

# Al-Mn-Mg 系合金の急冷凝固 P/M 材の組織と性質

菅又 信 (機械工学科)

## 1. 緒言

$10^3 \sim 10^7 \text{K/s}$  と非常に大きい冷却速度で合金溶湯を急冷凝固すると、凝固生成する化合物の微細化、微細結晶粒の生成、溶質の固溶限拡大などが達成される。これらの金属組織は、材料の機械的性質の向上に効果があり、新しい合金組成の材料開発に急冷凝固法が注目されている。この急冷凝固法はアルミニウム合金を対象として 1960 年代に開始され、現在では他の合金系も含めて多くの研究結果が報告されており、いくつかのアルミニウム系の実用材料が開発されている。さらに多くの材料を実用化することに対しては、より多くの研究データの蓄積が求められている。

急冷凝固法によるアルミニウム合金の研究は、Al-遷移金属系合金を中心として進められている。これは、アルミニウムに対する遷移金属の固溶限は小さいが、急冷凝固による晶出化合物の微細化、固溶した遷移金属の析出は材料強化に効果を発揮する。また、また遷移金属は Al 中での拡散速度が小さいため高温でも安定であり、高温強度が要求される部材への適用が期待される。一方、過飽和固溶体による強度上昇も期待され、Al-遷移金属系合金に Mg を添加した合金系では、遷移金属化合物の微細分散と固溶 Mg による強化によって、常温における優れた強度特性が得られている。しかし、約 473K 以上の高温においては、Mg の添加により強度が低下する不可解な現象が見られた<sup>1)</sup>。急冷凝固 Al-Mn 系合金では、Mn 添加量の増加に伴い常温及び高温での強度が増加することが知られている<sup>2)</sup>。そこで本研究では、Mn および Mg 量を変化させた Al-Mn-Mg 三元系合金の急冷凝固 P/M 材を作製して、常温から高音域での引張特性値を求めて、高温における強度変化の現象に及ぼす要因を明らかにすることを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2.1 P/M 材の作製

本実験に用いた試料の合金記号、目標組成および

Table 1 Designation, nominal and analyzed composition of test alloys.

Nominal Composition	Analyzed Composition(mass%)			Density ( $\text{Mg/m}^3$ )
	Mn	Mg	Al	
Al-8Mn	7.83	--	Bal.	2.82
Al-8Mn-1Mg	7.93	1.07	Bal.	3.07
Al-8Mn-3Mg	7.23	3.12	Bal.	3.05
Al-8Mn-5Mg	8.09	5.04	Bal.	3.03
Al-5Mg	--	5.24	Bal.	2.65
Al-2Mn-5Mg	1.99	5.17	Bal.	2.75
Al-4Mn-5Mg	3.95	5.20	Bal.	2.84

作製した P/M 材の化学分析結果と密度を Table 1 に示す。いずれの合金も総重量を 3.0kg として、Al および添加元素を秤量した。アルミナ坩堝中で溶解した純 Al に純 Mn を添加して十分に攪拌して Mn の溶解を確認した後に、酸化防止の為 Al 箔に包んだ純 Mg を添加した。その後、 casting 温度を合金の液相線温度より 100K 高い条件で金型に casting 込み、合金 casting 塊を溶製した。すべての P/M 材でほぼ目標組成に近い分析値が得られた。また、密度は Mn 量の増加と共に高くなり、Mg の添加によって低下する。Fig.1 に示すガスアトマイズ法と単ロール法を組み合わせ、噴霧

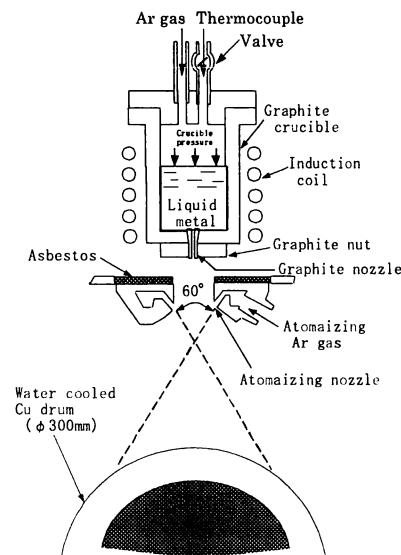


Fig.1 Schematic illustration of rapid solidification apparatus.

ロール急冷凝固装置の黒鉛るつぼ中で合金铸塊を再溶解して、急冷凝固フレークを作製した。得られた急冷凝固フレークを固化成形して P/M 材とする工程を Fig.2 に示す。フレークを金型に充填して 500MPa の圧力を加えた冷間プレスによって予備圧縮体とした。真空中で 623K に加熱して脱ガスした予備圧縮体をピレットとして、673K で 1.8ks の予備加熱をした後、押出比が 25 : 1、温度が 673K、ラム速度が 5mm/min、の条件で熱間押し出しをして  $\phi$ 7mm の P/M 材を作製した。

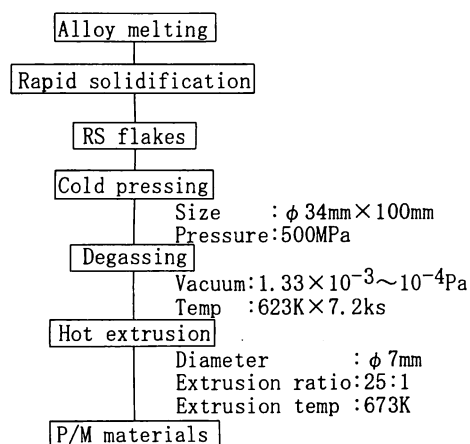


Fig.2 Process chart for P/M materials.

## 2.2 硬さ試験

各合金系において、急冷凝固したままのフレークと空気炉を用いて 573K, 673K, 773K で 7.2ks 等時加熱したフレークを試料として硬さを測定した。測定値はばらつきが大きいため、それぞれ 6 枚の急冷凝固フレークについて測定した。ドラム衝突面を測定面として、加圧しながらフェノール樹脂に埋め込み、エメリー紙研磨した面の硬さをマイクロビッカース硬度計(荷重 98mN, 保持時間 20s)で測定した。各条件とも最高値と最低値を除いた 30 ポイントの平均値を測定値とした。

押出したままの P/M 材と 573K, 673K, 773K で 7.2ks の等時加熱によって焼きなました P/M 材の硬さをビッカース硬度計(荷重 9.8N, 保持時間 20 s)によって測定した。各条件とも最高値と最低値を除き 10 ポイントの平均値を測定値とした。

## 2.3 光学顕微鏡組織観察

急冷凝固フレークと P/M 材の組織を光学顕微鏡に

よって観察した。P/M 材の観察面は、押し出し方向に平行な縦断面と直角の横断面とした。切出した P/M 材をフェノール樹脂に埋め込み、エメリー紙研磨とバフ研磨仕上げした後に腐食させて観察した。腐食液には、ケラー氏溶液( $\text{HNO}_3$ :2.5%,  $\text{HCl}$ :1.5%,  $\text{HF}$ :1.0%,  $\text{H}_2\text{O}$ :95.0%)を使用した。

## 2.4 透過型電子顕微鏡(TEM)組織観察

急冷凝固フレーク及び P/M 材の組織を TEM で観察した。薄膜試料は、電解ジェット研磨によって作製した。電解研磨液は 253K に冷却した 50%硝酸-エチルアルコールである。

## 2.5 X線回折

急冷凝固フレークおよび P/M 材について、それぞれ作製したままと焼きなました後の X 線回折パターンを測定した。急冷凝固フレークを冷間圧縮により圧粉体として、エメリー紙(~#2000)で研磨した面を回折面とした。直径 7mm の P/M 材から長さ 50mm、厚さ 3mm の板状試験片を切出して、測定する板面をバフ研磨した。X 線管球電圧 40 kV、電流 60mA の強度の  $\text{CuK}\alpha$  線を用いて、回折速度  $1.66 \times 10^{-2} \text{deg/s}$  で X 線回折測定した、測定範囲は回折角  $2\theta = 20 \sim 80^\circ$  であり、回折ピークから構成相を同定した。

## 2.6 引張試験

P/M 材から平行部直径 4mm、標点間距離 30mm の引張試験片を加工した。引張試験温度は室温, 473K, 573K, 673K であり、高温試験における保持時間は、試験片に接触させた熱電対が試験温度になってから 300s とした。試験片の数は 1 条件当たり 4 本としてその平均値から、引張強さ、0.2%耐力、伸びを求めた。なお、引張速度は 3mm/min(初期ひずみ速度:  $1.7 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ )とした。また、573K, 673K での試験では、引張速度を 0.3, 3, 30mm/min と 3 段階に変化させて、引張強さの変化を測定した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 X線回折パターン

一例として Fig.3 に Al-8Mn-5Mg 合金のフレークおよび P/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、Al-Mn 系の安定化合物である  $\text{Al}_6\text{Mn}$  は同定されず、Al の回折ピークのみが現れており、Mn および Mg が Al 中に固溶していることが分かる。また、急冷凝固フレーク、P/M 材とも加

熱温度上昇に伴い  $Al_6Mn$  のピークがより鮮明に現れた。しかし、加熱温度が上がっても Mg を含む化合物のピークは認められず、Mg は Al 中に固溶したま

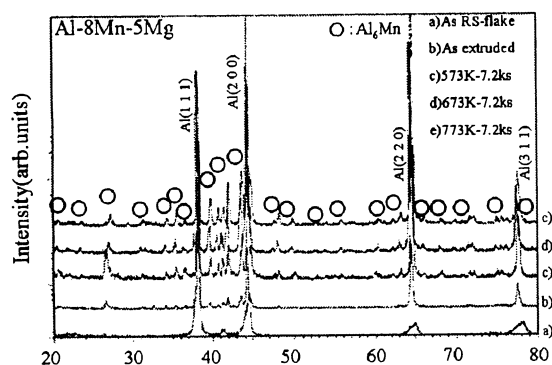


Fig.3 X-ray diffraction patterns of Al-8Mn-5Mg alloy.

までであると考えられる。

### 3.2 急冷凝固フレークおよび P/M 材の硬さ

Fig. 4 に急冷凝固フレークの焼きなまし温度に対する硬さ変化を示す。常温および焼きなまし後においても、Mn および Mg 添加量が最も多い Al-8Mn-5Mg 合金が高い硬さを示し、常温で 187HV の硬さを示した。また、添加元素の添加量が少なくなるにつれ硬さが低下し、Mn と Mg の合計添加量が同程度の合金では硬さに差が見られない。673K 以上の温度での加熱には硬さの低下が見られた。この低下は Mn 添加量の多い合金でより明瞭である。

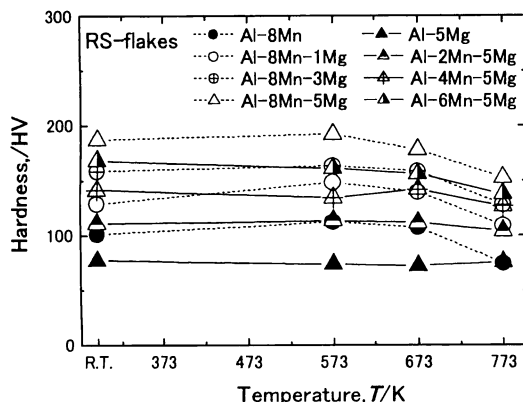


Fig.4 Hardness of RS flakes annealed at various temperature for 7.2ks.

P/M 材の焼きなましに伴う硬さ変化を Fig. 5 に示す。押し出したままの硬さは Fig. 4 の急冷したままに

比べてやや高くなる傾向であり、常温では Al-8Mn-5Mg 合金が最も高い硬さの 216HV を示した。添加量が下がるにつれて硬さも低下した。高温における硬さの低下はフレークと同様に、Mn 添加量の多い合金の硬さの低下が Mg 添加量の多い合金に比べ大きかった。

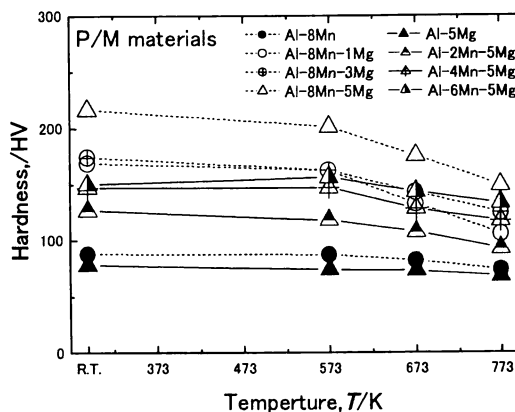


Fig.5 Hardness of P/M materials annealed at various temperatures for 7.2ks.

### 3.3 材料組織

一例として Fig. 6 に Al-8Mn-5Mg 合金の TEM 組織を示す。急冷凝固したままのフレークでは、微細なデンドライトセル組織のみが観察された。なお、焼きなまし後のフレークでは、デンドライト組織に代わり板状もしくは球状の化合物が出現し、673K 以上の温度での加熱によりこの化合物はより明瞭に認められた。P/M 材では脱ガスおよび熱間押出の際の加熱により 100nm 程度の微細な化合物粒子が分散した組織となった。また、EDS 分析によりこの化合物が Al と Mn との化合物であると認められた。

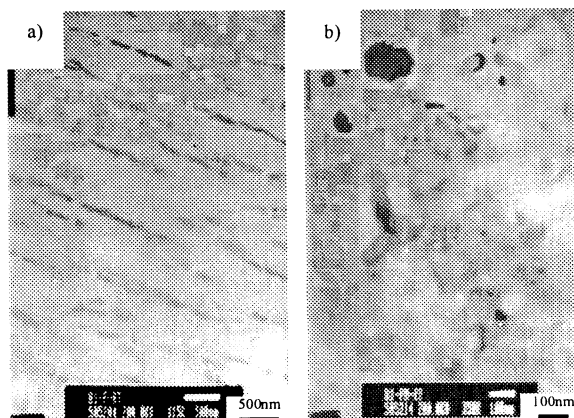


Fig.6 TEM micrographs of Al-8Mn-5Mg. a) RS flake, b) P/M material

Fig. 7 に室温での引張強さについて示す。引張強さは硬さと同様に、Mn および Mg 添加量の増加に伴い強度が向上する傾向が見られ、Al-8Mn-5Mg 合金が最高の 685MPa を示した。Mn および Mg の添加量が最も多い Al-8Mn-5Mg 合金と二元系の Al-5Mg, Al-8Mn 合金と比較すると 2 倍以上引張強さに差が見られ、Al-Mn 系合金に Mg を添加したことによる機械的性質の向上が見られた。また伸びについては、引張強さとは逆に添加量の増加に伴い伸びが低下した。

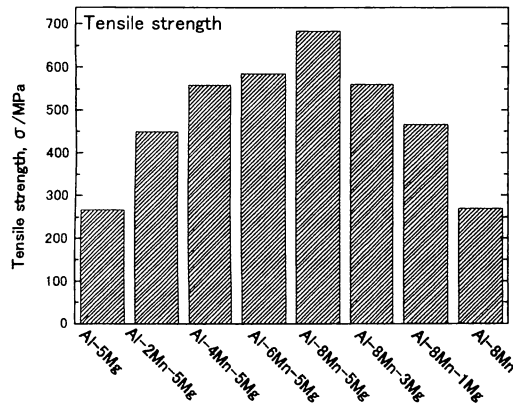


Fig. 7 Tensile strength of as-extruded P/M materials at room temperature.

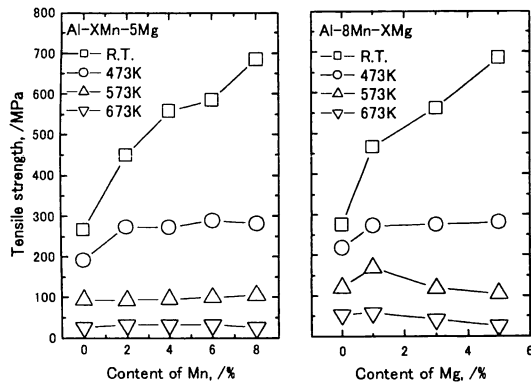


Fig. 8 Tensile strength of P/M materials with contents of Mn and Mg.

Fig. 8 に Mn 添加量および Mg 添加量の変化による引張強さを引張試験温度別に示す。両系の合金で室温では添加量の増加に伴う引張強さの向上が得られ Al-8Mn-5Mg 合金で 684MPa の最高値を示した。高温での引張強さは、Mn 添加量を変化させた系の合金では、この傾向が若干残るが、Mg 添加量を変化させた

系の合金では 473K を境としそれ以上の温度では、添加量の増加に伴う引張強さの低下が起こった。

#### 4. 結言

1) 急冷凝固フレークおよび P/M 材ともに Mn と Mg 添加量の増加に伴い硬さが高くなり、最も添加量の多い Al-8Mn-5Mg 合金が最高の硬さを示した。また、673K 以上で焼きなました P/M 材では、Mn 添加量の多い合金で硬さの低下が明瞭に見られた。

2) 常温および 573 まで加熱した急冷凝固フレークにおいて、デントライト組織が観察されたが、焼きなまし温度がより高くなると、デントライト組織に代わり、直径が 100nm 程度の板状あるいは球状化合物が分散した組織となった。P/M 押出まま材では、高温で加熱したフレークと同様の組織が観察された。また、加熱温度の上昇の伴い化合物の粗大化が起こった。

3) 常温での引張強さは Al-8Mn-5Mg 合金が常温および高温においても最も高い引張強さを示し、常温では 685MPa の引張強さであった。伸びについては、Al-5Mg が最高の 29.5% を示した。硬さと同様 Mn 及び Mg 添加量の増加に伴い引張強さも増加した。

4) Mn 量を 8% として、Mg 量の変化による引張強さを試験温度別にみると、473K までは引張強さの増加が認められるが、より高温では引張強さが低下した。

#### 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.
- 2) 申 熙澤, 菅又 信, 金子純一: 軽金属, 41 (1991) 607.