急冷凝固法で作製した Al-Mg 系合金の特性

日大生産工(学部)　○江川　大基
日大生産工　　久保田　正広

1.　緒言

従来の溶解鋳造法（Ingot Metallurgy:I/M）で合金を作製する場合，凝固冷却速度が約 0.1K/s と非常に遅く，そのため結晶粒や晶出物の十分な組織制御が困難である．また，添加元素や添加量は平衡状態図に大きく依存する．このため，一般的な溶解鋳造法では大幅な機械的特性の向上は期待できない. 1980 年代には急冷凝固粉末を用いた新しいアルミニウム合金の研究開発が注目を集め，現在までに多くの研究が行われてきている．急冷凝固法とは凝固冷却速度が 10^4～10^6K/s[1] と従来の溶解鋳造法に比べ非常に早く，この効果により結晶組織の微細化や固溶限の拡大が起き，優れた機械的性質を示す材料の作製が可能となる．これまでの研究では，Al に Mg を添加し，急冷凝固すると固溶限の拡大による固溶強化によって常温では優れた機械的特性が確認されている [2]．また， Al に Si を添加し急冷凝固した場合，高温時における機械的性質向上，耐磨耗性の向上，軽量化が確認されている [3]．本研究ではこれらの研究結果を背景とし，Al-Mg-Si 三元系合金を研究対象とした．急冷凝固による固溶限の拡大を予測し Mg の添加量は 10mass%一定とし，Si 添加量は 1，5，10mass%と変化させ Si 添加の効果を調べた．この際，機械的性質に対する溶解鋳造法と急冷凝固法の影響を明確にするために Al-Mg-Si 系合金を溶製し得られた鋳塊から作製した I/M 材，急冷凝固フレークから作製した粉末冶金（Powder Metallurgy:P/M）材を比較した．

2.　実験方法

Table 1 Nominal and analyzed compositions and density of test alloys.

Nominal Composition (mass%)	Analyzed Composition (mass%)	Density (g/cm^3)
Al-10Mg-1Si	Al-10.5Mg-1.04Si	2.53
Al-10Mg-5Si	Al-10.2Mg-5.10Si	2.54
Al-10Mg-10Si	Al-10.1Mg-10.1Si	2.49

2.1　合金組成と溶製

Table 1 に本研究で用いた合金の目標組成及び化学組成分析値，P/M 材の密度を示す．作製した合金鋳塊の化学組成分析値は，ほぼ目標組成を示している. 密度は 1Si から 10Si を添加した合金にかけて低い値になるはずだが，実験値では 5Si が最も高い値を示した．合金の溶製には 99.99%純 Al，99.9%純 Mg，99.99%純 Si を用いて Table 1 に示した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た．まず純 Al を溶解してから純 Si を添加し，完全に溶け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．十分な攪拌と保持を行った後，φ50×250 の金型に鋳込み合金鋳塊を作製した．このときの，鋳造温度は 1123K 一定とした．

2.2　急冷凝固装置

Fig.1 に急冷凝固装置の概略図 [1] を示す．本研究ではガスアトマイズ法と単ロール法を組み合わせた噴霧ロール急冷凝固装置を用いて急冷凝固フレークを作製した．1 チャージ当たり 350g 程度の合金鋳塊を黒鉛坩堝中で高周波誘導加熱により再溶解した後，坩堝内を Ar ガス

Properties of Al-Mg alloys produced by rapid solidification.

Hiroki EGAWA and Masahiro KUBOTA

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φ0.6）から溶湯を流出させた．この溶湯流を Ar ガスによりガスアトマイズして溶湯を微細な液滴にした後,回転する水冷式 Cu 製ドラムにたたきつけ急冷凝固フレークを作製した．

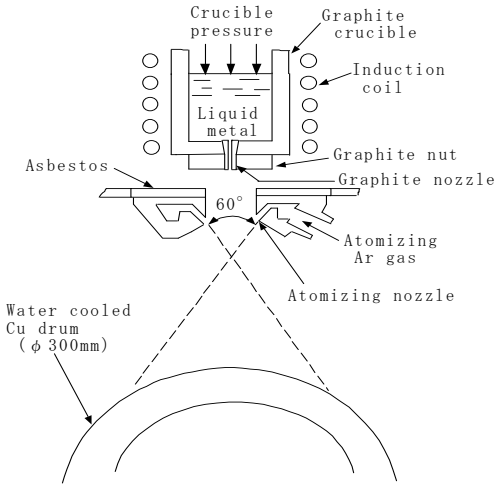

Fig.1 Schematic illustration of the rapid solidification apparatus.

2.3　I/M 材，P/M 材の作製方法

Fig.2 に I/M 材及び P/M 材の作製工程を示す．P/M 材では 2.1　2.2 の工程を経て作製した急冷凝固フレークを金型内に装入し，冷間プレスにより圧紛体を作製した．真空度 1.33×10^{-3}～10^{-4} Pa，加熱温度 623K で 7.2ks 保持して脱ガス処理をした．その圧紛体を 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 条件でφ7 の P/M 材を作製した．

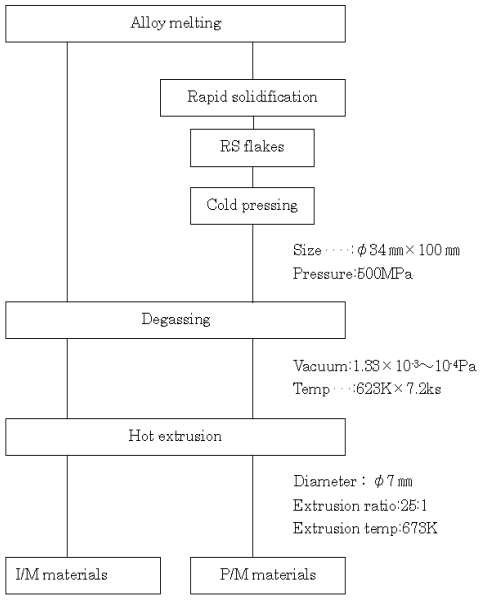

Fig.2 Process chart for I/M and P/M materials.

I/M 材は，2.1 の工程で作製した合金鋳塊を P/M 材と同様の条件で脱ガス処理を行った後，P/M 材と同様の条件で熱間押出しを行った．

2.4　X 線回折

急冷凝固したままのフレークを冷間プレスで圧紛体とし，エメリー紙（～＃2000）で研磨し，この面を回折面とした．X 線強度が 40 kV, 60mA の CuKα線を用いて，回折速度 1.66×10^{-2}deg/s とし，回折角 2θ＝20°～80° の範囲で測定した．

Al 中の Mg の固溶量を推定するために同様の X 線回折装置を用いてα-Al（311）ピークの回折角を精密に測定するために，回折速度 6.25×10^{-2}deg/min で回折角 2θ＝77°～79° の範囲とし測定した．

2.5　硬さ試験

急冷凝固フレークの硬さは，各合金系において任意に選出したフレーク 5 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ビッカース硬度計（荷重 10gf，保持時間 10 s）を用いて測定した．急冷凝固フレークは 1 枚に付き 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．焼なましによる硬さ特性を調べるため，373K，473K，673K で 7.2ks 保持した後，空冷し，同様の条件で測定した．

2.6　引張試験

試験片形状は全長 80，平行部の長さ 30，平行部の直径φ4，肩部の半径 8，つかみ部の径φ6 に機械加工した．I/M 材及び 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 300 s 保持してから試験を開始した．引張速度は，3mm/min とした．

2.7　密度試験

I/M 材および P/M 材を φ6 に切削した後，アセトンで洗浄し，精密天秤を使用して乾燥重量と水中重量を測定し，測定した重量を次式に代入し，密度を算出した．

$$\text{P/M材の密度} = \frac{\text{乾燥重量}}{\text{乾燥重量—水中重量}} \times \text{水の密度}$$

3.　実験結果及び考察

3.1　X 線回折

Fig.3 に Al-10Mg 合金に 1，5，10Si を添加した合金の急冷凝固したままのフレークの 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 1，5，10Si ともに Mg_2Si が同定された．また Si 量が少ない合金では Al のピークの回折角が低角側にずれている．また，Mg からの回折ピークが認められないため Mg は Al 中に固溶したと考えられる．Si 量が増加するにつれて Mg_2Si からの回折線強度が増加していることから，一部の Mg は Mg_2Si の生成に寄与していると考えられ，Al 中の Mg の固溶量は Si の添加量の増加とともに低下したと考えられる．また，ブラッグの法則により Al 中に Mg が固溶すると Al の回折ピークが低角側にシフトすることが知られている．

Fig.4 に示した X 線回折パターンから明らかなように Si の添加量が 10Si から 1Si へ減少すると α-Al（311）の回折角は低角側にシフトしている．各合金の α-Al（311）回折角から求め

Table 2 Lattice constant of Al-Mg and solid solution of Mg into Al.

	RS-flake 1Si	RS-flake 5Si	RS-flake 10Si
Diffraction angle, 2θ(deg)	77.49	77.75	78.09
Lattice constant (10^{-10}m)	4.082	4.070	4.055
Solid solution of Mg into Al(%)	7.75	5.33	2.24

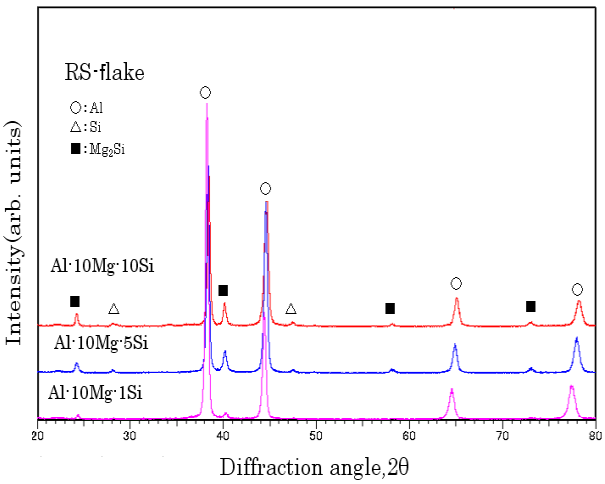

Fig.3 X-ray diffraction patterns of RS-flake.

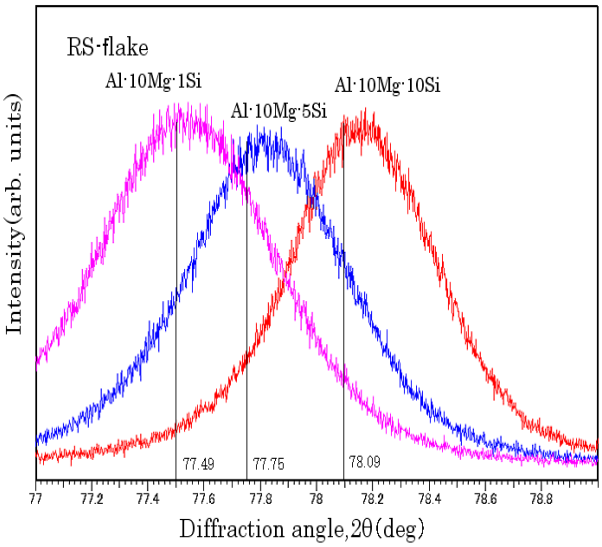

Fig.4 X-ray diffraction patterns of α-Al (311)

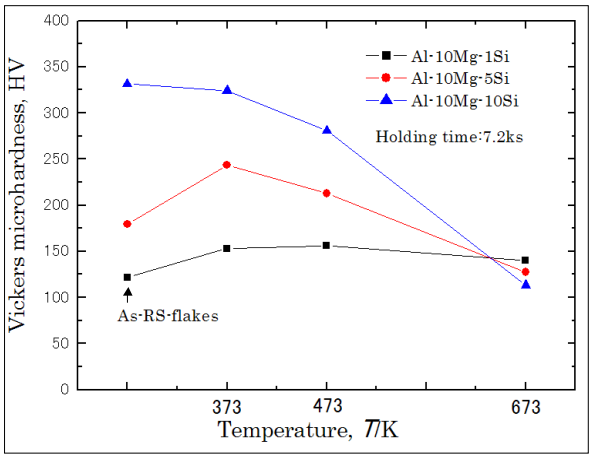

Fig.5 Vickers microhardness of RS-flake annealed at various temperatures for 7.2ks.

た格子定数を使い最接近原子間距離を求め，この最接近原子間距離を基にVegard則からAl中のMgの固溶量を算出した．Al中にSiはほとんど固溶しないことが知られているため[5]，本研究ではAl-Mg二元合金と仮定してMgの固溶量を見積もった．また，AlとMgの結晶構造は異なるため, Vegard則に基づいて単純に格子定数の変化から固溶量は求められないと考え，最接近原子間距離を基に固溶量を算出した. Table 2 に各合金の回折角度，格子定数，算出した固溶量を示す．Siの添加量を1Siから10Siに増加させることによって，Al中のMgの固溶量は減少している事が解る．

3.2　硬さ試験

Fig.5 に急冷凝固フレークの焼なましによる軟化特性を示す. 急冷凝固した状態ではSi添加量の増加とともに硬さは上昇しており，Al-10Mg-10Si合金で最も高い331HVを示した. これは，3.1 で述べたX線回折結果からも明らかなようにMgの固溶強化ではなく，Mg_2Siの微細分散化によると考えられる．

温度が373Kでは1Si, 5Siを添加したものは硬さが上昇したが，10Siを添加したものは硬さが低下した．これはAl中に固溶しているMgが焼なましにより, Mg_2Siを生成させ, 1Si, 5Si, を添加したものは硬化したが，10Siを添加したものは元々固溶しているMgがほとんどないので，新しく化合物がつくられることはなく粗大化したためと考えられる．

温度が473Kでは10Si，5Siを添加したものでは硬さの低下がみられたが，1Siを添加した合金は急冷凝固したままのフレークより高い硬さになった．

温度が673Kでは，すべての合金の硬さは低下した．1Si，5Siを添加した合金は，一度硬さが上昇するがある一定の温度を越えるとMg_2Siの微細分散化していた化合物が粗大化してしまうことにより硬さが低下したと考えられる．

4.　結言

1）急冷凝固フレークでは，1Si，5Si，10Siを添加した全ての合金に化合物としてMg_2Siが同定された，また急冷凝固したままのフレークはMgの回折ピークがみられないことから，添加した一部のMgはMg_2Siの生成に寄与しているが, その他のMgは全てAl中に固溶していると考えられる．

2）急冷凝固フレークにおいてMgとSiの添加量は固溶限をはるかに越えているが，急冷凝固によってMgの固溶限の拡大やMg_2Siの生成，微細分散化により急冷凝固フレークの硬さはSiの添加量の増加とともに高い値を示した．

3) 高温において急冷凝固フレークの硬さが低下していることから化合物の粗大化が起こっていると考えられる．

以上のことにより，P/M材の硬さはSiの添加量を増加させるとともに上昇すると予想され, また高温時の加熱により硬さは低下すると予想される．

追記

本研究は久保田研究室４年生，平田泰大君と共同で実験を行った研究成果である．

参考文献

1)　菅又信，金子純一，礒村裕臣，堀内良
軽金属 37（1987）366－374

2)　市川隼人，市川裕司
卒業論文，日本大学生産工学部,
機械工学科，(2007)

3)　山縣裕
現代の練金術　山海堂　42－48

4)　早稲田嘉夫，松原英一郎
X線構造回析　内田老鶴圃　108

5)　アルミニウムの組織と性質
軽金属学会　（1991）　231