

メカニカルアロイング法による Al-B 系および Al-B₄C 系合金の機械的性質

日大生産工(院) 北澤 諭

日大生産工 久保田 正広, 菅又 信, 金子 純一

1. 緒言

メカニカルアロイング法(以下 MA 法)の特徴は, 固相状態のまま金属粉末同士を機械的エネルギーによって混合し合金化するため, 組成範囲の制約がない. また, 自由な成分元素の組合せにより超微細組織ばかりでなく, 非平衡相, 準安定相を含む材料の作製が可能であることから, 今までにない特性を有する材料の作製が期待できる¹⁾. Al は密度(2.69Mg/m³)が鉄や銅の約 1/3 と軽量で, 電気および熱の良導体であり, 耐食性や加工性に優れた特徴をもつことから, 多くの合金が開発されている.

B(2.34 Mg/m³)は Al より軽量で, 非常に高い硬さを有する. 一方, B₄C(2.52 Mg/m³)は, B より重い, Al よりは軽量で非常に硬く, 耐摩耗性が高い. また化学的にも安定な物質である. また B および B₄C には中性子線や放射能線を吸収する能力がある²⁾. Al と B の合金化や, Al に B₄C を分散させる際, Al に対して B や B₄C の融点の差が大きく溶解による合金化は困難である. 従って Al と B の合金化や Al に B₄C を分散させる 1 つの方法として MA 法がある.

本研究の目的は, Al に B または B₄C を添加し, アトライター型ボールミルで MA 処理を行い, Al-B 系合金粉末または Al-B₄C 系複合粉末を作製し粉末の特性を明らかにする. さらに作製した MA 粉末から粉末冶金法(P/M 法)によって固化成型した P/M 材の機械的性質を調べる.

2. 実験方法

2.1 原料と配合組成

Table 1 に本研究における試料の配合組成, MA 条件を示す. 母材には Al-0.6Mg-0.2Si (mass%)合金粉末を用いた. 添加する純 B および B₄C の粉末の添加量は 10at%または 20at% である.

Table 1 starting composition for mechanical alloying .

Designation	Material(at%)		MA time(h)
	matrix	compound	
11A1BC	Al-Mg-Si	10B ₄ C	12
12A1BC		10B ₄ C	24
21A1BC		20B ₄ C	12
22A1BC		20B ₄ C	24
11A1B		10B	12
21A1B		20B	12

2.2 MA 処理および P/M 材の作製

MA 処理には乾式アトライター型ボールミルを用いた. Fig.1 にボールミルの概略図を示す. 容量 5000cc のタンク内にアルミナボール(直径 10mm)を 9.3kg および原料粉末 1 チャージ分(600g)を装入した. タンク外部を水冷し, 酸化防止のため Ar ガスを流しながら, インペラー回転数 120rpm で 12h および 24h の MA 処理を行った. また, 原料粉末の焼付き防止のミリング助剤としてエタノールを注入した. Fig.2 に P/M 材の作製工程図を示す. 得られた MA 粉末は Ar ガス雰囲気中で Al 円筒缶(A6061)に充填し, 直径 34mm の金型に挿入し, 45ton の負荷を 1 分間保持する冷間プレスによって圧粉体

Mechanical properties of Al-B and Al- B₄C materials processed by mechanical alloying .

Satoshi KITAZAWA , Masahiro KUBOTA , Makoto SUGAMATA and Junichi KANEKO

を作製した。この状態では、粉末の充填密度が約 70% であり、粉末表面に吸着ガスや吸着水分を除去するため 673K で真空脱ガス処理を行った。その後、100MPa、673K で真空ホットプレスを行いホットプレス体を作製した。次に、ホットプレス体を空気炉で 30min 予備加熱した後、押出温度 673K、ダイス孔径 10mm、押し出し速度 5mm/min、押し出し比 12:1 で熱間押し出し加工によって、直径 10mm の P/M 材を作製した。

2.3 材料評価

MA粉末とP/M材の熱処理による硬さの変化を調べるために573K一定で1.8ks、3.6ks、7.2ks、86.4ksの等温加熱後、大気中で徐冷した粉末およびP/M材の硬さを測定した。MA粉末およびP/M材をフェノール樹脂に埋込み、研磨用アルミナ粒子(0.3~0.05 μm)を用いバフ仕上げした面を測定面とした。MA粉末は荷重10gfでマイクロビッカース硬度計を用いて測定した。また、P/M材は荷重1kgfでビッカース硬度計を用いて測定した。測定点は任意に15~20ポイント取り、その平均値を硬さとした。

P/M材の機械的性質を調べるために引張試験を行った。押し出しまの P/M 材を平行部直径 5mm、平行部の長さ 30mm 引張試験片に加工した。常温および高温(473 K、573K)で、引張速度 3mm/min で各条件につき 3 本測定を行った。高温引張試験では試験片を試験温度で 0.3ksec 保持してから試験を行った。

MA 粉末試料の構成相の変化を調べるために X 線回折を行った。MA 粉末は 573K で 1.8ks、3.6ks、7.2ks、86.4ks の等温加熱処理して X 線強度を 40kV、60mA とした。CuK 線を用いて、回折角 $2\theta = 20^\circ \sim 80^\circ$ の範囲で測定を行った。Al 中へ B の固溶量を見積もるために回折角 $2\theta = 110^\circ \sim 140^\circ$ の高角度の範囲で X 線回折を行った。

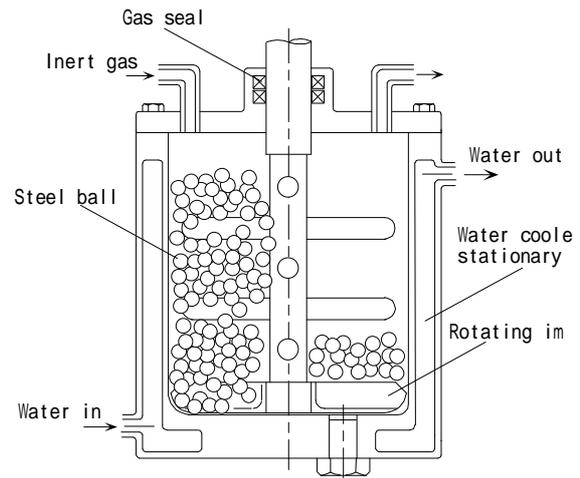


Fig.1 Schematic illustration of attritor type ball mill .

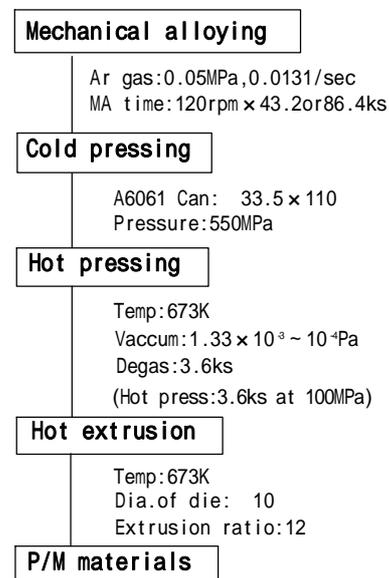


Fig.2 Consolidation processes of P/M materials .

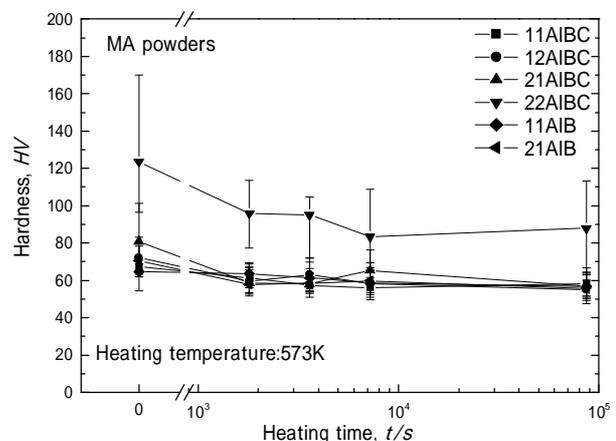


Fig.3 Changes in hardness of MA powders with various heating time at 573K .

3. 実験結果および考察

3.1 硬さ試験結果

Fig.3 に MA 粉末の熱処理時間に対する硬さの変化を示す。MA したままの状態では 22AIBC 合金が最も高い硬さ 123.5HV を示した。次に高かったのは 21AIBC 合金の 80.8HV で 12 AIBC 合金は 72.1HV を示した。すなわち B₄C の添加量が多いほど、そして MA 時間の長い方が高い硬さを示す傾向が認められた。これは、長時間の MA によって粉末の微細化や加工硬化が生じ、硬化したと考えられる。573K で等温加熱を行うと 21AIBC 合金以外の粉末は軟化し、86.4ks の時には、22AIBC 合金の 87.9HV が最も高い値となり、その他の合金は 60HV 前後の値を示した。

Fig.4 に P/M 材の硬さについて示す。各 P/M 材については、すべて 60HV 前後の値を示した。これはホットプレス、熱間押出など高温で行う製造過程で MA で得られた加工硬化が回復してしまい硬さが低下したことが考えられる。573K で等温加熱を行うと全ての合金で 3.6ks で若干軟化し、その後 60HV 以上の値を示した。加熱時間が 86.4ks の場合、P/M 材は、粉末よりも高い硬さを示した。

3.2 引張試験結果

11AIBC 合金、12AIBC 合金、11AIB 合金の P/M 材の引張強さの結果を Fig.5 に示す。常温で一番強さが高いのは、11AIB 合金で、168MPa を示し、473K では 11 AIBC 合金で 124MPa、573K では、11AIB 合金の 76 MPa を示した。MA 時間が長い 12AIBC 合金の室温での引張強さは MA 時間の短い 11AIBC 合金より低かったが 573K では同じレベルの引張強さを示した。

Fig.6 に伸びの結果について示す。室温において一番高い伸びを示したのは、11AIB 合金で 3.7% を示し、473K では 11 AIBC 合金が一番高い 2.7% を示し、573K では 12AIBC 合金が一番高い 2.7% を示した。室温では、11AIB 合金、473K では 11 AIBC 合金が強度および延性の

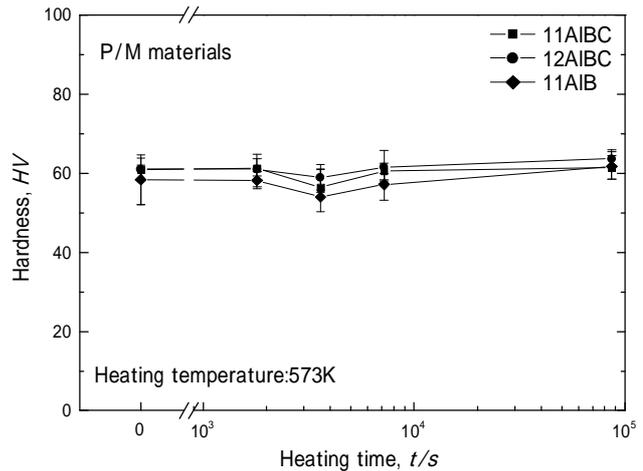


Fig.4 Changes in hardness of P/M materials with various heating time at 573K .

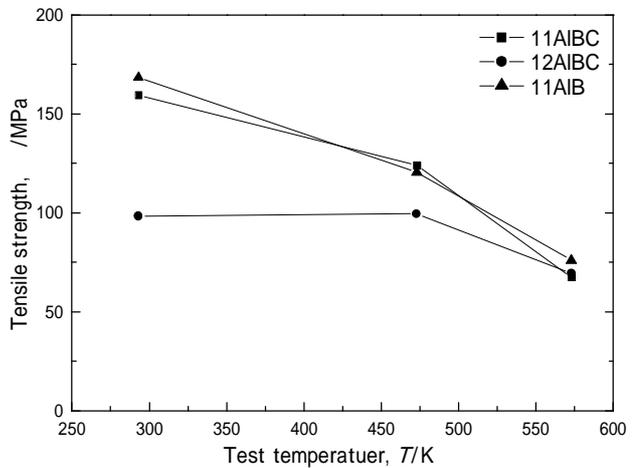


Fig.5 Tensile strength at various temperatures .

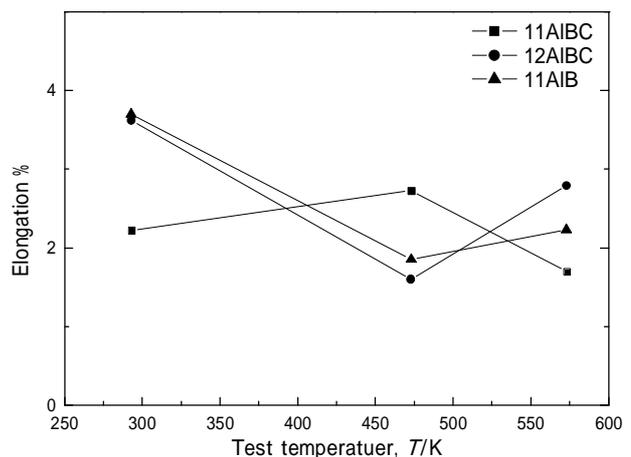


Fig.6 Elongation at various temperatures .

バランスのとれた合金であることが示された。

3.3 X線回折結果

Fig.7 に X 線回折結果の一例として 11 AIBC 合金の MA 粉末について示す。MA 処理したままで B_4C のピークが検出された。また 573K で熱処理をすると B, B_4C のピークが検出された。これは MA によって微細分散 B_4C が熱処理によって分解したため B のピークが検出されたと考えられる。 Mg_2Si が検出されなかったことから Mg と Si は Al 中に固溶していると考えられる。 B や B_4C が分解し Al と結合した化合物は形成されなかった。

Fig.8 は Al-Mg-Si 粉末および 11AIB 合金の MA 粉末を 573K で 1.8ks, 3.6ks, 7.2ks, 86.4ks の等温加熱処理した試料を回折角 111° から 118° の範囲で X 線回折を行った結果である。 Al-Mg-Si の Al の回折ピークより 11 AIB 合金の Al の回折ピークが高角度側にずれていることから、原子半径の小さな B が Al 中に強制固溶したと考えられる。

4. 結言

1. すべての系で MA 粉末の硬さは 60HV から 123.5HV を示し B, B_4C の添加量が多く、MA 時間の長い方が高い硬さを示した。
2. 室温での引張強さは、B を添加した P/M 材の方が B_4C を添加した P/M 材より高い値を示し、伸びも高い値を示した。
3. Al-Mg-Si+10at%B 合金に 12h の MA 処理を行うと B が Al 中に強制固溶した。
4. Al-Mg-Si+10at%B $_4C$ 合金は、12h の MA 処理後、573K で加熱処理をすることで、 B_4C が分解して B が検出された。

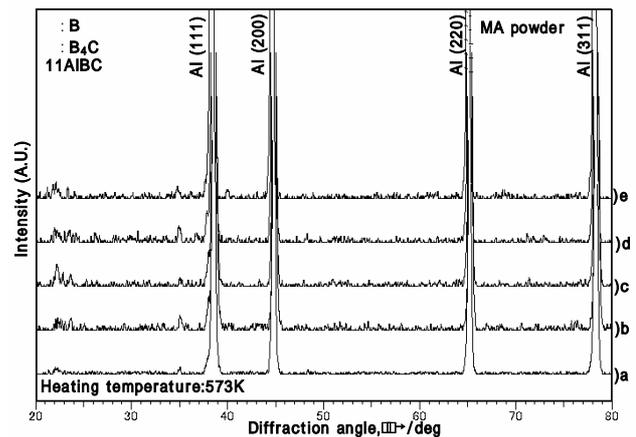


Fig.7 X-ray diffraction patterns of 11AIBC powder . a) as-MA b) heating for 1.8ks c) for 3.6ks d) for 7.2ks e) for 86.4ks

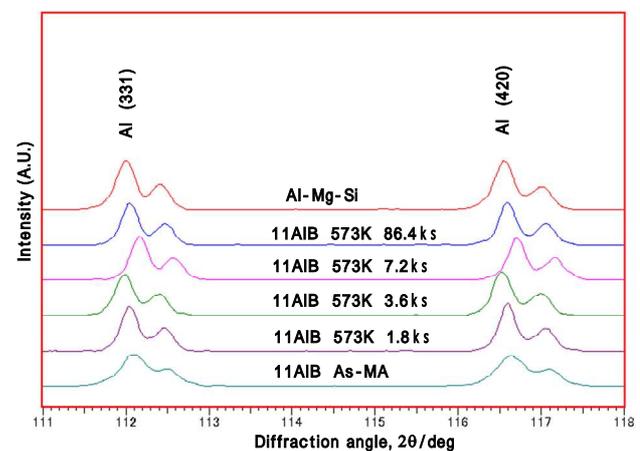


Fig.8 X-ray diffraction patterns of 11AIB powder .

参考文献

- 1) 金子純一：“メカニカルアロイングの30年とアルミニウム基材料”，軽金属，50 (2000)237-245 .
- 2) 桜井弘：元素 111 の新知識，講談社 (1997)47-48 .