

粉末冶金法によるアルミニウム基アップグレードリサイクル材料の特性

日大生産工 (院) ○渡辺 涼太郎

日大生産工 久保田 正広

1. 緒言

近年、電力供給量低下に伴う節電など、エネルギー問題の観点から、今後、環境負荷軽減の要求がますます高くなることが予想されており、同時に循環型社会の構築が望まれている¹⁾。

切削加工で排出された金属屑を回収して再利用する場合、一般的には溶解鑄造法を用いる。しかし、溶解鑄造法によって作製された再生材料は、不純物の混入などによって組成が変化し、回収前の材料特性より低品位になったり、再溶解工程で大量のエネルギーが必要になるという欠点がある。そこで溶解鑄造法を用いず、切削屑から固相状態でリサイクルするプロセスの確立が望まれている。これまでに、再生材料に対して付加価値を付与して固化成形するためのアップグレードリサイクルに関する研究が多く行われている²⁾⁶⁾。

アルミニウム合金粉末に対して、強加工によってひずみの導入を図るために、メカニカルミリング(Mechanical Milling : MM)法に着目した。MM法によれば、切削屑とボールを同時に攪拌、混合することでボールから付与される機械的エネルギーにより切削屑を破砕し、微細な粉末を創り出すことが可能である。同時に粉末に高い塑性ひずみを付与させて機械的性質の向上を図ることもできる。したがって、この方法を適用すれば、粉末に対して高い付加価値を付与することができる。

例えば、工業用純アルミニウムにMM法を適用すると、潤滑助剤(Process Control Agent : PCA)として添加したステアリン酸($C_{17}H_{35}COOH$)と純アルミニウムの間で固相反応が生じ、 $\gamma-Al_2O_3$ や Al_4C_3 の生成による分散強化が得られ、粉末の硬さは140 HVを超える値を示す⁷⁾。

粉末の固化成形法として注目されているSPS法は、原料粉末間に放電現象を起こしジュール熱によって粒子間接合を行う方法である。従来のホットプレス法などに比べて、低い焼結温度かつ短時間で固化成形できるため結晶粒の成長が抑制でき、MM法により得られた粉末の優れた特性を失うことなくバルク材の作製が可能なプロセスである。

本研究では切削工程で排出される6000系アルミニウム合金切削屑を出発原料として、MM処理時間を変化させたときの粉末およびその粉末を固化成形して作製したSPS材の特性を評価し、MM-SPSプロセスによるアップグレードリサイクル材の作製を目的とした。

2. 実験方法

Fig. 1に出発原料となるアルミニウム合金切削屑の外観写真を示す。出発原料となる6000系アルミニウム合金の切削屑は、大きさおよび形状も不均一であるが、それらのほとんどがカール状で長さ5 mm以下であった。

精密天秤を用いて切削屑を5 g、MM処理中のPCAとして添加するステアリン酸を、

Properties of Up-gradable Recycled Aluminum Based Materials

Produced by Powder Metallurgy Process.

Ryotaro WATANABE and Masahiro KUBOTA

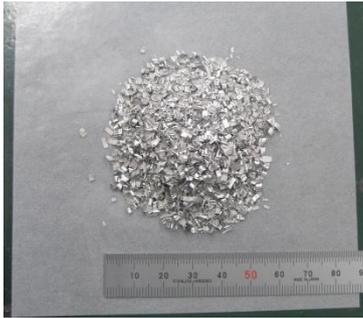


Fig. 1 Appearance of Al machined chips before MM.

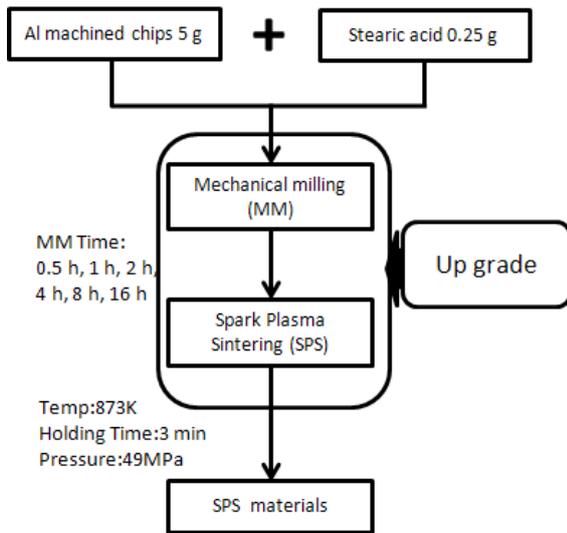


Fig. 2 Process chart for fabricating test materials.

0.25 g となるように秤量した。それらを工具鋼製ボール 70 個(70 g)とともに工具鋼製容器にアルゴンガス雰囲気中で装入した。ボールと原料の重量比は 14:1 である。MM 処理には振動型ボールミルを用い、MM 処理条件は回転数を 800 rpm 一定、MM 処理時間は 0.5 h, 1 h, 2 h, 4 h, 8 h, 16 h の 6 条件とした。

MM 粉末からバルク材作製のために SPS 装置を用いた。得られた MM 粉末 4 g を $\phi 20$ の黒鉛型に装入し、黒鉛パンチで圧力を加えた。焼結条件は、昇温速度 1.67 K/s, 焼結温度 873 K, 加圧力 49 MPa, 保持時間 3 min 一定とし、真空中で焼結した。離型剤としてカーボンペーパーを用いた。

MM 粉末の形状は、走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した。粉末の平均粒子径は、撮影した写真から無作為に 60 個選び、その長

軸を測定し、上位と下位 2 点ずつを除いた平均値とした。粉末および SPS 材の硬さは、それぞれマイクロビッカース硬度計(荷重 10 g, 保持時間 15 s)で 15 ポイント、およびビッカース硬度計(荷重 1 kg, 保持時間 20 s)で 7 ポイント測定し、それぞれ最大値、最小値を除いた平均値とした。粉末および SPS 材の化合物相の同定は、X 線回折装置(60 mA, 40 kV の CuK α 線, 回折角度 20~80°, 回折速度 1.66×10^{-2} deg/s)で測定した。SPS 材の密度はアルキメデス法に基づいて求めた。相対密度の測定には化合物の生成を考慮せずに計算した。Fig. 2 に切削屑からバルク材作製の工程図を示す。MM 法および SPS 法により材料のアップグレード化を図った。

3. 実験結果および考察

Fig. 3 に MM 処理後の粉末の大きさや形状の変化を SEM で観察した結果を示す。アルミニウム合金切削屑を MM 処理することで、Fig. 1 に示した切削屑は、MM 処理時間が長くなるにつれてボールによる粉砕によって角が削られ、粒子径が小さくなった。特に、MM 8 h(c)では平均粒子径が 18.8 μm , MM 16 h(d)では 11.2 μm と微細になっており、これは粉末に巨大なひずみが導入され、十分に加工硬化されたことを示唆している。

Fig. 4 に MM 処理時間を変化させた時の MM 粉末における構成相の変化を示す。アルミニウムのピークが同定された他に、MM 処理中に PCA として添加したステアリン酸との固相反応により生成した化合物相と思われるピークが確認できたが、同定することはできなかった。

Fig. 5 に MM 処理時間に対する粉末の硬さを示す。MM 処理前の切削屑の硬さは 93 HV を示し、MM 処理時間が増加するに伴い硬さも増加する傾向が認められた。これは MM 処理中に粉末に導入される加工硬化の効果が考えられる。MM 処理 0.5 h において硬さが 72

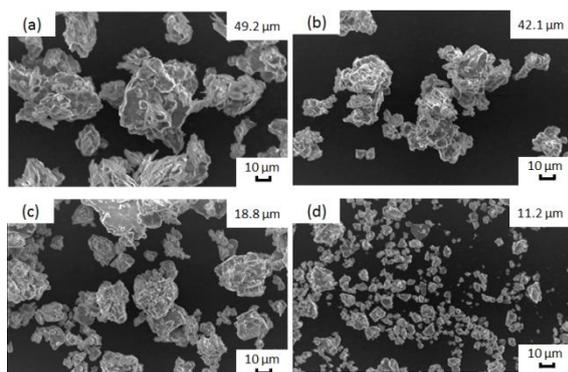


Fig. 3 SEM micrographs of mechanically milled Al machined chips powder ; (a) 2 h, (b) 4 h, (c) 8 h and (d) 16 h.

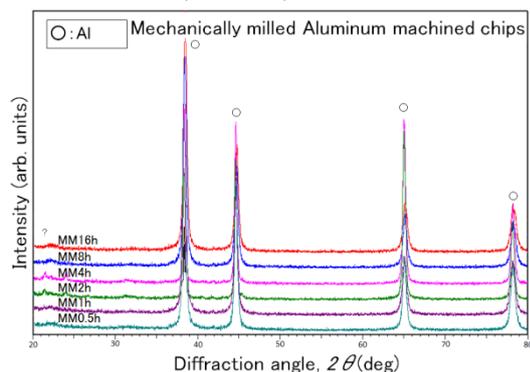


Fig. 4 X-ray diffraction patterns of Al machined chips powder as a function of MM time.

HV と低下しているのは、容器内でボール同士が激しく衝突することで発生した摩擦熱によって、切削屑の排出時に導入されていた塑性ひずみが回復したためであると考えられる。MM 処理 1 h 以降硬さが増加しているのは、MM 処理によって導入されるひずみが回復を上回ったためであると考えられる。MM 処理 16 h では、190 HV を示し、MM 処理を行っていない粉末と比べて約 100 HV 程度のアップグレード化が認められた。

Fig. 6 に各 MM 粉末から作製した SPS 材における構成相を示す。MM 粉末とは異なり、各 MM 処理時間において、回折強度としては小さいが Al_4C_3 の生成が確認された。 Al_4C_3 以外の回折ピークに対して、平衡相として同定できるかどうかの検討を行ったが同定することはできなかった。

Fig. 7 に各 MM 粉末から作製した SPS 材の硬さを示す。粉末の場合と同様に、MM 処

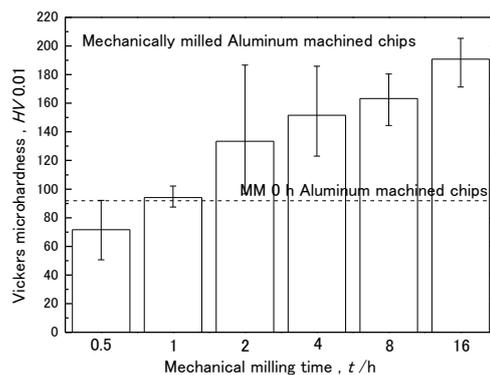


Fig. 5 Vickers microhardness of Al machined chips powder as a function of MM time.

理時間とともに硬さが増加する傾向が確認できた。MM 処理を 0.5 h 行った SPS 材の硬さは、粉末より低い値を示した。一方、MM 処理時間が増加すると粉末より高い値を示した。これは、SPS 処理中に固相反応が誘起され、Fig. 6 に示したように Al_4C_3 をはじめとする化合物が生成したことが主な原因だと考えられる。特に、MM4 h では 200 HV を超え、MM16 h では 248 HV と最も高い硬さを示し、SPS 材でもアップグレード化が達成された。Fig. 8 に SPS 材に対し穴あけ・ねじ加工を施した外観写真を示す。また、Fig. 9 に焼結温度を変化させて作製した SPS 材の X 線回折結果を示す。MM 処理は 2 h 一定とし焼結温度を 873 K および 773 K と変化させ、下穴φ 6.8, M8 のねじ加工を行った。焼結温度 873 K で作製した SPS 材(a)は相対密度 96.9 % を示し、Fig. 6 と同様に化合物相と思われるピークが確認された。773 K で作製した SPS 材(b)は 84.9 % を示し、回折強度としては非常に小さいが化合物相と思われるピークが確認された。穴あけ・ねじ加工をする際、この生成した化合物が起点となって SPS 材が破壊する可能性が考えられ、化合物よりも相対密度の影響が大きいと考えられる。特に、相対密度 95 % 以上の SPS 材では問題なく穴あけ・ねじ加工をすることができたが、SPS 材(b)のような相対密度 85 % 以下の材料では、加工時に割れや欠けが発生した。

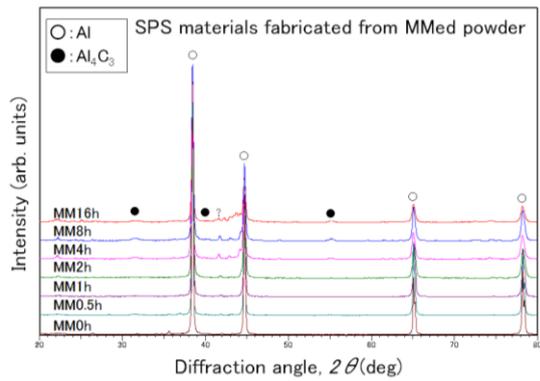


Fig. 6 X-ray diffraction patterns of SPS materials as a function of MM time.

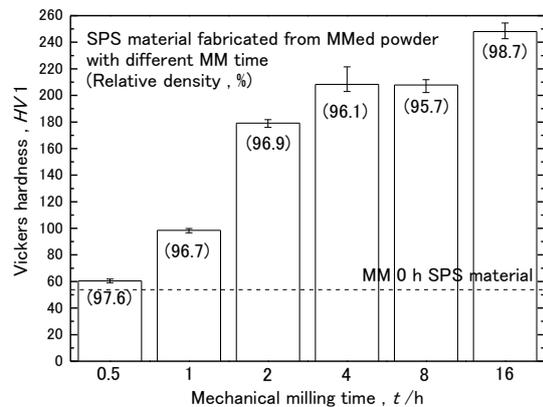


Fig. 7 Vickers hardness of SPS materials fabricated at different mechanical milling time.

4. 結言

- 1) アルミニウム合金切削屑に MM 処理を行った粉末は、最大 190HV を示し、MM 処理前と比較して約 100HV アップグレード化が図られた。
- 2) MM 粉末から SPS 材を作製したとき、 Al_4C_3 をはじめとする化合物が生成し、MM16 h では 248 HV と最も高い硬さを示し、バルク材でもアップグレード化が達成された。
- 3) アルミニウム合金切削屑に MM-SPS プロセスを適用することで、切削時に導入されたひずみ、そして MM 処理によるひずみの導入、さらに SPS による固相反応生成物による強化といった 3 段階の強化機構によりアップグレードを達成することができた。
- 4) SPS 材の相対密度が 95% 以上の場合、割れや欠けなく穴あけ・ねじ加工をすることができた。

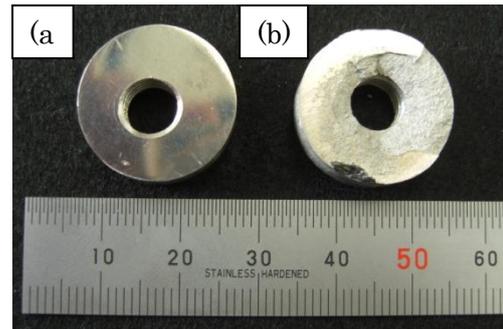


Fig. 8 Appearance of Al machined chips SPS materials fabricated at different temperature ; (a)873 K and(b)773 K.

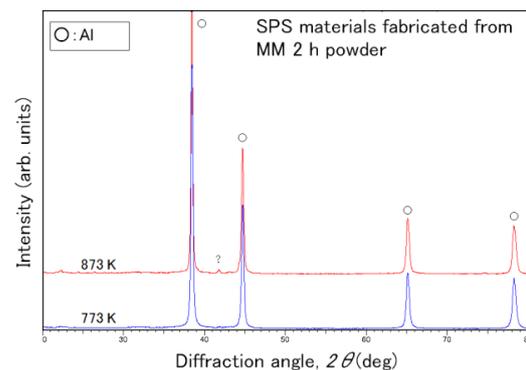


Fig. 9 X-ray diffraction patterns of SPS materials as a function of sintering temperature.

参考文献

- 1) 大西忠一, アルミニウム材料のリサイクル環境とその課題, 軽金属, 46, (1996) p.525-532.
- 2) 舘弘樹, 喜多和彦, 永洞純一, 永井嘉隆, ボールミリングによる 6063 アルミニウム合金切削粉の高強度化, 軽金属, 46, (1996) p.602-606.
- 3) 鈴木一孝, 重松一典, 徐元斌, 今井恒道, 斎藤尚文, 6061 合金切削チップを用いた熱間押出材の機械的特性と腐食特性, 軽金属, 53, (2003) p.554-560.
- 4) 藤井靖充, 戸田裕之, 小林俊郎, 切削粉の強加工によるアルミニウム合金の創製とその力学的性質, 軽金属, 53, (2003) p.368-372.
- 5) 戸田裕之, 澤村純平, 小林俊郎, 強加工 in-situ 複合材料技術を利用した金属切削粉のアップグレードリサイクル, 軽金属, 54, (2004) p.418-424.
- 6) 高橋崇, 久米裕二, 小橋眞, 金武直幸, 圧縮ねじり加工によるアルミニウム切削屑の固相リサイクル, 軽金属, 59, (2009) p.354-358
- 7) 久保田正広, 金子純一, 菅又信, メカニカルグライディング法と放電プラズマ焼結法による工業用純アルミニウムの特性, 日本大学生産工学部研究報告 A, 36, 1, (2003) p.11-20.