1. 緒言

添加した硬質の化合物粒子や,粉末中に存 在する晶出化合物を微細均一に分散させる ことができるメカニカルアロイング(以下 MA)法がある.また,アルミニウム粉末を MA処理すると粉末表面のAl₂O₃が微細に分 散して分散強化がおきる.このような強化の 一例として,急冷凝固したアルミニウム合金 粉末を MA 処理することにより分散粒子が 微細化して、P/M 材の強度が向上することが 報告されている.しかし,時効硬化型のアル ミニウム合金を MA 処理して、析出硬化と分 散強化により高い強度を得ようとすると時 効硬化能の低下が起きる¹⁾. これは Mg を含 む Al 合金を MA 処理すると, ミリング助剤 であるメタノールに含まれる酸素が取り込 まれ,酸化傾向の大きい溶質 Mg が優先的に 酸化されるためと考えられる 2).

本研究では,析出硬化型の 2219,2024, 7N01 アルミニウム合金粉末をミリング助剤 に酸素を含まないグラファイトを用いて, MA処理する.得られた P/M 材の時効硬化 挙動,組織および機械的性質を調べた.メタ ノールを助剤とした MAP/M 材との時効硬 化挙動を比較して,析出硬化の微視的機構を 明らかにすることを目的とした.

2. 実験方法

2.1 試料の配合組成

Table 1 に本研究で使用する 3 種類の合金 の組成分析値を示す.2219,7N01 合金は均 質化熱処理した鋳造材,2024 合金は市販の 圧延板材を出発材料として使用した.

日大生産工(院)	永野	祐太朗
日大生産工	菅又	信 , 久保田正広

Table 1 Chemical composition of alloys

Alminum alloy	Composition(mass%)
2219	AI-6.3Cu-0.3Mn
2024	AI-4.4Cu-0.6Mn-1.6Mg
7N01	AI-4.4Zn-0.4Mn-1.6Mg

2.2 MA 処理および P/M 材の作製

2024,2219,7N01 合金をフライス盤で切 削粉とした.切削粉を MA 処理して P/M 材 とする一連の材料作製工程図を Fig.1 に示す. MA 装置として乾式アトライター型ボール ミルを用いた . Fig.2 にボールミルの概略図 を示す.容量 5000ml のタンク内に鋼球を 17.5kg 装填して, 焼付き防止のためのミリ ング助剤としてグラファイトを1 チャージ 当たり 40g 添加し,回転数 120rpm で 2min 回転させた.鋼球やタンク内に十分グラファ イトが付着した後,切削粉1 チャージ分 (700g)を装入した.なお,酸化防止のため-定流量の Ar ガスを流しタンク内を満たした. またタンク外部を水冷し,インペラー回転数 120rpm で 28.8ks および 108ks の MA 処理 した . MA 終了後に,十分放置冷却し,Ar ガス雰囲気中に取り出したMA粉末を、Fig.3 に示す Al 円筒缶に充填した後,金型に入れ, 圧力 500MPa の冷間プレスで圧粉体とした. 圧粉体の粉末表面の吸着ガスや吸着水分を 除去するため,真空度1.33×10⁻³~10⁻⁴Paで 623K×3.6ks 加熱し脱ガス処理した.その後, 673K で 1.8ks の予備加熱した圧粉体を温度 673K, ラム速度 5mm/min, 押出し比 1:25 で熱間押出して,直径7mmのP/M材を作製 した.

Age hardening behavior of precipitation hardening aluminum alloys prepared by mechanical alloying with graphite as process control agent

Yuutarou NAGANO, Makoto SUGAMATA and Masahiro KUBOTA

3. 材料評価試験

3.1 硬さ試験

MA処理にともなう硬さ変化を調べるため, MA時間が7.2,14.4,28.8,43.2,72,108 ks 経過後の粉末を採取した.粉末をフェノー ル樹脂に埋込み,研磨用アルミナ粒子(0.05 µ m~0.3 µ m)を用いバフ仕上げをした面を測 定面として,マイクロビッカース硬度計を用 いて硬さを測定した.測定条件は荷重10gf, 荷重保持時間20sである.また,測定点は任意 に20ポイントとして,その平均値を硬さ測定 値とした.また,押出したままのP/M材を樹 脂に埋込み,バフ仕上げまで研磨した縦断面 を測定面とした.測定条件は荷重1kgf,荷重 保持時間20sである.ビッカース硬度計によ る測定点は任意に20ポイントとして,その平 均値を硬さ測定値とした.

3.2 P/M材の時効硬化特性

Table 2に各合金の溶体化処理温度と焼き もどし温度を示す.P/M材は空気炉を用いて それぞれの合金の温度に3.6ks保持して溶体 化した後,水焼入れし,オイルバス中で等温 時効させた.硬さを測定する時効時間は,3.6, 7.2,14.4,28.8,57.6,115.2,230.4,460. 8,921.6ksとした.測定条件は荷重1kgf,荷 重保持時間 20sである.ビッカース硬度計に よる測定点は任意に5ポイント取り,その平均 値を硬さ測定値とした.

Table 2Temperatures of heat treatment
of aging .

Alloy	Solution Temp. (K)	Ageing Temp.(K)
2219	808	463
2024	768	463
7N01	723	393

実験結果および考察

4.1 硬さ試験

すべての合金でMA処理時間の経過ととも に硬さの増加を示した.この原因は,MA処理 中に粉末が鋼球の面で繰り返し押しつぶされ



Fig.1 Process chart for P/M materials .



Fig.2 Schematic illustration of attritor type ball mill .



Fig.3 Aluminum alloy can for cold-pressing .

て起こる加工硬化と,生成した化合物による 分散強化の2つが考えられる.

Fig.4 に出発材料の 2219,2024,7N01 合 金の圧延したままの硬さと,MA 処理時間 28.8ks および 108ks の押出したままの P/M 材の硬さを示す.粉末の硬さ同様にすべての 合金ともに,MA 処理時間が長くなると硬さ の増加を示した.この結果から MA 処理時間 を長くすることにより硬さの増した P/M 材 となることが認められる.ここで 28.8ks の MA 処理した押出まま材の硬さは I/M 材と比 べて低い.28.8ks の MA 処理によっては, MA 処理による粉末の微細化が不十分であ るため,低い硬さである.108ks の MA 処理 によると加工硬化や微細粒子の分散によっ て,P/M 材の硬さは 170HV 程度となる.



Fig.4 Hardness of as-extruded P/M materials by mechanically alloying.

4.2 時効硬化曲線

Fig.5 に 2219 合金, Fig.6 に 2024 合金, Fig.7 に 7N01 合金の時効硬化曲線を示す. 図中には I/M 材の時効硬化も合わせて示した.

時効硬化曲線において,溶体化水焼入れ時の硬さと最高硬さの差を時効硬化量とすると,いずれの合金においても I/M 材に比べ, P/M 材の時効硬化量は小さい値を示した.

また,ミリング助剤をグラファイトとした



P/M 材で 723 K × 3.6ks の溶体化水焼入れ後 の硬さに差が生じた .

2219 および 2024 合金の P/M 材では溶体 化水焼入れによって,硬さの増加を示し,等 温時効によって,徐々に硬さが低下する傾向 を示した.これは,溶体化処理材の硬さが高 くなるのは固溶強化で説明することはでき ない.加工硬化の回復,溶質の固溶,助剤の グラファイトの残留による炭化物の生成が 硬さの変化に影響を及ぼすことが考えられ る.

ここで 2000 系が溶体化水焼入れによって 十分な固溶状態が形成されなかったと考え, 溶体化処理時間を変化させて硬さを調べた. Fig.8 に一例として 2024 合金の溶体化水焼 入れ材の溶体化処理時間にともなう硬さの 変化を示す.2024 合金の MA 処理 28.8ks および 108ks ともに溶体化処理時間が 7.2ks までは硬さの増加を示し,7.2ks からは徐々 に硬さの低下を示した.



Fig.8 Hardness of P/M 2024 alloy after the W.Q. for solutioninzing time .

そこで固溶体からの時効硬化を調べるた めに,溶体化の加熱時間を長くした条件で時 効硬化曲線を求めた.Fig.9 は 2024 合金を 723 K × 18ks の溶体化水焼入れして,463 K で等温時効した時効硬化曲線である.

溶体化時の硬さと最高硬さの差によって

求めた時効硬化量を比較すると, I/M 材で 66HV を示し, MA 処理 28.8ks で 42HV, MA 処理 108ks で 71HV といずれも時効硬 化が認められた.

このことからミリング助剤をグラファイトに変えることにより 2024 合金で高い時効 硬化能を得ることが明らかになった.



Fig.9 Age hardening curves of 2024 alloy at 463K.

4. 結言

- すべての合金の押出したままの P/M 材は MA 処理時間が長くなるにつれて高い硬 さを示した.
- 2) グラファイトをミリング助剤として MA した 2024 合金の P/M 材では溶体化処理 時間が 3.6ks では溶質の固溶が不十分で あるが ,加熱時間を 18ks とすると溶質の 固溶が促進し , 焼きもどしによって時効 硬化を示した .

5. 参考文献

M.Tatsuta , D.G.Kim , J.Kaneko and
M.Sugamata : Proc. RASELM91 , (1991) ,
635 .

2)金得圭:博士学位論文,日本大学,(1994),93