

急凝固法による Mg-Si-X 系合金の組織と性質

日大生産工(院) ○川田 貴之

日大生産工 菅又 信, 金子 純一

1. 緒言

Mg の比重は Al の 2/3, Fe の 1/4 の 1.74 と構造用金属材料中, 最も軽量な材料である. また, 比強度, 比剛性, リサイクル性, 電磁遮蔽性等において優れている. しかし, 強度不足, 高い製造コスト, 室温での加工性が劣るなどの短所もある. これまでは Mg は構造材料としてよりも, Al 合金等への添加元素や球状黒鉛鉄における添加剤などの非材料的用途を中心として用いられていたため, 一般的に馴染みの薄い金属であった. しかし近年の各種機器の軽量化対策においては, その軽量性が注目されて利用が拡大しつつある.

本研究では Mg 合金の機械的性質向上の方法として, 急凝固法を適用した. 急凝固法とは, $10^3 \sim 10^7 \text{K/s}$ と大きな冷却速度で合金溶湯を凝固させることにより合金元素の母相への固溶限拡大, 結晶粒微細化, 均一で微細な金属間化合物の分散が可能となり, 合金の機械的性質の向上が期待できる. しかし急凝固法では, 製造した粉末を固化する過程での加熱が必要であり, その際にいかに組織の粗大化を抑制するかが課題となる. Mg 中での拡散速度の遅い原子からなる金属間化合物を分散させれば, 加工時の加熱による分散粒子の成長を抑制することができる. Si は Mg に対して溶解度が低く, 金属間化合物である Mg_2Si を生成する. また Si は融点が高く, Mg_2Si 粒子は加熱による粗大化は起こりにくく, 高温強度の改善に効果があることが示されている¹⁾.

本研究では, 更なる強度の向上を目指して,

Mg に 5mass% の Si と, 第 3 元素として Al, Zn, Ca, Y を 5mass% 添加した三元系合金の急凝固 P/M 材を作製し, 急凝固フレークおよび P/M 材の組織と機械的性質を明らかにすることを目的とした.

2. 実験方法

2.1 合金組成と溶製

本研究に用いる試料の目標組成を Table 1 に示す. 各合金は全重量が 2.5kg になるように秤量した. 合金铸塊は鋼製ふた付坩堝を用いて, はじめに純 Mg を入れて 700°C で溶解した. 次に純金属の Al, Zn, Y をそれぞれ添加し, 最後に純 Si を添加して溶湯中に押し込んだ. Ca (粒状) は酸化しやすいので純 Si を先に添加した. その後, 十分に攪拌と保持し, $\phi 50 \times 250 \text{mm}$ の金型に铸込んだ. 溶解中は溶湯を 6 ふっ化硫黄 (SF_6) + 炭酸ガス (CO_2) (流量比 1:1) で覆い, 溶湯が発火した際には燃焼防止剤 ($\text{MgF}_2 + \text{S}$) により消火した. 铸造温度はおよそ液相線温度 + 100K とした.

すべての合金において, Si を 5mass% 含有させることはできず, 3mass% 程度になった. 研究室の過去のデータにおいても, Mg に Si を添加した合金では, Si の目標組成を達成することはできなかった. そこで, 溶損を見越して, Si を 10mass% 添加し 5mass% の組成を目指し铸造した. その結果, Si を 5mass% 添加合金の铸塊は得られたが, 溶湯の粘性が高く, 急凝固が極めて困難であったため, Si 量は 3mass% 程度とした.

Microstructures and Properties of Rapidly Solidified Mg-Si-X Based Alloys

Takayuki KAWADA, Makoto SUGAMATA and Junichi KANEKO

2.2 急凝固フレーク (RS flake) の製造

本研究で使用した急凝固装置の概略図を Fig.1 に、急凝固で使用した黒鉛ノズルを Fig.2 に示す。黒鉛坩堝中で高周波加熱によって合金鑄塊を再溶解した。急凝固はガスアトマイズ法と単ロール法を組み合わせた噴霧ロール法で急凝固フレークを作製した。

5Y においては、粘性が高くノズルの穴径を大きくしても放出させることができなかったため、急凝固フレークの製造が不可能であった。

2.3 P/M 材作製

Fig.3 に P/M 材作製の手順を示す。作製した急凝固フレークを金型中で冷間プレス (500MPa で 60s 保持) をした。圧粉体をアルミ箔で包み、押出し比 25:1、押出のラム速度 5mm/min、押出温度 593K で熱間押出し、 $\phi 7\text{mm}$ の P/M 材を作製した。押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コンテナ内に装入した。

3. 材料評価方法

3.1 フレークの厚さ測定

平均的形状の急凝固フレークを各合金 5 個選択し、それぞれの厚さ (中央部 3 ポイント、周辺部 4 ポイント) をマイクロメーターで測定した。

3.2 硬さ試験

急凝固フレークの硬さは、各合金系において任意に選出した 10 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 373K, 473K, 573K, 673K で 7.2ks 等時加熱を行い空冷したものを測定した。1 枚につき 5 ポイント測定し、最高値と最低値を除き平均値とした。ドラムに衝突した面が測定面となるように、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 ($\sim \#2000$) で表面を研磨した面を測定面とし、マイクロビッカ

Table 1 Nominal composition and analyzed composition of test alloys

Designation	Nominal Composition (mass%)	Analyzed composition(mass%)				
		Si	Al	Zn	Ca	Y
5S	Mg-5Si	3.37	----	----	----	----
5A	Mg-5Si-5Al	2.26	4.72	----	----	----
5Z	Mg-5Si-5Zn	3.62	----	5.34	----	----
5C	Mg-5Si-5Ca	3.27	----	----	5.07	----
5Y	Mg-5Si-5Y	3.00	----	----	----	1.44

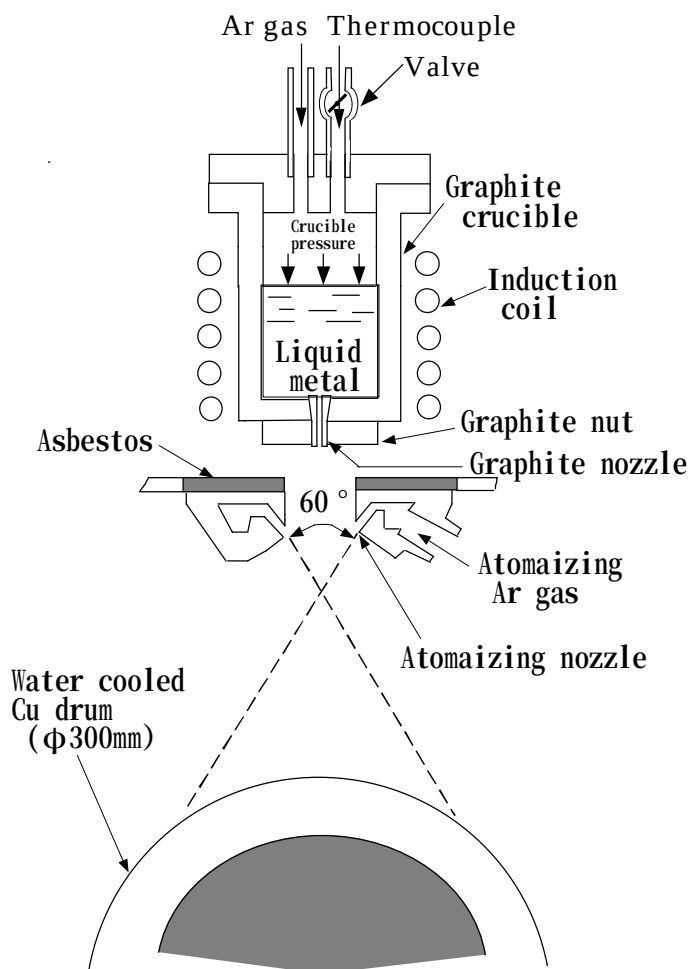


Fig.1 Schematic illustration of the rapid solidification apparatus

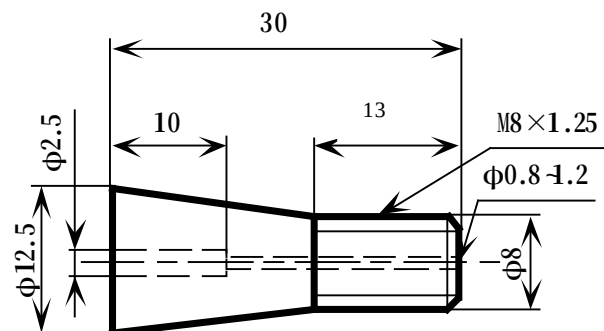


Fig.2 Shape and dimensions of graphite nozzle

ース硬度計（荷重 10gf, 保持時間 20s）を用いて測定した。

P/M 材の硬さは、急凝固フレークと同様に押出したままの試験片と 373K, 473K, 573K, 673K で 7.2ks 等時加熱したものをビッカース硬度計（荷重 1kgf, 保持時間 20s）を用いて測定した。

3.3 光学顕微鏡組織観察

急凝固フレークおよび P/M 材を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）、バフ研磨した試料表面を観察した。P/M 材は押出し方向に対し平行な縦断面と直角方向の横断面の組織を観察した。

3.4 X 線回折

作製したままの急凝固フレークと P/M 材、熱処理の各段階の構成相を同定するため X 線回折した。急凝固フレークは冷間圧縮して圧粉体とし、エメリー紙（～＃2000）で表面を研磨した面を回折面とし、P/M 材は押出し方向に平行に半分に切り、断面を回折面とした。測定は、40kV, 60mA の CuK α 線を用いて回折速度 1.66×10^{-2} deg/s で回折角 $2\theta = 20^\circ \sim 80^\circ$ の範囲とした。

4. 実験結果および考察

4.1 急凝固フレークの厚さ

Table 2 に急凝固フレークの厚さを示す。5A が最も薄く、5C は他のフレークに比べて若干厚さ大となった。

4.2 急凝固フレークの硬さ

Fig.4 に急凝固したままのフレークの硬さを示す。5Z が最も高い硬さを示す結果となった。5C は 5S と比較して大きな硬さの向上が見られなかった。5C は急凝固したままのフレークの厚さが他のフレークに比べ、若干大きいため、凝固速度が低下して凝固組織がやや粗いことが硬さの低下要因と考えられる。

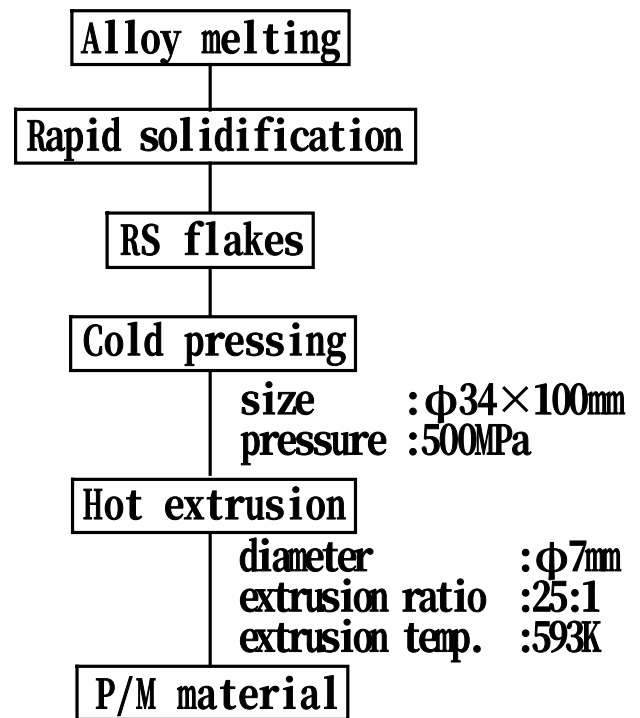


Fig.3 Process chart for P/M material

Table 2 Thickness of RS-flakes

Designation	Thickness of flakes (μm)
5S	75.0
5A	48.3
5Z	77.1
5C	85.5

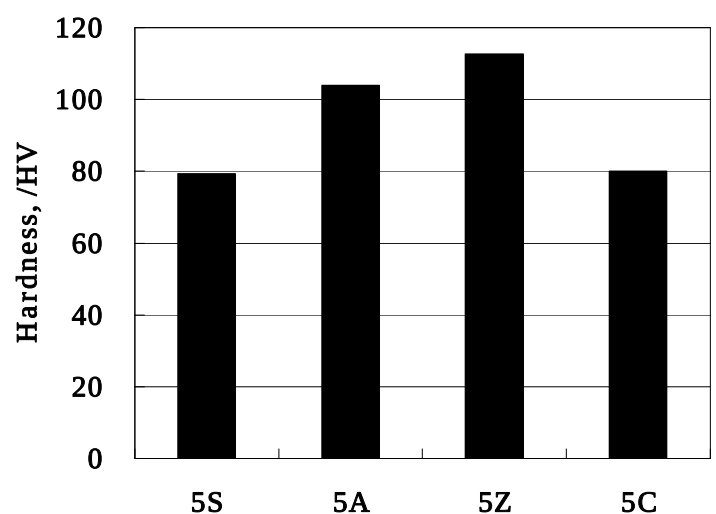


Fig.4 Hardness of RS-flakes

Fig.5 焼なまし処理した急凝固フレークの硬さを示す. 5S は 373K, 473K, 573K で 7.2ks 等時加熱したフレークにおいても硬さの低下は見られなかった. 5A, 5Z においても若干の硬さの低下は見られたが 573K の焼なましによる大きな硬さの低下は見られなかった. これは Si 添加により融点の高い化合物 Mg_2Si の生成により, 結晶粒の粗大化を抑制したと考えられる.

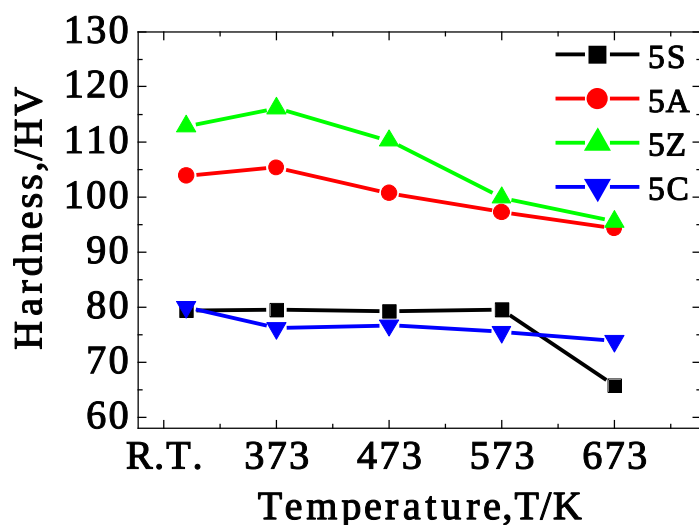


Fig.5 Hardness of RS-flakes annealed at various temperature for 7.2ks

4.3 光学顕微鏡組織写真

一例として Fig.6 に 5S 合金のフレークの光学顕微鏡組織を示す. (a) は 373K で 7.2ks 等時加熱したフレークで, 微細なデンドライトセル状組織が観察された. (b) は 573K で 7.2ks 等時加熱したフレーク, (c) は 673K で 7.2ks 等時加熱したフレークである. (b) では微細な分散粒子が観られ, 非常に微細な結晶粒が観察された. (c) では結晶粒の粗大化が観察された.

5. 結言

純 Mg に Si を添加したことで, 融点の高い化合物 Mg_2Si が生成され, 熱処理による硬さの低下, 結晶粒の粗大化が抑制された.

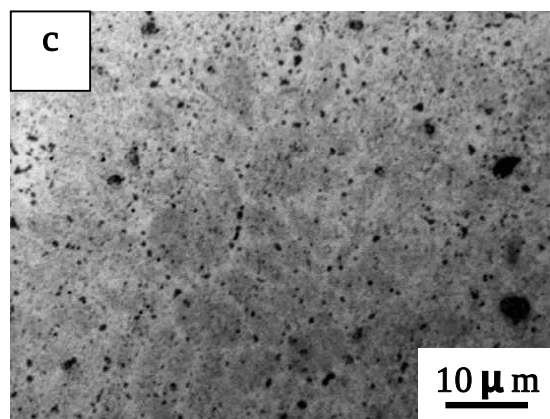
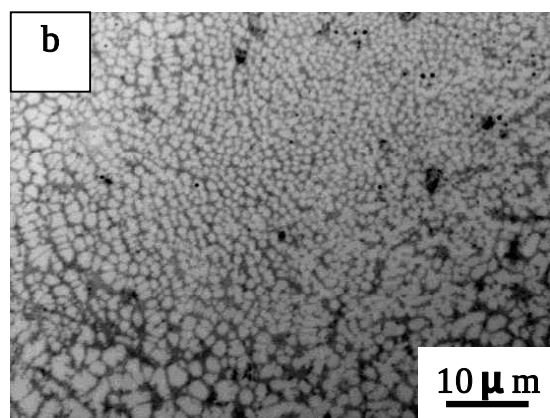
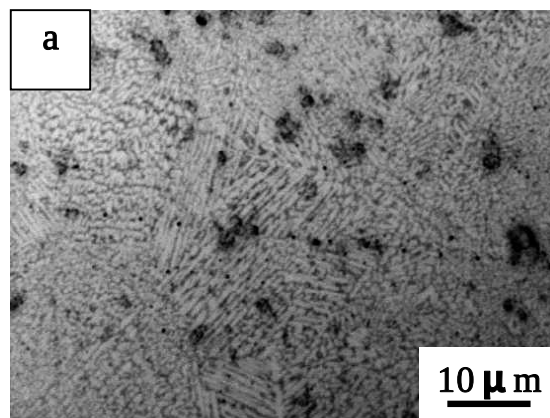


Fig.6 Optical micrographs of RS-flakes of 5S
(a) Annealed at 373K for 7.2ks,
(b) Annealed at 573K for 7.2ks,
(c) Annealed at 673K for 7.2ks.

参考文献

- 1) 塙 悟史: 日本大学大学院生産工学研究科 修士論文, (1994), 5.