

急凝固法による Al-Mn-Mg 系合金 P/M 材の高温強度

日大生産工(院)

富岡昭夫

日大生産工

金子純一, 久保田正広, 菅又信

1. 緒言

急凝固法は, 合金溶湯に 10^5K/s 程度の非常に高い凝固冷却速度を与えることにより, 機械的性質の向上を図る材料強化プロセスである. 本法は, 1960 年代より盛んにその研究が行われ, 主に Al 合金や Mg 合金に適用されてきた. しかし実用化されている合金は少なくより一層の研究が求められている.

Al-遷移金属系合金は, 急凝固法を利用することにより過飽和固溶体を得ることができる. 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できる¹⁾.

また過去の研究により急凝固 Al-遷移金属系合金において Mg 添加により常温での強度向上が得られたが, 473K 付近を境としそれ以上の温度においては逆に強度低下が起こった²⁾. Al-Mg 系合金では一般に, Mg 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おり Al-遷移金属-Mg 系合金での Mg 添加による高温強度の低下は不可解な現象となっている. そこで本研究では, Al-Mn-Mg 三元系合金で Mn 及び Mg 添加量を変化させた合金の急凝固 P/M 材を作製し, この現象の要因を明らかにすることを目的とした.

2. 試験材の作製

2.1 合金組成と溶製

本研究に用いる目標組成及び分析値, 合金鑄塊の密度を Table1 に示す. 合金は総重量が 3.0kg 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 溶解し次に純 Mn を最後に酸化防止の為 Al 泊で包んだ純 Mg を添加した. 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, analyzed composition and density of test alloys.

Nominal Composition	Analyzed Composition(mass%)			Density (Mg/m ³)
	Mn	Mg	Al	
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
Al-6Mn-5Mg	5.64	5.07	Bal.	2.93

2.2 急凝固フレークの作製

本研究では急凝固法に, Fig.1 に示す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を使用した. 合金鑄塊の重量は, 1 チャージあたり 200 g 程度とし黒鉛ノズル(6mm)より噴射した. 溶湯保持温度は, 液相線温度+100K とした.

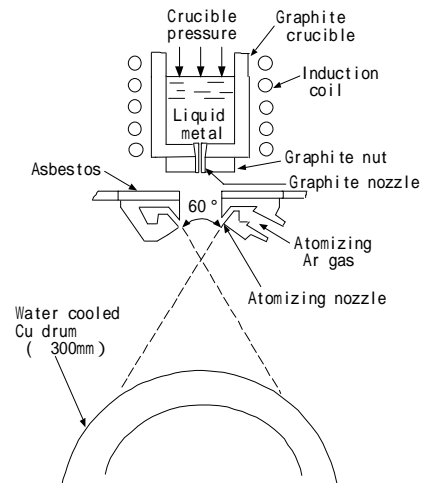


Fig.1 Schematic illustration of the rapid solidification apparatus.

High temperature strength of rapidly solidified Al-Mn-Mg alloys.

Akio TOMIOKA, Junichi KANEKO and Makoto SUGAMATA and Masahiro KUBOTA

2.3 P/M 材作製

Fig.2 に P/M 材作製の手順を示す。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プレス(480MPa で 60s 保持)で圧粉体に作製した。次にホットプレスを使用して真空度 $1.33 \times 10^{-3} \sim 10^{-4}$ Pa, 加熱温度 623K で 7.2ks 脱ガス処理を行った。脱ガス処理を行った圧粉体をアルミホイルで包み、673K の空気炉内で 1.8ks 予備加熱を行った後、押出比 25:1, 温度 673K で熱間押し出し、7mm の P/M 材を作製した。押し出しの際に黒鉛潤滑剤をコンテナ内面とダイスに塗布して乾燥を確認した後に圧粉体を装入した。

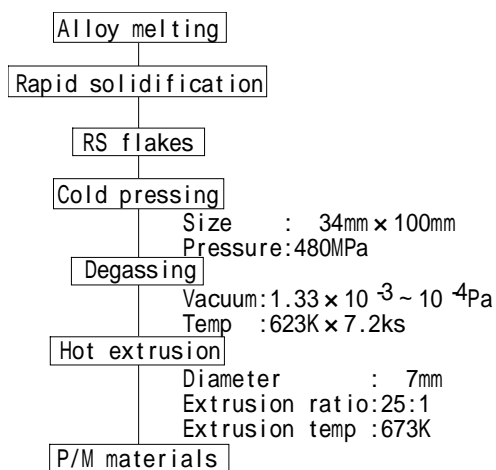


Fig.2 Process chart for P/M materials.

3. 材料評価試験

3.1 硬さ試験

急凝固フレークの硬さ試験は、各合金系において任意に選出した 6 枚を硬さ測定用とし、作製したままの急凝固フレークと空気炉を用いて 573K, 673K, 773K で 7.2ks 等時加熱を行ったものについて測定した。ドラム衝突面が測定面になるように、ラピッドプレスを用いてフェノール樹脂に埋め込み、エメリー紙(~ # 2000)で表面を研磨した面を測定面として、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。急凝固フレークでは、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。

P/M 材の硬さ試験は、急凝固フレークと同様に作製したままの P/M 材と 573K, 673K, 773K で 7.2ks の等時加熱したものをビッカース硬度計(荷重 9.8N, 保持時間 20 s)を用いて測定した。P/M 材では、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。

3.2 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、ラピッドプレスを用いてフェノール樹脂に埋め込み、エメリー紙研磨(~ # 2000), バフ研磨したものを腐食させ観察した。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。

3.3 TEM 組織観察

急凝固フレーク及び P/M 材の組織を観察する為、透過型電子顕微鏡を用いた。試料は、電解ジェット研磨によって作製した。

3.4 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、熱処理の各段階に対して測定した。

急凝固フレークはアムスラー型万能試験機で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で研磨した面を回折面とした。測定は、40 kV, 60mA で CuK 線を用いて回折速度 1.66×10^{-2} deg/s で回折角 $2\theta = 20 \sim 80^\circ$ の範囲で行った。

3.5 引張試験

引張試験片の形状については図 4 に示す。引張試験は、各合金とも 1 条件につき 3 本で室温, 473K, 573K, 673K の各条件で行い、保持時間は試験片近傍が試験温度になってから 300s 後とした。この試験により引張強さ, 0.2%耐力, 伸びを測定した。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、引張速度の

違いによる引張強さの変化を測定した。

4. 実験結果および考察

4.1 X線回折

ここでは一例として Fig.3 に Al-8Mn-5Mg の X 線回折結果を示す。

この図からも分かるように急凝固したままのフレークでは、化合物である Al_6Mn は同定されず、Al の回折ピークのみが現れ Mn 及び Mg が Al 中に固溶していることが分かる。また急凝固フレーク、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 Mg は、加熱温度上がっても Al 中に固溶したままであると考えられる。

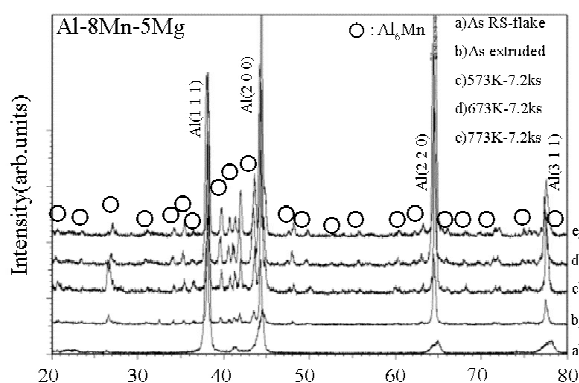


Fig.3 X-ray diffraction patterns of Al-8Mn-5Mg alloy.

4.2 急凝固フレークおよび P/M 材の硬さ

Fig.4 に急凝固したままのフレークの硬さ試験結果を示す。グラフからも見て取れるように、最も Mn 及び Mg 添加量が最も多かった Al-8Mn-5Mg が最も高い 187HV の硬さを示した。また、それぞれの添加元素の添加量が少なくなると硬さが低下し、Mn と Mg の合計添加量が同程度の合金では同程度の硬さとなった。

Fig.5 に P/M 材の押出まま材での硬さ試験結果を示す。P/M 材でも急凝固フレークと同様添加量とともに硬さが増加し、最も添加量の多い Al-8Mn-5Mg が最高の 216HV を示し、添加量が下がるにつれて硬さも低下した。また、673K 以上の温度で加熱した P/M 材では硬さの低下が見られ、特に Mn 添加量の多い合金では硬さの低

下が Mg 添加量の多い合金に比べ大きかった。

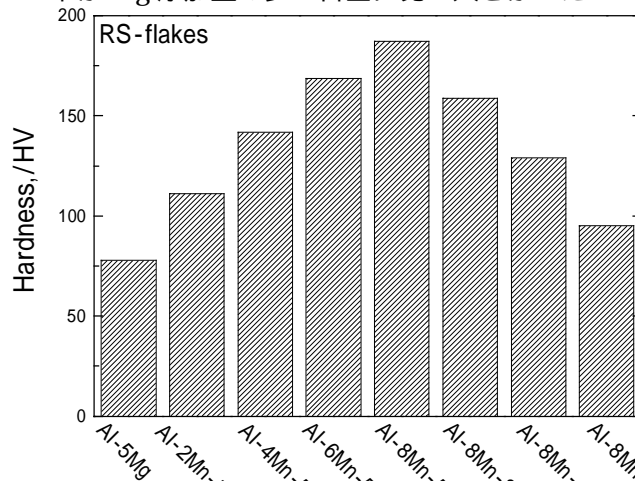


Fig.4 Hardness of RS-flakes annealed at room temperature.

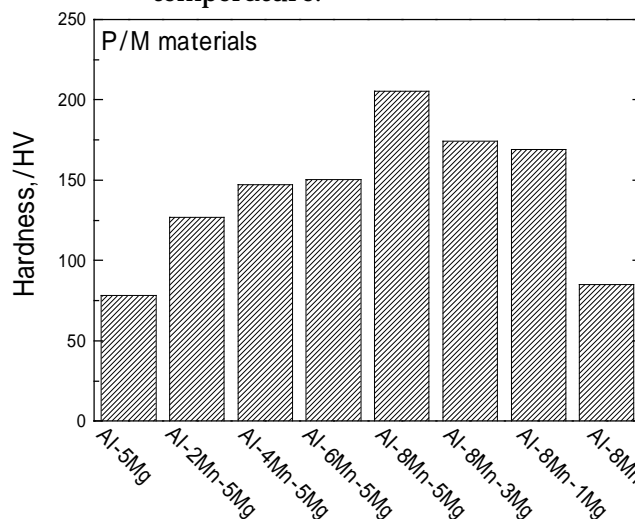


Fig.5 Hardness of P/M materials annealed at room temperature.

4.3 材料組織

ここでは一例として Fig.6 に Al-8Mn-5Mg の急凝固フレーク及び P/M 材の TEM 組織について示す。

急凝固したままのフレークでは、全体がデンドライト組織となっており、その他の晶出化合物は観察できなかった。しかし加熱によりこれらの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た。特に 673K 以上の温度で加熱したものではこの化合物の析出はより顕著に見受けられた。

P/M 材の押出まま材では急凝固フレークで観察されたデンドライト組織に代わり、100nm 程度の板状もしくは球状の化合物が分散してい

る組織となった。これらの化合物は 673K 以上の温度での加熱により明らかな粗大化が見られた。高温加熱による硬さの低下はこれらの化合物の粗大化が原因であると考えられる。また、この化合物は X 線回折及び EDS 分析より Al_6Mn であると考えられる。

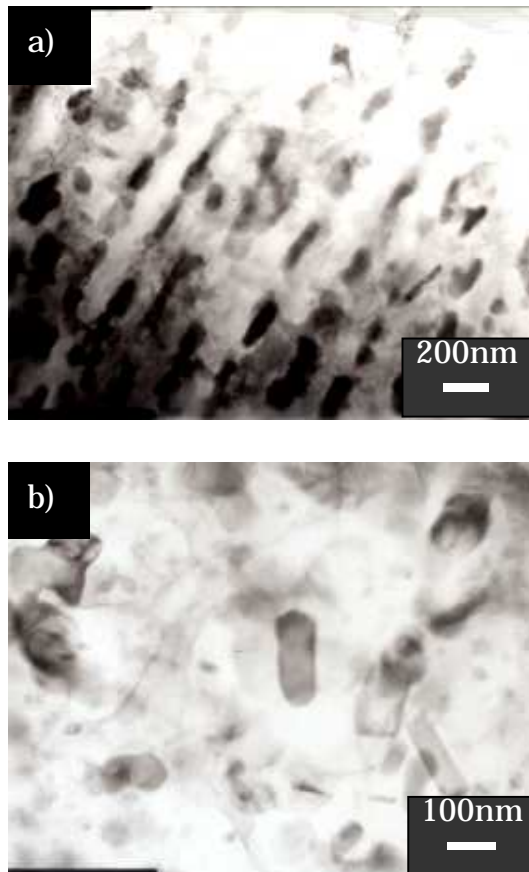


Fig.6 TEM micrographs of Al-8Mn-5Mg of room temperature.
a) RS-flake
b) P/M material

4.4 引張試験

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、Mn 及び Mg 添加量の増加に伴い機械的性質が向上する傾向が見られ、Al-8Mn-5Mg が最高の 685MPa を示した。Mn 及び Mg の添加量が最も多かった Al-8Mn-5Mg と二元系の Al-5Mg、Al-8Mn では 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の低下が見られた。

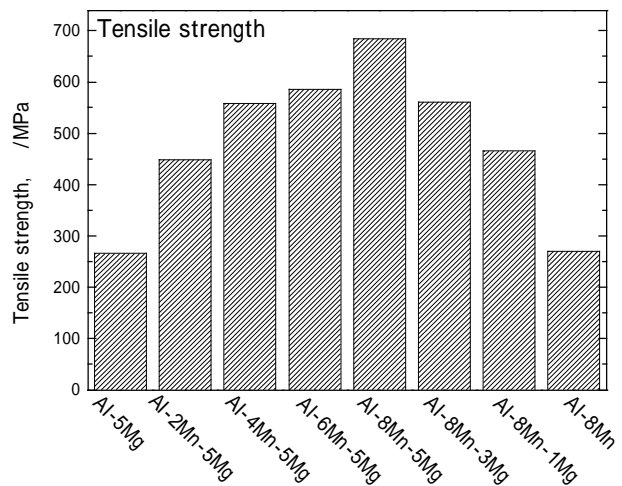


Fig.7 Tensile strength of as-extruded P/M materials at room temperature.

5. 結言

硬さについては、急冷凝固フレーク及び P/M 材とも Mn 及び Mg 添加量の増加に伴い硬さも向上し、最も添加量の多かった Al-8Mn-5Mg が最高の硬さを示した。また 673K 以上の温度で加熱した P/M 材では、Mn 添加量の多い合金で硬さの低下が見られた。

材料組織は、急冷凝固フレークでは室温及び 573K 加熱したものでデントライト組織が観察されたが、それ以上の高温で加熱したものでは、デントライト組織に代わり、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 押出ま材では、100nm 程度の板状あるいは球状の化合物が観察された。また加熱温度の上昇の伴い化合物の粗大化が起こった。

室温での引張強さは Al-8Mn-5Mg が最高の 685MPa を示し、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。

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

参考文献：

- 1) 藤井秀紀, 菅又信, 金子純一, 久保田正広：軽金属, 52 (2002) 598
- 2) 藤井秀紀, 菅又信, 金子純一, 久保田正広：軽金属, 50 (2000) 330-33