

急凝固 Al-Mn-Mg 系合金 P/M 材の高温強度に及ぼす合金組成の影響

日大生産工(院) 久保田 陽亮

日大生産工 菅又 信, 久保田 正広

1. 緒言

Al に対する遷移金属の平衡固溶限は一般的に低いが, Al-遷移金属合金を急凝固すると, 晶出する遷移金属化合物は微細となり, また強制固溶体を生成する. 急凝固 P/M 材では, 固溶体からの化合物の析出が加わり, 微細な遷移金属化合物の分散による強化が発揮される. さらに Mg を添加した Al 合金では, Mg による固溶強化を加えることができる. しかし, 急凝固法による Al-遷移金属-Mg 系合金において, 473K 付近を境に, それ以上の温度では Mg 添加による強度低下が起きた^{1),2)}. このような合金で Mg 添加が高温強度低下を招くことは興味深い現象であるが, これが急凝固 P/M 材に特有な現象であるかどうかを明らかにし, さらに細かく合金組成を変化させた合金について調べる必要がある. そこで, 本研究では Al-Mn-Mg 三元系合金を研究対象の合金系とした. Al-Mn 系合金では二元系化合物, Al₆Mn が生成するので, Mn 量を 2, 4, 6mass% と変化させ, Mg 量を 0, 1, 3mass% 添加した Al-Mn 系合金と Al-Mn-Mg 系合金を合計 9 種類溶製した. 鑄塊から I/M 材, 急凝固フレークから P/M 材を作製して, 両材料の高温強度に対する Mg 添加の影響を比較した.

2. 試験材の作製方法

2.1 合金組成と溶製

Table1 に本研究で用いた合金の目標組成および分析値, P/M 材の密度を示す. 合金の溶製には純 Al, 純 Mg, Al-10%Mn 母合金を用いて所定の組成に配合し, アルミナ坩堝を使用して大気中で溶解して, 十分な攪拌と保持をして金型に鑄込んだ. 鑄造温度は液相

Table1 Nominal composition, analyzed composition and density of test alloys.

Nominal Composition (mass%)	Analyzed Composition (mass%)	Density (Mg/m ³)
Al-2Mn	Al-2.02Mn	2.72
Al-2Mn-1Mg	Al-2.04Mn-0.97Mg	2.71
Al-2Mn-3Mg	Al-2.09Mn-3.24Mg	2.69
Al-4Mn	Al-3.72Mn	2.76
Al-4Mn-1Mg	Al-3.88Mn-0.98Mg	2.75
Al-4Mn-3Mg	Al-4.00Mn-3.24Mg	2.73
Al-6Mn	Al-5.69Mn	2.81
Al-6Mn-1Mg	Al-5.84Mn-0.96Mg	2.80
Al-6Mn-3Mg	Al-5.71Mn-2.82Mg	2.78

線温度 + 100K とし, まず純 Al を溶解してから Al-10%Mn 母合金を添加し, 完全に溶解したことを確認してから純 Mg を 5% の溶損を見込んで添加した.

2.2 急凝固フレーク(RS-flake)の作製

本研究では, Fig.1 に示す噴霧ロール装置を用いて急凝固フレークを作製した. 1 チャージあたり 250g 程度の合金鑄塊を黒鉛坩堝中で高周波加熱により溶解した後, 坩堝内を Ar により加圧し, 坩堝下部に取り付けられた黒鉛ノズル(穴径 0.8mm)から溶湯を流出させた. この溶湯流を Ar ガスアトマイズして液滴とし, 回転する水冷銅製ドラムに衝突させて急凝固フレークを作製した. フレークの凝固冷却速度は 10⁵K/s 程度である.

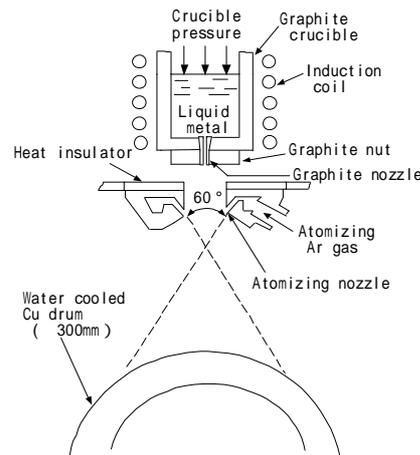


Fig.1 Schematic illustration of the rapid solidification apparatus.

2.3 I/M 材および P/M 材の作製

Fig.2 に P/M 材の作製工程を示す. 作製した急凝固フレークを金型内に装入し, 冷間プレスにより圧粉体を予備成形した. 真空度 $1.33 \times 10^{-3} \sim 10^{-4}$ Pa, 加熱温度 623K で 7.2ks 保持して脱ガス処理をした圧粉体を 673K の空気炉内で 1.8ks 予備加熱した後, 押出比 25:1, 押出温度 673K の熱間押し条件で 7mm の P/M 材を作製した.

I/M 材は, 金型に鑄込んだ合金鑄塊を 723K で 24hr 均質化熱処理した後, P/M 材と同様の条件で熱間押し材とした.

Effect of alloy composition on high temperature strength of rapidly solidified Al-Mn-Mg alloys

Yousuke KUBOTA, Makoto SUGAMATA and Masahiro KUBOTA

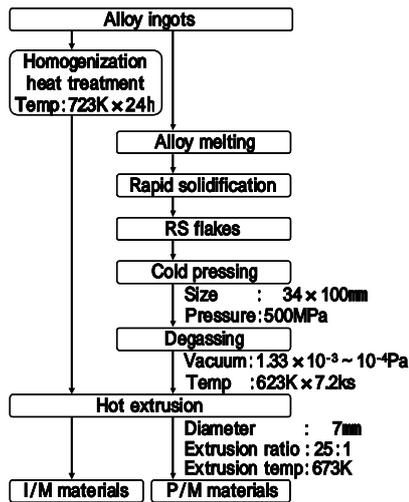


Fig.2 Process chart for I/M and P/M materials.

3. 材料評価方法

3.1 光学顕微鏡組織観察

急冷凝固したままのフレークと押し出したままの I/M 材および P/M 材, 573K, 673K, 773K で 7.2ks 等時加熱した I/M 材および P/M 材の光学顕微鏡組織を観察した。急冷凝固フレークはドラム衝突面, I/M 材および P/M 材は押し出し方向に対して垂直な面を観察した。フェノール樹脂に埋め込み, バフ研磨した試料を腐食の後に観察した。腐食溶液にはケラー氏溶液 (HNO₃:2.5%, HCl:1.5%, HF:1.0%, H₂O:95.0%) を使用した。

3.2 X線回折

急冷凝固したままのフレークと押し出したままの I/M 材および P/M 材, 773K で 7.2ks 等時加熱した I/M 材および P/M 材の構成相を X線回折により同定した。急冷凝固フレークは冷間プレスして圧粉体とし, エメリー紙 (~#2000) で研磨した面を回折面とした。I/M 材および P/M 材は 20 mm x 7 mm x 2 mm のサイズに切削し, エメリー紙 (~#2000) で研磨した面を回折面とした。X線強度が 40kV, 60mA の Cu K α 線を用いて, 回折速度 1.66×10^{-2} deg/s とし, 回折角 $2\theta = 20^\circ \sim 80^\circ$ の範囲で X線回折パターンを測定した。

3.3 硬さ試験

急冷凝固フレークは, 各合金系において任意に選出したフレーク 10 枚について測定した。ドラム衝突面が測定面になるように, フェノール樹脂に埋め込み, エメリー紙 (~#2000) で研磨した面をマイクロピッカース硬度計 (荷重 98mN, 保持時間 20s) を用いて測定した。急冷凝固フレークでは 1 枚につき 5 ポイント測定し, 最高値と最低値を除いた 3 ポイントを有効値とした。同様に 10 枚測定し, 計 30 ポイントの平均値を測定値とした。

I/M 材および P/M 材は, 押し出さず 573K, 673K, 773K で 7.2ks 等時加熱した試料をピッカース硬度計 (荷重 9.8N, 保持時間 20s) を用いて測定した。P/M 材では各条件とも 12 ポイントを測定し, 最高値と最低値を除いた 10 ポイントの平均値を測定値とした。

3.4 引張試験

I/M 材および P/M 材の引張試験温度は室温, 473K, 573K, 673K とした。1 条件につき 3 本の試験片の平均値により, 引張強さ, 0.2%耐力, 伸びを測定した。高温試験では, 試験片が所定の温度に達した後, 300s 保持してから試験を開始した。いずれの温度においても, 引張速度は 3mm/min (初期ひずみ速度: 1.7×10^{-3} s⁻¹) とした。また, P/M 材においては, 773K で 18ks 焼なました材料について, 試験温度 573K で引張速度を 0.3, 3, 30mm/min と 3 段階に変化させ, 引張速度の違いによる引張強さの変化を測定した。

4. 実験結果および考察

4.1 光学顕微鏡組織

Fig.3 に一例として Al-6Mn-3Mg 合金の (a) 押し出したままの I/M 材, (b) 押し出したままの P/M 材の光学顕微鏡組織を示す。(a) 押し出したままの I/M 材では粗大な晶出物が見られるが, (b) 押し出したままの P/M 材では 1 μ m 以下の晶出物が微細均一に分布している。この分散粒子は, 主としてフレークでセル壁を構成していた晶出物が分断したものである。I/M 材では Mn 添加量が多い合金ほど粗大な晶出物が見られ, また P/M 材では Mn 添加量が多い合金ほど微細な晶出物が多く分散していた。

4.2 X線回折

Fig.4 に一例として Al-6Mn-3Mg 合金の (a) 急冷凝固したままのフレーク, (b) 押し出したままの P/M 材, (c) 押し出したままの I/M 材の X線回折パターンを示す。急冷凝固したままのフレークでは化合物として Al₆Mn が同定されたが, 回折ピークは非常に弱かった。また押し出したままの I/M および P/M 材でも, 化合物として Al₆Mn が同定された。また, いずれの材料においても Mg を含む化合物の回折ピークは見られないことから, Mg は Al 中に全て固溶していることが X線的に確認された。

4.3 引張試験

Fig.5 に押し出したままの I/M 材および P/M 材について, 室温における引張強さを示す。I/M 材では, Mg 添加量の増加により固溶強化が働き, 強度向上が見られるが, Mn 添加量が増加すると強度低下した。この原因として, I/M 材では Mn 添加量が多い合金ほど粗

大な晶出物が多く分散しており,その晶出物が起点となつて脆性的な破壊が起きたためだと考えられる. P/M材では,MnおよびMg添加量の増加より強度向上が見られ,Al-6Mn-3Mg合金で479MPaの最高値を示した.P/M材ではI/M材とは異なり,Mn添加量が多い合金ほど微細な晶出物が多く分散しており,分散強化が働いたと考えられる.

Fig.6とFig.7に一例としてAl-XMn-3Mg系合金およびAl-6Mn-XMg系合金のI/M材とP/M材について,MnおよびMg添加量の変化に対する引張強さを試験温度別に示す.

Fig.6に示すMg添加量を3mass%と一定とし,Mn添加量を変化させたI/M材では,室温での結果と同様,高温での試験でもMn添加量の増加に伴い引張強さは低下した.また,Mn添加量を6mass%と一定とし,Mg添加量を変化させたI/M材でも室温での引張強さと同様,高温での試験でもMg添加量の増加に伴い引張強さは増加した.このようにI/M材ではどちらのグラフにおいても,引張強さは室温での結果と同じ傾向となった.

Fig.7に示すMg添加量を3mass%と一定とし,Mn添加量を変化させたP/M材では,473KまではMn添加量の増加に伴い引張強さも増加したが,573K以上の条件では,引張強さの低下が見られた.Mn添加量を6mass%と一定とし,Mg添加量を変化させたI/M材では,473KまではMn添加量の増加に伴い引張強さも増加したが,573K以上の温度では,1mass%Mg添加で最高値となり,3mass%Mg添加では引張強さは低下した.このようにP/M材では,573K以上の試験温度でMnおよびMg添加量の増加に伴う強度低下が見られた.

Fig.8に一例として,Al-XMn-3Mg系合金およびAl-6Mn-XMg系合金のP/M材と773Kで18ks焼なましたP/M材について,試験温度573Kでの結果を示す.Fig.7でも示したように押出したままのP/M材ではMnおよびMg添加量の増加により強度低下が見られるが,焼なましたP/M材ではMnおよびMg添加量の増加に伴い引張強さは増加し,Al-6Mn-3Mgでは押出したままのP/M材に比べ高い強度を示した.

Fig.9に一例として,Al-XMn-3Mg系合金およびAl-6Mn-XMg系合金のP/M材を773Kで18ks焼なました材料について,試験温度573Kで引張速度を0.3mm/min,3mm/min,30mm/minと3段階に変化させた条件での引張強さを示す.Al-XMn-3Mg系合金およびAl-6Mn-XMg系合金のどちらのグラフでもひずみ速度依存性が見られ,引張速度が速いほど

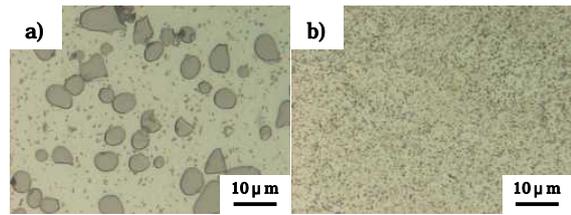


Fig.3 Optical micrographs of I/M and P/M materials of Al-6Mn-3Mg alloy.
a) As extruded I/M materials.
b) As extruded P/M materials.

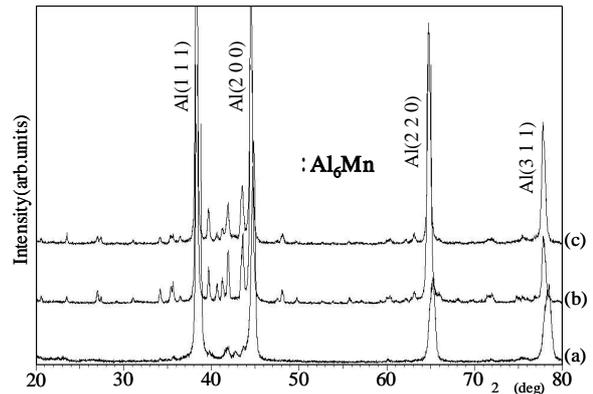


Fig.4 X-ray diffraction patterns of Al-6Mn-3Mg alloy.
a) as-RS-flake
b) as-extruded P/M material
c) as-extruded I/M material

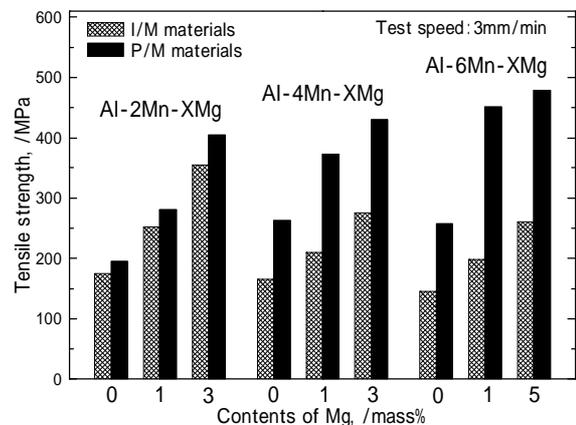


Fig.5 Tensile strength of as-extruded I/M and P/M materials at room temperature.

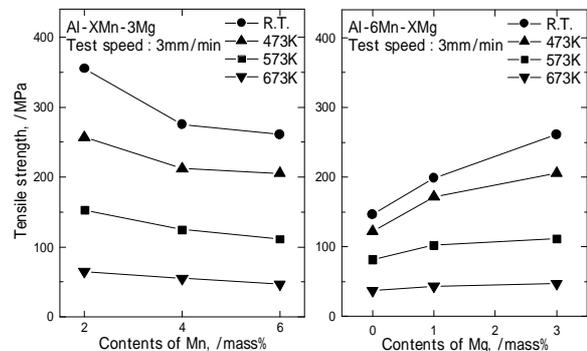


Fig.6 Tensile strength of as extruded I/M materials of Al-XMn-3Mg and Al-6Mn-XMg alloy at various temperatures.

高い強度を示した。また、Al-XMn-3Mg 系合金では、引張速度の違いによる引張強さの傾向の違いはほとんど見られなかったが、Al-6Mn-XMg 系合金では、0.3mm/min に比べ 3mm/min、30mm/min の高速引張で Mg 添加量の増加による引張強さの増加傾向は大きくなった。一般的に、固溶強化型合金の高温域での変形応力は、溶質原子の引きずり効果によってひずみ速度による影響が大きく現れることから、これは転位による Mg 原子（溶質原子）の引きずり効果によって、ひずみ速度の影響が現れたものと考えられる。このことから 773K で 18ks 焼なました P/M 材では、高温下においても Mg の固溶強化が認められた。

5. 結言

- 1) I/M 材、P/M 材ともに化合物として Al_6Mn が同定された。どちらの材料においても Mg を含む化合物の回折ピークは見られないことから、Mg は Al 中に全て固溶していることが X 線的に確認された。
- 2) 室温における押し出したままの P/M 材の引張強さは、Mn および Mg 添加量の増加に伴って増加し、Mn 化合物粒子による分散強化と、Mg の固溶強化が加算的に作用した。
- 3) 押し出したままの P/M 材では、Mg 添加量の増加による固溶強化が失われ、高温強度の低下が見られたが、I/M 材および 773K で 18ks 焼なました P/M 材では、このような現象は見られず、高温下でも Mg 添加による固溶強化が認められた。また、Al-6Mn-3Mg 合金では、焼なました P/M 材が押し出したままの P/M 材に比べ高い強度を示した。
- 4) 773K で 18ks 焼なました P/M 材を、試験温度 573K、引張速度を 0.3mm/min、3mm/min、30mm/min と 3 段階に変化させ、引張強さを測定したところ、Al-6Mn-XMg 系合金では、引張速度 0.3mm/min に比べ 3mm/min、30mm/min の高速引張で Mg 添加量の増加に伴う引張強さの増加量が大きかった。これは転位による Mg 原子（溶質原子）の引きずり効果によって、ひずみ速度の影響が現れたものと考えられ、このことから 773K で 18ks 焼なました P/M 材では、高温下でも Mg の固溶強化が認められた。
- 5) 以上の結果から、Mg を添加することにより高温強度が低下する原因には、分散粒子の状態が影響していると考えられる。

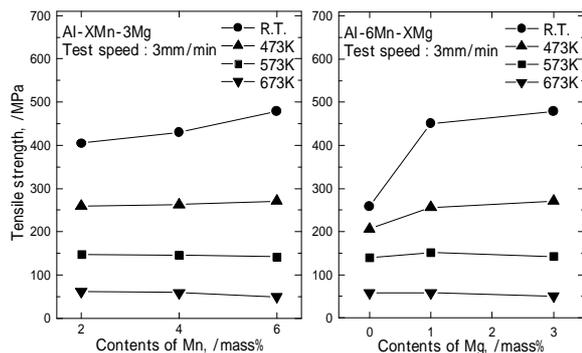


Fig.7 Tensile strength of as extruded P/M materials of Al-XMn-3Mg and Al-6Mn-XMg alloy at various temperatures.

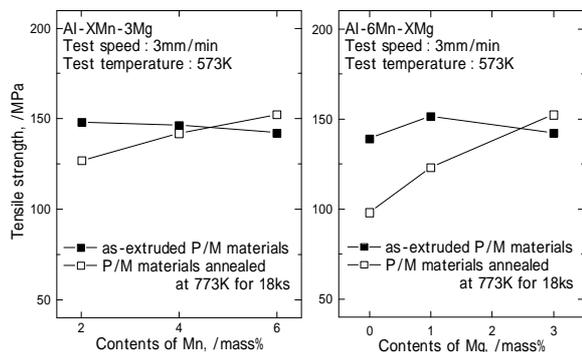


Fig.8 Tensile strength of as extruded and annealed P/M materials of Al-XMn-3Mg and Al-6Mn-XMg alloy at 573K.

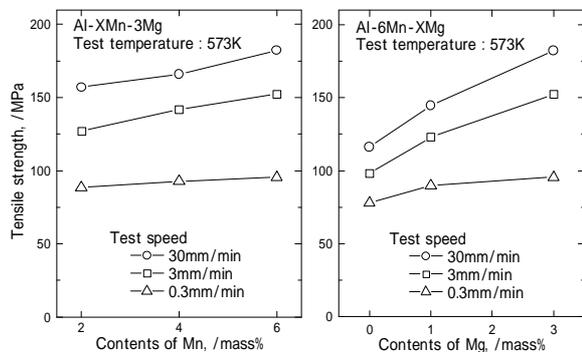


Fig.9 Tensile strength of annealed P/M materials of Al-XMn-3Mg and Al-6Mn-XMg alloy for different speed at 573K.

参考文献

- 1) 藤井秀紀，菅又信，金子純一，久保田正広：軽金属，50（2000），330-334
- 2) 富岡昭夫，久保田陽亮，金子純一，菅又信，久保田正広：軽金属学会第 111 回大会概要（2006），185-186