

高強度 Al-Zn-Mg-Cu 系合金 P/M 材の時効硬化に及ぼす MA 処理の影響

日大生産工                      ○菅又 信  
東洋アルミニウム (株)      楠井 潤

1. 緒言

メカニカルアロイング(MA)法は、微細な分散粒子による高強度材料の製造プロセスとして開発された技術である。例えばアルミニウム粉末に酸化物等の化合物粉を添加してボールミル処理する MA 法によって、硬い化合物粒子は砕かれて微細にアルミニウム粉末中に分散する。この MA 粉末を熱間押し等で固化成形すると、高強度化に効果のある微細組織を有したアルミニウム基 P/M 材が得られる<sup>1)</sup>。Al-遷移金属系合金等の粉末には、遷移金属のアルミナイドが晶出するが、MA 処理によって晶出化合物は砕かれて微細になることが報告されている<sup>2)</sup>。また、純アルミニウム粉末をボールミル処理すると、スタート粉末表面に生成している酸化物の分散や、導入される高密度の転位組織による結晶組織の微細化によって、高い強度を示す純アルミニウム基 P/M 材となる<sup>3)</sup>。

7000 系合金を代表とする高強度アルミニウム合金は析出硬化によって高い強度を発揮して、多くの合金が実用化されている。最近の航空機を初めとする輸送用機器の高性能化においては、アルミニウム合金に対する高比

強度化がさらに望まれている。強度増加には析出硬化と分散強化の重畳強化が考えられる。

本研究では、急冷凝固法を用いて開発されて、高い強度引張強さを示す 7000 系アルミニウム合金(Mesoalite: 東洋アルミニウム(株)製)<sup>4)</sup>の粉末を MA 処理して P/M 材に固化成形した。すなわち、合金組成による析出硬化に、MA 処理による微細粒子の分散強化を加えて、高強度アルミニウム材料を得ることを目的とした。

2. 実験方法

本研究で用いた 2 種類の Mesoalite 合金のエアアトマイズ粉末の略号と化学分析値を Table1 に示す。Meso20 は Meso10 に Mn を添加した合金で、MnAl<sub>6</sub>粒子が分散している。

Fig.1 に示すアトライター型のボールミルにより 1 チャージを 700g として Mesoalite 合金粉末を MA 処理した。MA 処理時間は 5h および 30h であり、それぞれ 20cc と 40cc のメタノールを MA 助剤として添加した。ボールと粉末の質量比は 25 : 1 であり、アルゴンガスを流しながら、インペラー回転数を 120rpm として MA 処理した。アルゴン雰囲気

中に取り出した MA 粉末を Al 円筒缶に充填して、500MPa での冷間プレスにより圧

Table 1 Designation and composition

Designation	Composition (mass%)
Meso10	Al-9.58Zn-2.86Mg-1.42Cu-0.04Ag
Meso20	Al-10.34Zn-3.18Mg-1.51Cu-0.04Ag-4.05Mn

Effect of mechanical alloying on age-hardening of high-strength P/M materials of Al-Zn-Mg-Cu alloys

Makoto SUGAMATA and Jun KUSUI

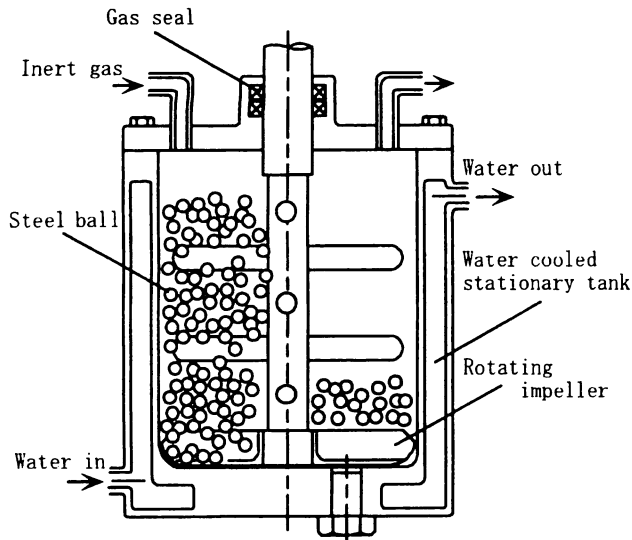


Fig.1 Schematic illustration of attritor type ball mill

粉体とした。その後、623Kで1hの真空脱ガス処理した圧粉体を、673Kで0.5hの予備加熱した後、押出温度を673K、ラム速度を5mm/min、押出比を1:25とした熱間押出によって、直径7mmのP/M材とした。MA処理なしのアトマイズ粉末を同様の工程でP/M材として比較材とした。

得られた各P/M材の時効硬化曲線を求めた。溶体化処理条件は、763K×1hの加熱後に水焼き入れであり、383Kのオイルバス中での焼戻しによる硬さを測定した。P/M材の組織は透過電子顕微鏡、EDS元素分析、X線回折でしらべた。また、押しま材と最高硬さまで析出硬化した材料(T6材)の引張特性値を求めた。

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1 時効硬化曲線

Fig.1に各P/M材の時効硬化曲線を示す。図中には押しま材の硬さも合わせて示した。押しま材に比べて、MA処理材は溶体化水焼き入れによって、硬さにかなりの減少が起こっている。これは、MA処理による加工硬化が溶体化加熱によって回復したことで、

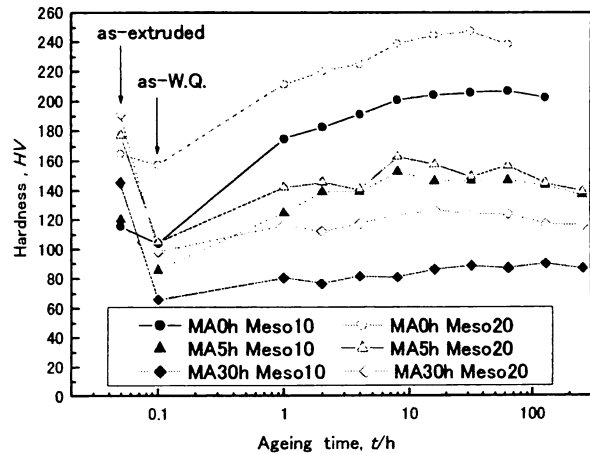


Fig.2 Age hardening curves of P/M materials

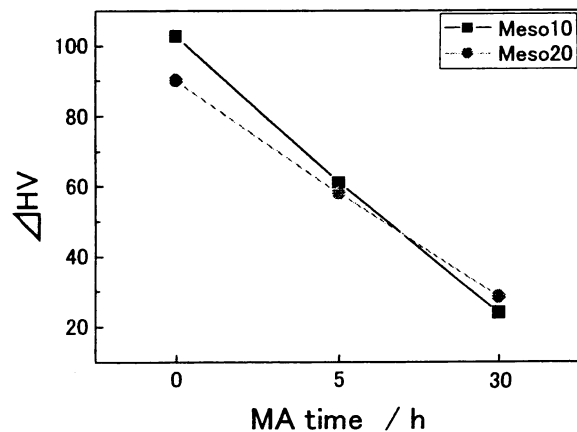


Fig.3 Hardeness increment due to age hardening against MA time

晶出化合物粒子の粗大化が起こったためと考えられる。MA処理なしの材料ではわずかな硬さの低下が見られる。

析出硬化によって最も高い硬さを示すのは、MA処理なしのMeso20であり、240HVに達している。Meso10も220HVを越えるT6材となる。MA処理時間が長くなると到達最高硬さは低下して、MA30hのMeso10で82HV、Meso20で120HVである。

時効硬化曲線において、水焼き入れ時の硬さと最高到達硬さの差を時効硬化量として求めた。その時効硬化量のMA処理による変化をFig.3に示す。Meso10ではMA処理なしの時効硬化量が90HVであるのに対して、MA時間が5hで58HV、MA30hで24HVと減少し

ている。Meso20 でも同様に、MA0 h が 102HV であるのに対して、MA5h で 66HV、MA30 h で 28HV と減少している。したがって、MA 処理によりこれら合金の時効硬化能は低下し、MA 時間が長くなるほどその低下量が大きくなる。

### 3.2 組織観察と元素分析

MA 処理なしの Meso10 合金 P/M 押出ま材の STEM 組織と元素分布を Fig.4 に示す。晶出粒子が押出方向に配列しており、それらは Zn, Mg, Cu を含むことが分かる。これらの時効析出に寄与する元素が互いに結合している状態にあるが、溶体化処理によって Al 中に固溶して、時効処理によって析出して硬化することができる。

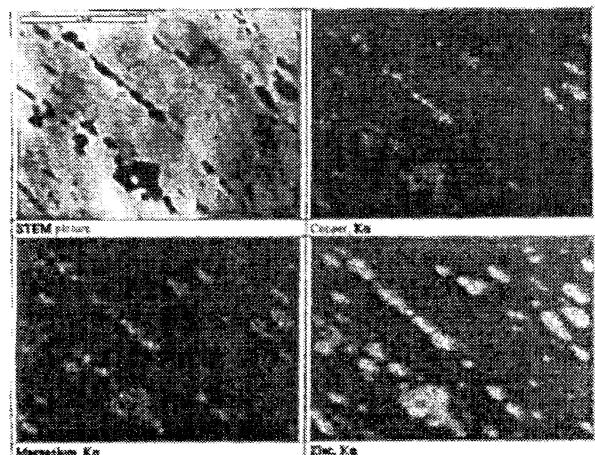


Fig.4 STEM image and distribution of alloying elements of as-extruded Meso10, MA0h.

MA5h の Meso20 合金の P/M・T6 材の STEM 組織と元素分布を Fig.5 に示す。MA 処理材では微細な粒子の分布する領域としない領域が観察され、微視的に不均一な組織となる場合が多い。また、Mn の分布から判断すると、比較的大きい分散粒子は Mn 化合物であることがわかる。また、MA 処理中にメタノールの分解によって遊離した酸素による酸化が起きる。酸素は材料中に取り込まれているが、その分布が Mg の分布とよく対応していることは、Mg 酸化物の生成が認められ

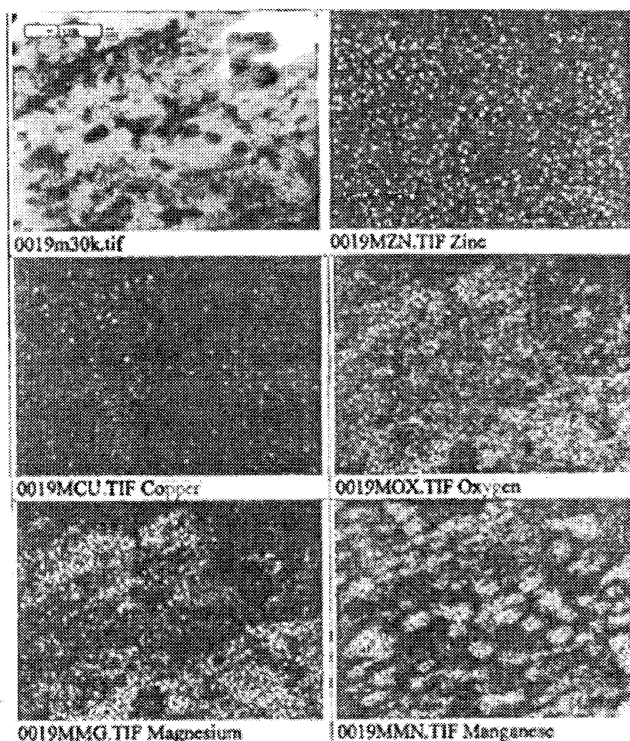


Fig.5 STEM image and distribution of alloying elements of Meso20 - T6, MA5h

る。Mg の分布は Zn の分布との対応は見られず、Zn はほぼ均一に分布している。Cu もほぼ均一に分布している。したがって、Mg の大部分は酸素と結合しているものと思われる。

以上より、MA 処理中に、主としてメタノールの分解によって遊離した酸素が MA 粉末のマトリックスに取り込まれて、それによって溶質 Mg が優先的に酸化されるため、時効硬化をもたらす析出相の生成に必要な溶質 Mg 量が失われる。このこのために MA 処理によって時効硬化能が著しく低下すると判断した。

### 3.3 引張特性

Fig.5 に各合金の MA5h, MA30h の P/M 材と MA 処理なしの P/M 材について、室温における引張強さと伸びを示す。押出しま材の引張強さは、Meso10, Meso20 とともに MA 処理時間が長くなるとともに増加するが、T6 材では逆に低下している。T6 材では MA 処

理による時効硬化能の低下が強度に対して支配的になる。MA 処理材および MA 処理なしの材料ともに、析出硬化によって伸びが低下している。また、Meso10 と Meso20 合金ともに、MA 処理によって押出まま材および T6 材の伸びは低下する。とくに MA 処理時間が長くなると低下が著しい。また、全般に Meso20 より Meso10 の伸びが高い傾向である。

#### 参考文献

- 1) J.S.Benjamin, et al. : Met.Trans., 8(1977), 1301.
- 2) 菊池健 他 : 粉体および粉末冶金, 49(2002),19.
- 3) 久保田正広 他 : 日本大学生産工学部研究報告 A, 36(2003), 11.
- 4) J.Kusui, et al. : Mater. Sci. For., 217-222 (1996), 1823.

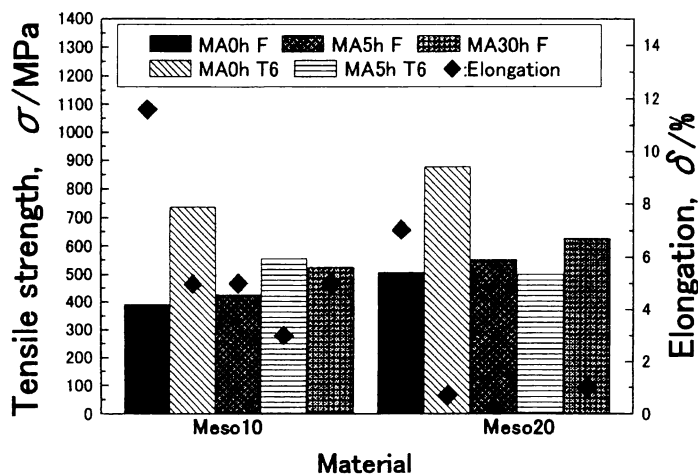


Fig.6 Tensile properties of P/M materials

#### 4. 結 言

- (1) MA 処理時間が長いほど、P/M 材の時効硬化量は減少した。これは、溶質 Mg が MA 処理中に MA 助剤のメタノールの分解によって遊離した酸素と優先的に反応して酸化物を生成して、時効硬化に寄与する溶質 Mg 量が減少するためと考えられる。
- (2) MA 処理によって、押出したままの P/M 材の硬さと引張強さは高くなり、MA 処理 MA 処理時間が長くなるとより高くなった。
- (3) 最高硬さまで時効硬化した P/M 材 (T6 材) の引張強さは、MA 処理によって低下して、長時間の MA 処理によってさらに低下した。これは、MA 処理による時効硬化量の減少による影響である。