急冷凝固 Al-Mg-Si 系合金の特性に及ぼす Mg 添加量の影響

1. 緒言

溶解鋳造法(Ingot Metallurgy: I/M)で得られる材料の 機械的特性を向上させるプロセスとして急冷凝固法 (Rapid Solidification: RS)に注目した研究が数多く行わ れている.通常の平衡凝固(10⁻¹ K/s)では,アルミニウム 中に1 at.%以上固溶できる元素は少なく,合金設計の自 由度が小さいのに対し,急冷凝固 (10⁴~10⁶ K/s)では,固 溶限の拡大¹⁰,アモルファス化¹⁰,結晶粒や晶出化合物の 微細化が達成でき,合金設計の自由度が大幅に広がるた め,これまで多くの研究が報告^{20~4)}されてきた.特に耐 熱性を向上させるために平衡固溶限や拡散係数が小さい 遷移金属を添加したアルミニウム合金は,急冷凝固によ ってアルミナイド化合物が微細に晶出,過飽和固溶体の 形成,準結晶相を分散させることで室温だけでなく高温 強度に優れた特性を示す^{50.6}.

著者らはこれまでに Si の添加量を変化させた Al-10 Mg-Si 合金急冷凝固(Powder Metallurgy: P/M)材の引 張強さが同工程で作製した I/M 材に比べて亜共晶組成で は約 20 %高い値を示し, Si 添加量の増加と共に引張強 さの差は大きくなり, 10 %以上添加した合金では最大で 100 %以上高い値を示すことを明らかにした⁷⁾. また, 粉末冶金法で作製した数µm以下のSi粒子を含む合金の 摩耗特性は低下ことが知られている⁸⁰が,著者らが作製 した P/M 材に分散する Si 粒子は 1~5µm と微細である にもかわらず,乾式,一定荷重,一定摩擦距離の条件で は摩耗量に影響及ぼさず I/M 材と同程度の値を示すこと を明らかにした^{9,10)}. しかしながら,急冷凝固 Al-Mg-Si 合金 P/M 材に対する Mg 添加量の影響について検討した 報告はない.

本研究では急冷凝固 Al-Mg-Si 合金に対する Mg 添加 量の影響を調べるために Si の添加量を亜共晶領域では1 mass%, 過共晶領域では15 mass%一定とし, Mg の添 加量を 0, 1, 5, 10 mass%と変化させた. さらに, 機 械的性質に対する凝固冷却速度の違い, すなわち溶解鋳 造法と急冷凝固法の影響を調べるために鋳塊から作製し た I/M 材, 急冷凝固フレークから作製した P/M 材を比較 検討した.

2. 実験方法

2.1 供試材の作製

Table 1 に供試材の目標組成,化学組成分析値を示す.

日大生産工(院)	〇江川 ナ	大基
日大生産工	久保田	正広

Table 1 Nominal and analyzed compositions oftestmaterials.

Nominal composition (mass%)	Analyzed composition (mass%)	
Al-1Si	AI-0.99Si	
Al-1Mg-1Si	Al-0.94Mg-0.98Si	
Al-5Mg-1Si	AI-4.78Mg-0.96Si	
Al-10Mg-1Si	Al-10.5Mg-1.04Si	
Al-15Si	Al-13.7Si	
Al-1Mg-15Si	Al-0.99Mg-14.4Si	
Al-5Mg-15Si	Al-4.84Mg-14.4Si	
Al-10Mg-15Si	Al-10.6Mg-14.8Si	

合金の溶製には 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2.5 kg 溶解した. Table 1 に示す作製した合金鋳塊の組成分析値は,ほぼ目標組 成を示した.各合金鋳塊から,ガスアトマイズ法と単ロ ール法を組み合わせた急冷凝固装置¹¹⁾で各合金当たり約 1.2 kg の急冷凝固フレークを作製した.得られたフレー クを冷間プレス,真空脱ガス処理を行った後,押出し比 25:1,押出し温度 673 K で熱間押出しを行い φ7 mm の P/M 材を作製した.

2.2 材料評価

急冷凝固フレークの硬さは、各合金において任意に選 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. 焼鈍軟 化特性を調べるため、373 K, 473 K, 673 K で 7.2 ks 保持した後,空冷し,同様の条件で測定した.X線回折 により急冷凝固フレークの構成相を同定した.構成相の 同定は冷間プレスで直径 φ20×5 の圧粉体とし、エメリ 一紙で研磨後,バフ研磨した面を回折面とした.X線強 度が 40 kV, 60 mA の CuKa 線を用いて, 回折速度 1.66×10⁻² % とし、回折角 2 0=20 °~80 °の範囲で測定 した. 急冷凝固フレークの組織観察は同様の条件で研磨 をした後、ケラー氏液(HNO3: 2.5%, HCl: 1.5%, HF: 1%, H₂O: 95.0%)を用い腐食させて光学顕微鏡で観察し た.

P/M 材および I/M 材の硬さは押出方向と直角方向の断面をエメリー紙(~ # 2000)で研磨後,バフ研磨し,ビッカース硬度計(荷重 1 kgf,保持時間 20 s)を用いて測定し

Effects of Mg Contens on Properties of Rapidly Solidified Al-Mg-Si Alloys

Hiroki EGAWA and Masahiro KUBOTA

た. 12 ポイント測定し,最高値と最低値を除いた 10 ポ イントを有効値とした. P/M 材および I/M 材の組織観察 は急冷凝固フレークと同様の条件で観察した.

3. 実験結果および考察

3.1 急冷凝固フレークの諸特性

各急冷凝固フレークの硬さを Fig. 1 に示す. 急冷凝固 したままの Al-1Si の硬さは 40 HV 程度を示したが, Mg を添加することで硬さは増加し, 1 Mg では Mg 無添加に 比べて 50 HV 程度高い値を示した.また, 5 および 10 Mg では Mg 添加量に比例して硬さは増加したが, 1 Mg のよ うな大きな増加はみられず, 増加量は 10~20 HV 程度だ った. Al-15Si の硬さは 140 HV 程度を示し, Al-1Si と 同様に Mg を添加することで硬さは増加し, その増加量 は Al-1Si に比べて顕著な値を示し, 25 HV 程度高い 75 HV を示した. 5 および 10 Mg では 1 Si と同様 Mg 添加 量に比例して硬さは増加した.また,すべての Mg 添加 量において 15 Si の硬さは 1 Si に比べて 100 HV 程度高 い値を示した.すなわち硬さの差に Mg の添加量の影響 が認められないことから, Si 粒子の分散量が影響してい ると考えられる.

急冷凝固フレークの X 線回折結果を Fig. 2 に示す. Al-5Mg-1Si 合金では Mg₂Si のみ同定された. 一方, Al-5Mg-1Si 合金は Si, Mg₂Si および Al₃Mg₂が同定さ れた. また, Al-5Mg-1Si 合金の Mg₂Si の回折ピーク強 度は Al-5Mg-15Si 合金に比べて弱く, α -Al(311)の回折 ピークも Al-5Mg-15Si 合金に比べて低角度側にシフトし ていることから Mg の固溶量は Al-5Mg-1Si 合金の方が 多い. しかし, Fig. 1 に示したように, 急冷凝固したま まのフレークでは 15 Si の方が 1 Si に比べて Mg の添加 による硬さの増加が顕著であった. よって, Mg 添加に よる硬さの増加は Mg の固溶ではなく Mg₂Si および Al₃Mg₂の分散による効果が寄与していると考えられる.

急冷凝固フレークの焼鈍軟化特性を Fig. 3 に示す. Al-1Si は各温度で焼鈍しても硬さに大きな変化はなかっ た.1および5Mgを添加すると673Kで最大で10HV 程度硬さが低下したが、10 Mgの添加では373 K で硬さ は 20 HV 程度増加し, 673 K の焼鈍でも軟化することが なく 145 HV 程度を示した. Al-15Si では 373 K で硬さ は 50 HV 程度増加したが, 673 K の焼鈍では急冷凝固し たままのに比べて 50 HV 程度軟化した. 1 および 5 Mg 添加すると473Kの焼鈍までは硬さに大きな変化はなか ったが、673 Kの硬さは急冷凝固したままに比べて100 HV 程度軟化した. 10 Mg では 473 K の焼鈍までは 30 HV 程度増加し, 673 K では急冷凝固したままに比べて 20 HV 程度軟化した.しかし、その他の添加量に比べて その軟化量は5分の1程度だった.よって、急冷凝固フ レークの焼鈍軟化特性は Si の添加量が少なく, Mg の 添加量が多い方が軟化せず優れた特性を示す.



Fig. 1 Vickers microhardness of Al-1Si and Al-15Si alloys containing various amount of Mg produced by RS flakes.



Fig. 2 X-ray diffraction patterns of as-RS flakes of Al-5Mg-XSi(X=1 or 15) alloys.



Fig. 3 Changes in Vickers microhardness of RS-flake after heating at various temperatures for 7.2ks.

急冷凝固フレークの組織を Fig. 4 に示す. 急冷凝固し たままの1 Si は1 μ m 程度の Si が観察され, 1 Mg を 添加すると 5μ m 程度のデントライトセル組織が観察さ れた. 5 Mg の添加では 1 Mg に比べて微細な 1 μ m 程度 のデントライトセル組織が観察された. 一方, 10 Mg で は1 Mg と同程度の大きさのデントライトセル組織が観 察された. X線回折結果からこのデントライトセル組織



Fig. 4 Optical micrographs for annealed RS flakes of Al-XMg-1Si and Al-XMg-1Si alloys (X=0, 1, 5, 10).

を構成しているのは Mg2Si であると考えられる.また, 1 Si はすべての Mg 添加量において 373 K および 473 K で焼鈍を行っても大きな変化はなかったが、673 K では Mg無添加および1 MgではSiが粗大に析出していた. また, 5 Mg および 10 Mg ではデントライトセル組織が 大きくなっている. 特に 10 Mg ではデントライトセル組 織が崩壊し、1 µm程度の化合物が分散していた. 15 Si では1 µm 程度のSi が均一に分散していた.1,5,10 Mgの添加では1 µm程度のデントライトセル組織が観 察された.このデントライトセル組織を構成しているの は1Siと同様に Mg2Si であると考えられる.また, Siの 分散量は Mg の添加量に比例して少なくなっている.ま た,373 K および 473 K の焼鈍を行ったフレークでは Mg無添加および1Mgでは大きな変化はなかったが、5 Mgおよび10 Mgでは化合物が微細に晶出していた.673 Kの焼鈍では全ての Mg 添加量において急冷凝固したま まと比べて Si, Mg2Si および Al3Mg2 が粗大化した.よ って Fig.1 および Fig.3 に示した硬さと比較すると,15 Siの硬さの方が1 Siより高いのはSiの分散量に加えて デントライトセルが1Siに比べて微細であるからと考え られる. また, 673 K における 15 Si の顕著な軟化傾向 はデントライトセルの崩壊および化合物が粗大化したか らと考えられる.

3.2 P/M 材および I/M 材の硬さおよび組織

P/M 材および I/M 材の硬さを Mg 添加量で整理した結 果を Fig. 5 示す. 1 Si P/M 材の硬さは 30 HV 程度を示 し, Mg 添加量に比例して増加し,最大で 140HV 程度を 示した. 15Si P/M 材の硬さは 70 HV 程度を示し, 1 Si P/M と同様に Mg 添加量と比例し硬さは増加したが,増 加量は 1 Si P/M 材に比べて少なかった.一方, I/M 材で



Fig. 5 Vickers hardness of Al-1 Si and Al-15 Si alloys containing various amount of Mg produced by P/M and I/M processes.

は1 Si で比例関係が認められたが, 15 Si では Mg の添 加量にかかわらず一定値を示した. I/M 材と P/M 材の 硬さを比較すると Mg 無添加および 1 Mg 合金では硬さ の差は小さかった. 一方, 5 Mg および 10 Mg 合金では I/M 材より P/M 材が高い値を示し, 15 Si でその差は最 も大きかった.

光学顕微鏡で観察した P/M 材および I/M 材の組織を Fig. 6 に示す. Mg 無添加の 1 Si I/M 材では 5 μ m 程度 の Si が分散していた. Mg を添加すると化合物がさらに 粗大化し, 5 Mg では 10 μ m 程度の化合物が分散してい た. 一方, 1 Si P/M 材では分散している Si 粒子が 1 μ m 程度と I/M 材に比べて微細に分散していた. また, Mg を添加しても同様に I/M 材に比べて微細な化合物が 分散していた. 15 Si 合金 I/M 材では 1 Si I/M に比べて 10 μ m 程度と粗大な Si 粒子が析出していた. また, 1 Si I/M 材と同様に Mg の添加とともに化合物は粗大化した. ー方、15 Si P/M 材ではすべての Mg 添加量において1 μ m 以下の化合物が分散していた.よって、各合金におい て急冷凝固の効果がみられたが、Fig. 5 に示したように I/M 材と P/M 材の硬さを比較すると Mg 無添加および1 Mg 合金では硬さの差は小さかった.これは安達らによ ると Si 粒子径は強度向上への寄与はないと報告¹²⁾され ていることから Si 粒子のみ分散する合金では急冷凝固 の効果が表れなかったと考えられる.また、急冷凝固フ レークに比べて P/M 材の硬さが大きく低下しているが、 これは各急冷凝固フレークを 673 K で焼鈍を行った時の 硬さと同程度を示していることから、P/M 材の作製工程 中の真空脱ガス処理および押出しによってデンドライト セル組織の崩壊および化合物が粗大化したためと考えら れる.

4. 結言

- (1) すべての Mg 添加量において 15 Si を添加した急 冷凝固フレークの硬さの方が 1 Si と比べて 100 HV 程度高い値を示した.また,両組成とも Mg 添加量 に比例して硬さは増加した.
- (2) 急冷凝固フレークの焼鈍軟化特性は Si の添加量 が少なく, Mg の添加量が多い方が軟化せず優れた 特性を示した.
- (3) P/M 材の硬さは I/M 材に比べて最大で Al-10Mg-1Si 合金では 20HV 程度, Al-10Mg-15Si 合金では 40HV 程度高い値を示した.

参考文献

- 井上明久, 増本健, アルミニウム基過飽和固溶体 の生成と機械的強度, 軽金属, Vol. 40, No. 6, 1990, pp. 453-459.
- 川口好章,菅又信,金子純一,鋳造用アルミニウ ム合金の機械的性質に及ぼす急冷凝固の効果,軽 金属, Vol. 47, No. 8, 1997, pp. 3-9.
- 山内重徳,渋江和久,佐野秀男,伊藤清文,犬丸 晋,急冷凝固法を用いた耐熱性粉末アルミニウム 合金の開発,軽金属, Vol. 37, No. 10, 1987, pp. 704-709.
- 4) 安達修平,井上厚,岡庭茂,楠井潤,急冷凝固粉

末アルミニウム押出材による高性能シリンダラ イナの開発, 軽金属, Vol. 53, No. 2, 2003, pp. 76-81.

- 5) 木村久道,井上明久,笹森賢一郎,喜多和彦,準 結晶を含む Al--6.3%Fe--3.8%Cr--3.3%Ti 合金 P/M 材の組織と機械的性質,軽金属, Vol. 48, No. 6, 1998, pp. 263-268.
- 木村久道,井上明久,笹森賢一郎,喜多和彦, 大野木輝明,準結晶を含む Al-(Cr,Mn)-Fe-(Ti,V) 系4元合金 P/M 材の組織と耐熱強度,軽金属, Vol. 48, No. 10, 1998, pp. 494-500.
- 江川大基,平田泰大,久保田正広,軽金属学会第 116回春期大会講演概要,急冷凝固法で作製した Al-Mg(-Si)系合金粉末およびそのバルク材の特 性,2009, pp.271-272.
- 竹添修,安田善則,耐摩耗性アルミニウム合金の 特性と適用例,トライボロジスト, Vol. 37, No. 4, 1992, pp. 292-296.
- 江川大基,久保田正広,第42回日本大学生産工 学部学術講演会機械部会,急冷凝固法で作製した Al-Mg-Si 合金粉末押出材の耐摩耗特性,2009, pp. 89-92.
- 江川大基,久保田正広,軽金属学会第118回春期 大会講演概要,急冷凝固Al-10Mg-Si合金の摩耗 特性に及ぼす過共晶 Si 量の影響,2010, pp.167-168.
- 菅又信,礒村裕臣,金子純一,堀内良,アルミニ ウム-遷移金属合金の急冷凝固フレークの製造と

 性質,軽金属, Vol. 37, No. 5, 1987, pp. 366-374.
- 安達 充, 過共晶 Al-Si 系鋳物用合金の改良, 軽金 属, Vol. 34, No. 7, 1984, pp. 430-436.

謝辞

純アルミニウム鋳塊は、(財)軽金属奨学会研究補助金 として提供されました.特記して深く感謝の意を表す.

追記

本研究は久保田研究室4年生,小寺喬之君,清水荘治 君と共同で実験を行った研究成果である.



10µm

Fig. 6 Optical micrographs for as-extruded I/M and P/M materials of Al-XMg-1Si and Al-XMg-15Si alloys (X=0, 1, 5, 10).