

急凝固法による Al-Mn 系合金の組織と機械的性質

日大生産工(院) 富岡 昭夫

日大生産工 金子 純一, 菅又 信, 久保田 正広

1. 緒言

非熱処理型合金に属する Al-Mn 系合金は, 純アルミに比べ強度が高く, 良好な耐食性を有し, Mn 量の少ない合金は飲料用缶として広く用いられている. Mn の添加量の増加に伴い引張強さ及び延性が向上する¹⁾. Al に対する Mn の最大固溶量は共晶温度 930K で, 1.8mass% 程度であるが, 合金溶湯を急冷することによりその固溶量は 12mass% 程度まで拡大することが報告されている¹⁾.

本研究では, Al-Mn 系合金の機械的性質を向上させるために急凝固法を適用した. 急凝固法は合金溶湯を $10^3 \sim 10^7$ K/s 程度の非常に大きな冷却速度で凝固させることにより, 固溶限の拡大, 結晶粒の微細化, 微細な晶出化合物の均一な分散が可能となり材料の機械的性質の向上が期待できる²⁾. さらに Al-Mn 系合金の第三及び第四元素として Cr, Ni, V, Zr, Co を添加することにより, Al-Mn-Cr 系合金で延性の低下をもたらす G 相の析出を防止する¹⁾. また粗大な析出物の生成を抑制することにより耐熱性の向上を図り, 573K で 300MPa 以上の引張強さを有する材料の開発を目的とした.

2. 実験方法

2.1 合金組成と溶製

本研究に用いる合金名, 目標組成及び分析値を Table 1 に示す. 合金は重量が 2.5kg になるように秤量した. 合金鑄塊の溶製には, アルミナ坩堝を使用し, はじめに純 Al を溶解し後に Mn, Cr, Co は純金属で, Ni, V, Zr は母合金として添加した. その後十分な攪拌をした後金型に鑄込み, 合金鑄塊を作製した. 鑄造温度は液相線温度+100K とした.

Table 1 Nominal composition and analyzed composition of test alloys.

Designation	Nominal Composition(mass%)	Analyzed Composition(mass%)
MCN622	Al-6Mn-2Cr-2Ni	Al-5.48Mn-1.85Cr-2.12Ni
MCZ621	Al-6Mn-2Cr-1Zr	Al-6.14Mn-1.97Cr-0.76Zr
MNZ8205	Al-8Mn-2Ni-0.5Zr	Al-7.85Mn-2.07Ni-0.49Zr
MNV821	Al-8Mn-2Ni-1V	Al-8.20Mn-2.14Ni-0.93V
MDN822	Al-8Mn-2Ni-2Co	Al-7.29Mn-2.14Ni-1.98Co

2.2 急凝固フレークの作製

本研究で使用する急凝固装置の概略図を Fig.1 に示す. 急凝固は, ガスアトマイズ法と単ロール法を組合わせた噴霧ロール法で行った. 合金鑄塊の重量は, 1 チャージあたり 200g 程度とし黒鉛ノズル(0.6mm)より合金溶湯を噴射させた. 溶湯保持温度は, 液相線温度+100K とした.

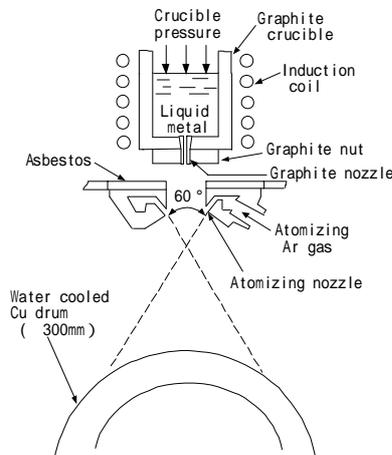


Fig.1 Schematic illustration of the rapid solidification apparatus.

2.3 P/M 材作製

Fig.2 に P/M 材作製の工程を示す. 急凝固装置により作製した急凝固フレークを金型内に装入しアムスラー型万能試験機により, 冷間

Microstructures and Mechanical Properties of Al-Mn Based Alloys Produced by Rapid Solidification

Akio TOMIOKA, Junichi KANEKO, Makoto SUGAMATA and Masahiro KUBOTA

プレス(480MPa で 60s 保持)し圧粉体を作製した。次に圧粉体を真空度 $1.33 \times 10^{-3} \sim 10^{-4}$ Pa, 加熱温度 623K で 7.2ks 脱ガス処理を行った。次にその圧粉体を 723K の空気炉内で 1.8ks 予備加熱を行い, 押出比 25:1, 押出温度 723K で熱間押出して, 7mm の P/M 材を作製した。

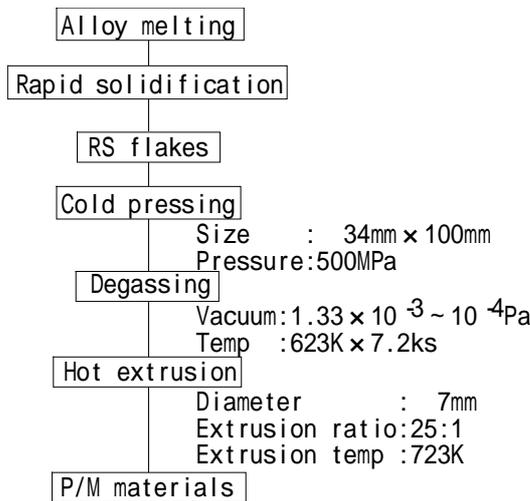


Fig.2 Process chart for P/M material.

2.4. 材料評価

(1) 硬さ試験

急凝固フレークの硬さ試験は, 室温及び空気炉中で 573K, 673K, 773K で 7.2ks 等時加熱を行った試料について測定した。エメリー紙 (~ #2000) で表面を研磨し, マイクロビッカース硬度計(荷重 98mN, 保持時間 20s)を用いて測定した。各条件とも最高値と最低値を除いた 30 ポイントの測定値から平均値を求めた。

P/M 材の硬さ試験は, 急凝固フレークと同様に押しのまま材と各温度で 7.2ks 等時加熱した試料をビッカース硬度計(荷重 9.8N, 保持時間 20s)を用い測定した。各条件とも最高値と最低値を除いた 10 ポイントの測定値から平均値を求めた。

(2) X 線回折

X 線回折は, 作製したままの急凝固フレークと P/M 材の各温度で熱処理した試料に対して測定した。

急凝固フレークは, 冷間圧縮し圧粉体を作

製し, エメリー紙(~ #2000)で研磨した面を回折面とした。

P/M 材は, 長さ 50mm, 厚さ 3mm の板状に切削し表面をバフ研磨した面を回折面とした。測定は, 40 kV, 60mA を CuK 線を用いて回折速度 1.66×10^{-2} deg/s で回折角 $2\theta = 20 \sim 100^\circ$ の範囲で行った。

(3) 光学顕微鏡組織観察

急凝固フレーク及び P/M 材の縦断面, 横断面の組織を観察した。試料は, ラピッドプレスをういてフェノール樹脂に埋め込み, エメリー紙研磨(~ #2000), バフ研磨後, 腐食させ観察した。腐食液には, ケラー氏溶液(HNO₃:2.5%, HCl:1.5%, HF:1.0%, H₂O:95.0%)を使用した。

(4) 引張試験

引張試験は, 各合金とも 1 条件につき 3 本で室温, 473K, 573K, 673K で行い, 高温での試験では試験片が試験温度になってから 300s 保持後試験した。この試験により引張強さ, 0.2% 耐力, 伸び, ヤング率(室温のみ)を測定した。なお, 引張速度は 3mm/min(初期ひずみ速度: 1.7×10^{-3} s⁻¹)とした。

3. 実験結果および考察

3.1 急凝固フレーク及び P/M 材の硬さ

Fig.3 に急凝固フレークの硬さを示す。室温では, MDN822 が 171HV で最も高い硬さを示し, 他の合金でも 135HV 以上の硬さを示した。

MCZ621 以外の合金では, 673K まで硬さ変化はほとんど見られなかったが, 773K では 110HV 程度まで硬さは低下した。一方 MCZ621 は, 室温から 673K の間に 136HV から 155HV まで硬さが増加し, 773K でもほかの合金に比べ高い 148HV の硬さを保持した。

Fig.4 に P/M 材の硬さを示す。室温では MNV821 が最高の硬さ 142HV を示し, 他の合金でも 130HV 程度の硬さを示した。573K では全ての合金で硬さの変化は見られなかったが, 673K では Cr を含む MCN622 と MCZ621 で硬さが増加し, その他の合金では硬さが低下もしくは変化を示さなかった。773K ではほとんどの合金で硬さの低下を示したが, MCN622 では硬さが 673K と比べさらに増加し最高の 163HV

を示した .673K と同様に Cr を含む合金がその他の合金に比べ高い硬さを示した .

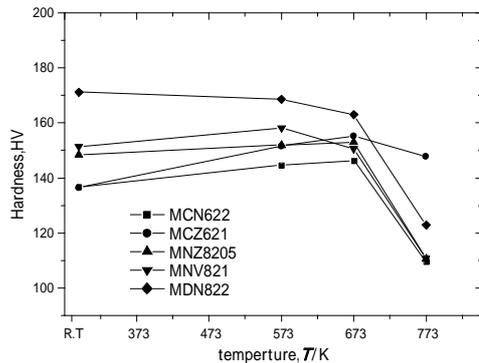


Fig.3 Hardness of RS-flakes annealed at various temperatures for 7.2ks.

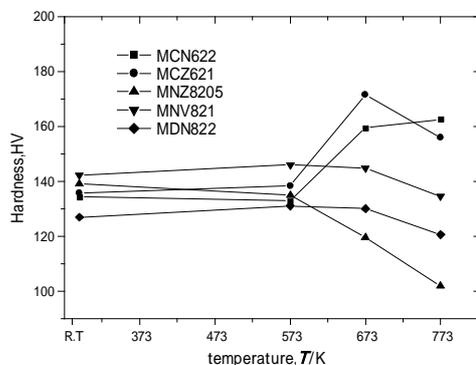


Fig.4 Hardness of P/M materials annealed at various temperatures for 7.2ks.

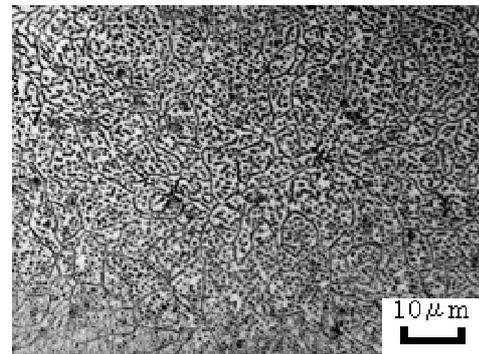
3.2 光学顕微鏡組織観察

一例として MCN622 の光学顕微鏡組織について Fig.5 (a)急冷凝固したままのフレーク, (b) 押出したままの P/M 材, (c)773K で 7.2ks 等時加熱した P/M 材を示す .

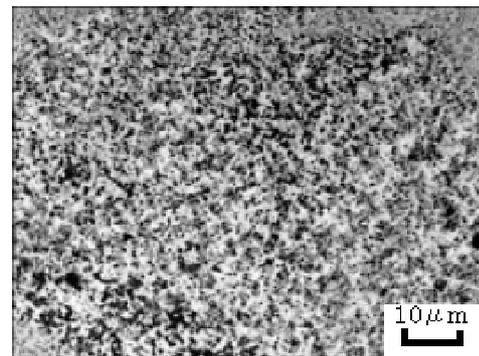
急冷凝固フレークでは, 微細なデンドライトセル状組織が確認された . また 573K で 7.2ks 等時加熱した試料では微細なデンドライトセル状組織が確認され, 673K で加熱した試料ではそれらが粗大化し, 773K では化合物が分散した組織となった .

P/M 材の押出まま材で, 急冷凝固フレークで認められたデンドライトセル状組織が分解して, 同時に析出した化合物が確認された . 673K までの加熱では化合物の粗大化は確認されず,

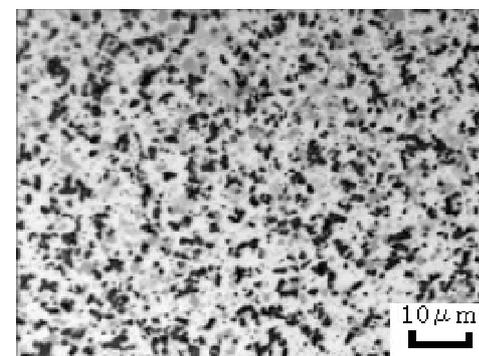
773K で加熱したものでは, 析出した化合物が若干粗大化した様子が確認できた .



(a)as RS-flake



(b)as extruded P/M material



(c) P/M material annealed at 773K × 7.2Ks

Fig.5 Optical micrographs of MCN622.

3.3 X線回折

一例として, MCN622 の X 線回折結果を Fig.6 に示す .

急冷凝固したままのフレークでは, Al 以外に回折ピークはほとんど確認されなかった . これは添加元素である Mn, Ni, Cr が Al 中に強制固溶しているものと考えられ, 等時加熱後に鮮明な回折ピークを示した .

P/M 材の押出まま材では, G 相及び Al₆Mn の回折ピークが確認でき, 等時加熱温度の上昇に伴いこれらの化合物の回折ピークがより鮮明

に確認された。この G 相の析出が、Cr を含む合金の高温での熱処理で硬さを増加させた要因であると考えられる。

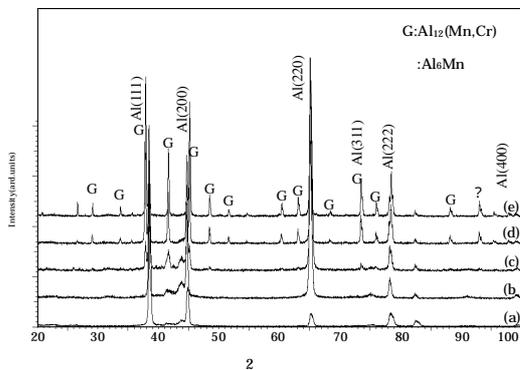


Fig.6 X-ray diffraction patterns of MCN622
 (a) as RS-flake (d) P/M annealed at 673K-7.2ks
 (b) P/M as extruded (e) P/M annealed at 773K-7.2ks
 (c) P/M annealed at 573K-7.2ks

3.4 引張試験

Fig.7 に各温度の P/M 材の室温での引張強さを示す。全ての合金で 400MPa 以上の引張強さを示した。室温での引張強さは P/M 材の硬さ試験と同様 MNZ8205 と MNV821 が他の合金に比べ高い値を示したが、ほとんど差は見られず、最高の引張強さを示した MNZ8205 と最低の引張強さを示した MDN822 の差は 60MPa 程度しか認められなかった。しかしながら現在高温での引張試験を実施しており、P/M 材の硬さ試験で確認されたような Cr を含む合金で、高い引張強さを示すことが期待される。

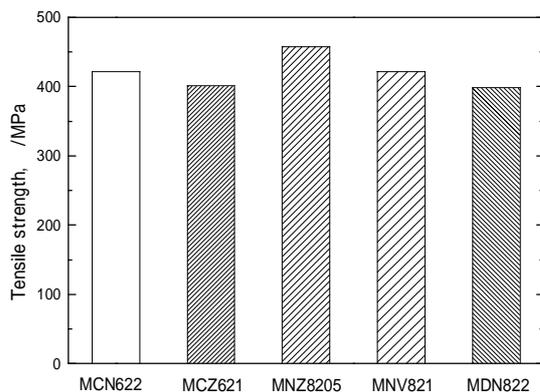


Fig.7 Ultimate tensile strength of as-extruded P/M materials at room temperature.

4 結言

- (1) 急凝固フレークでは、室温で MDN822 が最も高い 171HV の硬さを示し、全ての合金で 673K で 7.2ks 等時加熱後も硬さの変化はほとんど見られなかった。
- (2) P/M 材は、押出まま材では MNV821、MNZ8205 の Ni を含む合金で高い硬さを示したが、673K 以上の加熱により、Cr を含む MCN622、MCZ621 で析出硬化により硬さが増加した。特に MCN622 は 773K で最高の 163HV を示した。
- (3) 急凝固フレークの光学顕微鏡組織では、微細なデンドライトセル状組織を有し、P/M 材では、それらの組織が分解され新たにマトリクス中に微細で均一に分散した化合物の組織が確認できた。
- (4) 室温の引張試験では、MNZ8205 が最も高い引張強さ 457MPa を示し、他の合金でも 400MPa 以上の引張強さを示した。

なお、現在 P/M 材の高温での引張試験を実施しており、当日その結果も合わせて発表する予定である。

参考文献

- 1) 木村典史：日本大学大学院生産工学研究科 修士論文，(1993),3-7.
- 2) 金子純一，村上雄，古城紀雄：軽金属，39 (1989),147-149.