

粉末冶金法で作製したアルミニウム基リサイクル材料の創製とその特性

日大生産工 ○久保田正広

1. はじめに

省エネルギーの観点から材料開発には環境負荷軽減の要求が益々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。

機械要素を製造する際、切削加工によって切削屑が排出される。これらの切削屑を回収して再利用すること望まれているが、一般的リサイクルプロセスには溶解鑄造法が用いられており、作製されたリサイクル材は、回収前の材料特性より低品位、再溶解工程で大量のエネルギーが必要になる。したがって、溶解鑄造法を用いず、切削屑から固相状態でリサイクル材を作製するプロセスの確立が望まれている。

著者らは、これまでにアルミニウム合金切削屑を出発原料として、粉末冶金法によって機械的性質をアップグレード化したリサイクル材を創製する研究に取り組んできた。特に、潤滑助剤(Process Control Agent: PCA)としてステアリン酸($C_{17}H_{35}COOH$)を利用したメカニカルミリング(Mechanical Milling: MM)法と放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering: SPS)法を組み合わせたプロセスがリサイクル材の機械的性質をアップグレード化させるのに効果的であることを見出している。

本研究ではMM-SPS法で作製したアルミニウム合金リサイクル材よりも、さらにアップグレード化されたリサイクル材を作製するために、メカニカルアロイング(Mechanical Alloying: MA)処理によって切削屑と $\alpha-Al_2O_3$ を複合化した粉末

を作製した。MA処理時間を変化させて得られたMA粉末およびその粉末をSPS装置で固化成形して作製したSPS材の特性を評価した。

2. 実験方法

出発原料としたAl-Mg-Si系アルミニウム合金切削屑は、カール状を呈しており、その長さは5 mm以下であった。 $\alpha-Al_2O_3$ (4 N, 1.23 μm)の添加量は10 mass%とした。精密天秤を用いて切削屑4.5 g, $\alpha-Al_2O_3$ 0.5 gの合計5 g, およびMA処理中のPCAとしてステアリン酸0.25 g秤量した。それらを工具鋼製ボール70個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。MA処理には振動型ボールミルを用い、MA処理時間を0.5 hから16 hへ変化させた。

MA粉末からリサイクル材を作製するためにSPS装置を用いた。得られたMA粉末を $\phi 20$ の黒鉛型に装入し、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。

MA粉末の形状および大きさは、走査型電子顕微鏡で観察した。MA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ポイント測定した。MA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 $20\sim 80^\circ$, 回折速度 1.66×10^{-2} deg/s)で測定した。

3. 実験結果および考察

アルミニウム合金切削屑と $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ を MA 処理した場合、MA 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ていることが認められた。特に、16h では平均粒子径が $9.7\text{ }\mu\text{m}$ と微細になった。これは粉末にひずみが導入され、十分に加工硬化されたことを示唆している。 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 無添加の粉末の場合も、MM 処理が長くなるにつれて粉末は徐々に微細化したが、16h でも平均粒子径は $11.2\text{ }\mu\text{m}$ であり、 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下にはならなかった。

Fig. 1 に MA 処理時間に対する粉末の硬さを示す。MA 処理前の切削屑の硬さは 93 HV を示し、MA 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。 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ を添加した粉末の硬さが大きく向上したのは、MA 処理中にボールによって粉末に導入されるひずみおよび $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ の分散、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉末が工具鋼製ボールと同様の役割を果たし、粉末の微細化が促進されたためと考えられる。MA 処理 0.5 h において硬さが低下しているのは、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加工硬化が回復したためと考えられる。MA 処理 1 h 以降硬さが増加しているのは、MA 処理によって導入される加工硬化が回復を上回ったためと考えられる。MA 処理 16 h では、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 無添加の粉末では 190 HV を示したが、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ を添加した粉末では 300 HV を示した。MA 処理を行っていない切削屑と比較して約 200 HV 程度、そして $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 無添加の MM 粉末と比較して約 100 HV 程度のアップグレード化が認められた。

Fig. 2 に各 MA 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、MA 処理時間とともに硬さが増加する傾向が確認できた。しかし、MA 粉末から作製した SPS 材の硬さは、MA 粉末より低い値を示した。これは、MA により導入されたひずみが SPS 処理中に回復したためと考えられる。したがって、SPS 材の硬さは、MA 処

理によって導入されるひずみの影響よりも、SPS 処理中に生成した化合物の影響の方が大きいことを示唆している。MA2h では 200 HV を超え、MA16 h では 240 HV と最も高い硬さを示した。

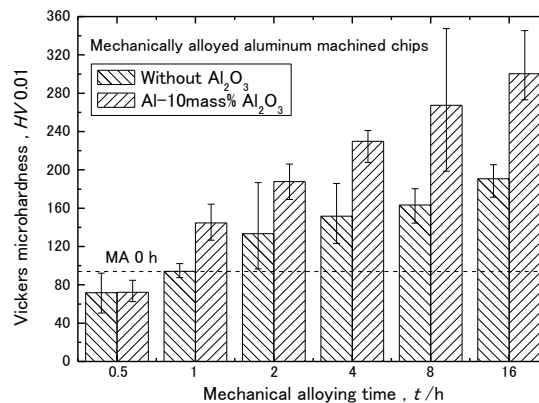


Fig. 1 Vickers microhardness of Al machined chips with and without 10 % $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ powder.

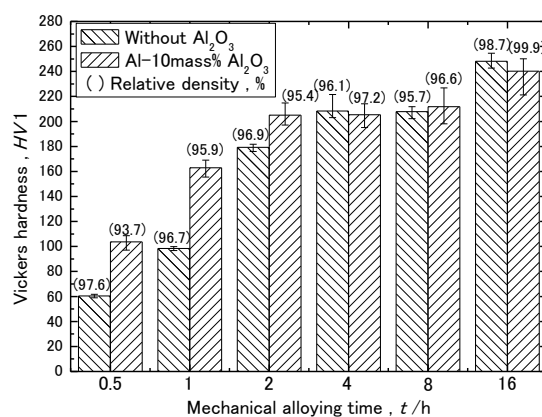


Fig. 2 Vickers hardness of SPS materials fabricated at different mechanical alloying time.

4. おわりに

- 1) アルミニウム合金切削屑に 10 % $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ を添加し、MA 処理を 16 h 行つた粉末は 300HV を示し、MA 処理前と比較して約 200HV のアップグレード化が図られた。
- 2) MA 処理 0.5 h から 2 h の粉末から作製した SPS 材の硬さは、MM-SPS 法で作製したリサイクル材料よりも、さらにアップグレード化が図られたが、MA 処理 16 h の粉末から作製した SPS 材は 240 HV を示し、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 無添加の SPS 材と同程度の硬さを示した。