラム速度 5mm/min, 押し出し比 25 で熱間押し出して、直径 7mm の P/M 材を作製した。

2.3 硬さ試験

30h までMA処理した時の粉末の硬さ変化を調べるため、MA時間0, 1, 2, 3, 5, 8, 12, 20, 30h 経過後の粉末を採取し、フェノール樹脂に埋込み、研磨用アルミナ粒子(0.05 μm~0.3 μm)を用いバフ仕上げをした面を測定面として、マイクロビッカース硬度計を用いて粉末の硬さ変化を測定した。測定条件は荷重10gf, 荷重保持時間20sである。また、測定点は任意に15ポイントとして、その平均値を硬さ測定値とした。

さらに、押し出したままのP/M材を樹脂に埋込み、バフ仕上げまで研磨した縦断面を測定面とした。測定条件は荷重1kgf, 荷重保持時間20sである。ビッカース硬度計による測定点は任意に15ポイントとして、その平均値を硬さ測定値とした。

2.4 P/M材の時効硬化特性

Table 2に各合金の溶体化処理温度と焼きもどし温度を示す。P/M材は空気炉を用いてそれぞれの合金の温度で 1 h 溶体化処理後、水焼き入れし、オイルバス中で等温時効させた。この際に使用したP/M材は溶体化処理から過時効状態まで同一の材料を用い、時効時間は、1, 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128, 256hとした。測定条件はP/M材と同様とし、測定点は任意に3ポイント取り、その平均値を硬さ測定値とした。

Table 2 Heat treatment temperatures.

Designation	Solution Temp (K)	Ageing Temp (K)
2219	808	463
2024	768	463
7N01	723	393

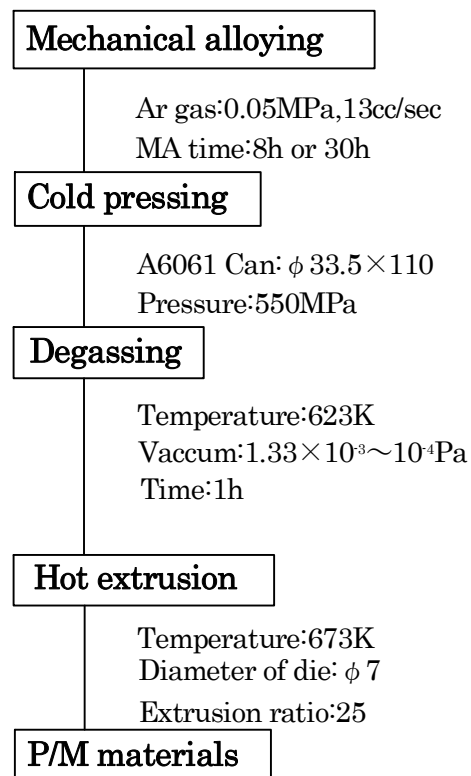


Fig.1 Process chart for P/M materials.

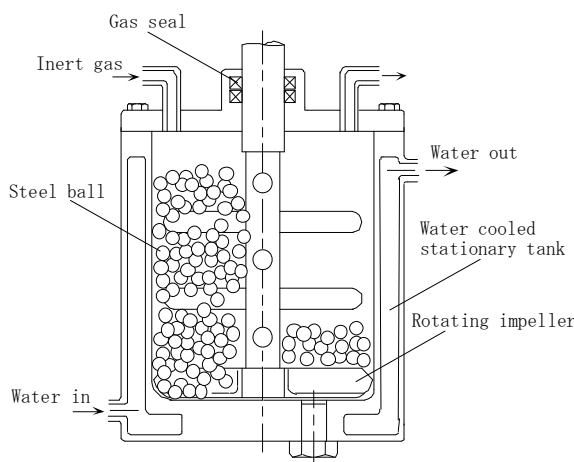


Fig.2 Schematic illustration of attritor type ball mill.

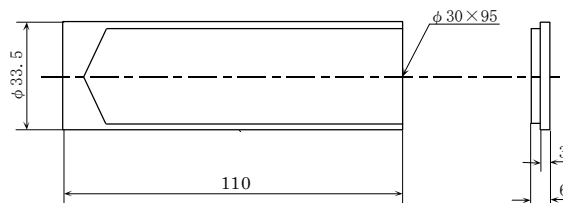


Fig.3 Aluminum alloy can for cold-pressing.

3. 実験結果および考察

3.1 硬さ試験

Fig.5に2219合金, Fig.6に2024合金, Fig.7に7N01合金のMA処理時間による粉末硬さの変化を示す. 2024, 7N01合金はMA処理時間の経過とともに硬さが増加し, 30hにおいて2024合金で最高硬さの212HVを示した. これはMA処理中に粉末が鋼球の面で繰り返し押しつぶされて加工硬化することと, 生成される化合物の分散により硬化したと考えられる. しかし, 2219合金は処理時間5hまでは硬さが増加するが5hから10hにかけて硬さの低下が見られ, 20h, 30hは, ほぼ同程度の硬さを示した. この硬さ低下の原因としては, MA開始時点の切削粉ですでに加工硬化した状態にあるため, ある時点で加工硬化を上回る回復軟化が起こるためと考えられる. また, 回復軟化が上回る時点が各合金で異なるためこのような結果が得られたと思われる.

Fig.8にMA処理時間8hおよび30hの粉末からの押し出したままのP/M材の硬さを示す. 2219, 2024合金では, MA処理時間が長くなると硬さが増加しているが, 7N01合金ではほぼ同じ硬さとなった. これによりMA処理を長くすることにより硬いP/M材が得られる傾向にあることが示された. その中でも2024合金の30hで最高硬さ149HVを示した.

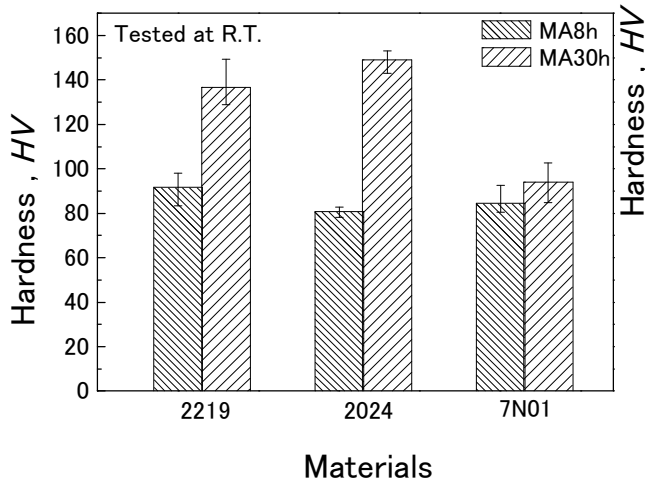


Fig.8 Hardness of as-extruded P/M materials by mechanically alloying.

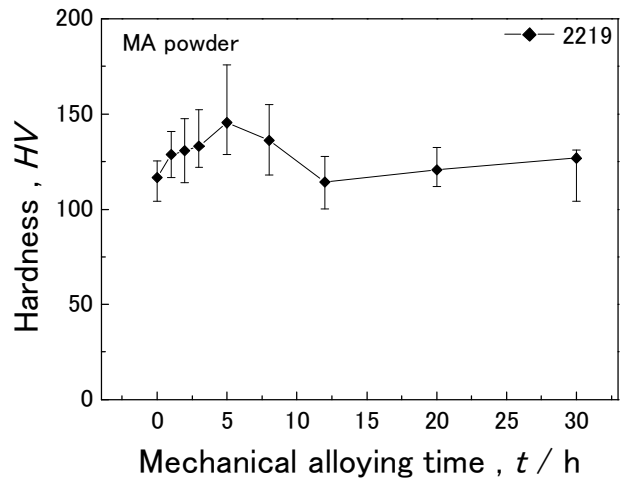


Fig.5 Hardness of MA powder of 2219 alloy.

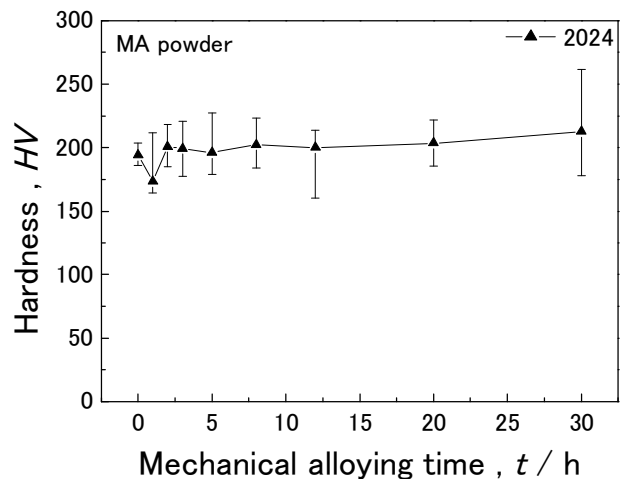


Fig.6 Hardness of MA powder of 2024 alloy.

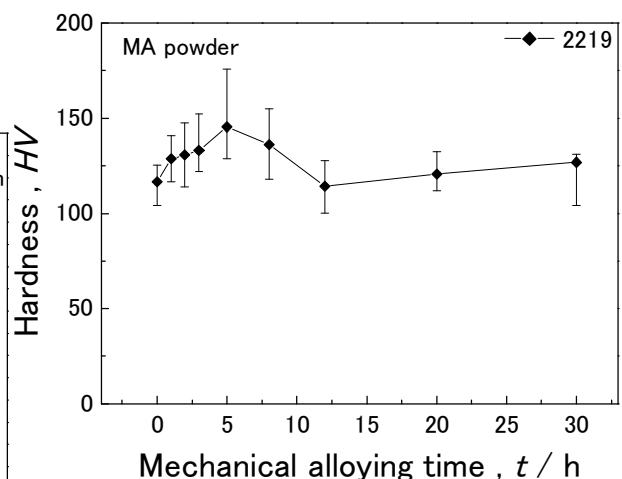


Fig.7 Hardness of MA powder of 7N01 alloy.

3.2 時効硬化曲線

Fig.9 に 2219 合金, Fig.10 に 2024 合金, Fig.11 に 7N01 合金の時効硬化曲線を示す. 図中には押し出しまま材の硬さも合わせて示した. 押し出しまま材は溶体化水焼入れによって, 硬さの低下を示した. これは, MA 処理による加工硬化が溶体化加熱によって回復したことで, 化合物粒子が粗大化したためと考えられる.

時効硬化曲線において, 水焼入れ時の硬さと最高硬さとの差を時効硬化量とすると, 2219 合金では MA8h の時効硬化量が 44HV であるのに対して, MA30h で 32HV と減少している. 2024 合金でも, MA8h が 24HV であるのに対して, MA30h で 7HV と減少している. 7N01 合金においても, MA8h が 8HV であるのに対して MA30h で 4HV となっている. したがって, 全ての合金において P/M 材の時効硬化量は MA 処理時間が長くなると低下するが, その低下量は Mg を含む 2024, 7N01 合金に比べて 2219 合金は少ない. MA 処理によって, メタノールや大気中から材料中に酸素が取り込まれ, 溶質 Mg が優先的に酸化されるため, 時効硬化に寄与する溶質 Mg 量の減少が MA 処理材での時効硬化能の低下をもたらしたと考えられる.

4. 結言

- 1) すべての合金の押し出したままの P/M 材は MA 処理時間が長くなるにつれて高い硬さを示した.
- 2) 溶質に Mg を含む Al 合金の時効硬化能は MA 処理によって低下した.

5. 参考文献

- 1) 金得圭: 博士学位論文, 日本大学, (1994), 93

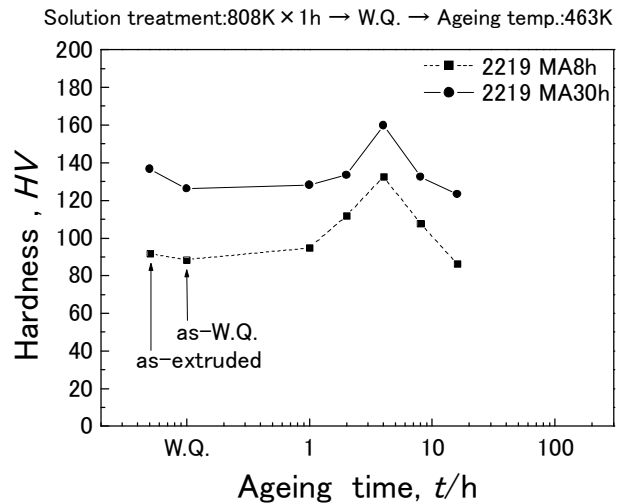


Fig.9 Age hardening curves of P/M 2219 alloy at 463K.

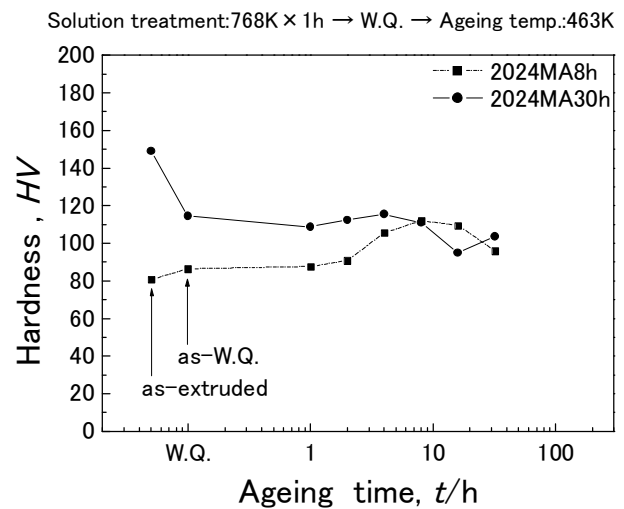


Fig.10 Age hardening curves of P/M 2024 alloy at 463K.

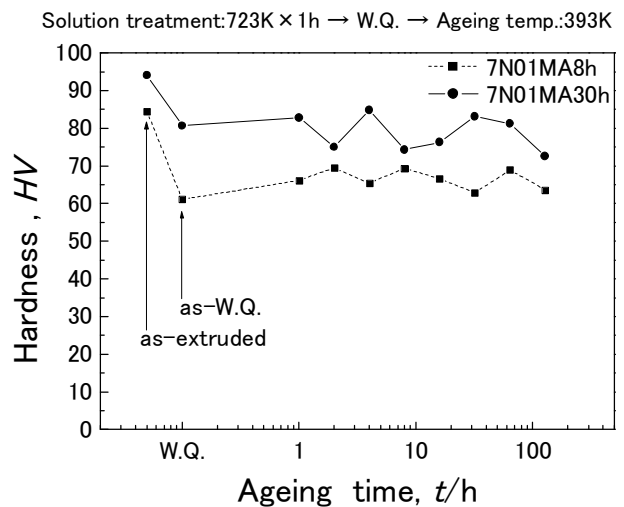


Fig.11 Age hardening curves of P/M 7N01 alloy at 393K.