

粉末冶金法で作製した Al-23% Si-Cr 合金の硬さに及ぼす Cr 添加量の影響

日大生産工(院) ○永田 和聖 日大生産工 久保田 正広

1. 緒言

近年、日本をはじめとする各国の自動車産業では、カーボンニュートラル達成のため、自動車の動力源を石油で駆動する内燃機関からバッテリーで駆動するモーターへ置き換わる大変革期に突入している。しかしながら、バッテリーの搭載によって車体重量は増加傾向にある。したがって、自動車部品の軽量化が重要であり、その中からブレーキローターに幅広く使用¹⁾されている FC 250 材の代替材料として、軽量かつ耐摩耗性を有する Al-Si 合金の適用を検討した。

一般的に金属は、溶解し型に流し込んで成形する溶解鋳造法を用いて製造されている。そのため、様々な元素を添加することで機械的性質の向上が期待できるが、平衡状態図により添加する元素の種類や量の制約がある。代表的な Al-Si 合金鋳造材として AC9B(Al-20% Si)-T6 材が挙げられるが、この硬さは 131 HV²⁾であり、FC 250 材の硬さ 180 HV¹⁾には達していない。よって、溶解鋳造法による機械的性質の向上に限界がある。

本研究では、Al-Si 合金の硬度を向上させるために、Cr を添加した Al-Si-Cr 合金に粉末冶金法を適用した。粉末冶金法とは、原料粉末を型に入れ焼結する手法で、液相を介さないことから平衡状態図に左右されない合金設計が可能である³⁾。粉末冶金法の中で特に、メカニカルアロイング (Mechanical alloying : MA) と放電プラズマ焼結 (Spark Plasma Sintering : SPS) を組み合わせた MA-SPS プロセスでは、アルミニウム合金の高硬度化に有効である⁴⁾。MA とは、ボールミル装置を用いて粉末を攪拌・混合・粉砕するプロセスである。粉末および攪拌ボールを容器の中に入れ MA 処理をすることで、結晶粒微細化、加工硬化、分散強化、固溶強化といった金属の強化機構を同時に発現することが可能である。SPS は、MA した粉末を低温かつ短時間で固化成形できるプロセスである。MA 処理

した粉末を黒鉛型に装入し上下パンチではさみ、電流および電圧を粉末に直接加えることで粉末間に放電現象を起こさせ、発生するジュール熱と上下のパンチによる加圧によって作製する方法である³⁾。

著者らはこれまでに、MA-SPS プロセスを用いて Cr 添加量を変化させた、亜共晶 Al-3 Si 合金バルク材に対する高硬度化の可能性を提案した⁵⁾。Cr の添加量が最も多い Al-3 Si-10 Cr が最も高い値 200 HV を示したが、Cr 無添加と比較してわずか 4 HV 高硬度化しただけだった。この結果は、亜共晶 Al-Si 合金に対する Cr 添加の効果は小さいことを示唆している。

本研究では、Si 添加量を増やした過共晶 Al-23 Si における Cr 添加量の影響についても調査する。また、MA-SPS プロセスで作製したバルク材に対して、加熱処理を行った際の Cr 添加量が硬さに及ぼす影響について明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 供試材の作製

本研究では、Table 1に示すように Al-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10 mass%)を対象とした。出発原料として純 Al 粉末 (純度 99.9 %, 平均粒径 100 μm)、純 Si 粉末 (純度 99.99 %, 平均粒径 106 μm) および純 Cr 粉末 (純度 99.9 %, 平均粒径 74 μm) を用いた⁵⁾。精密天秤で合計 10 g になるように Al-23 Si に対して Cr 添加量を 0, 1, 5, 10 % と変化させて秤量した⁵⁾。工具鋼製ボールと粉末の重量比を 7:1 とし、アルゴンガス雰囲気中で工具鋼製容器に封入し、振動型ボールミル装置を用いて各粉末の組成に対して MA 処理を 2 h, 4 h および 8 h 行い粉末を作製した⁵⁾。この時、焼き付きを防止する目的としてステアリン酸を 0.25 g 添加した。得られた粉末から 4 g 秤量し SPS 装置を用いて固化成形した。焼結条件は、焼結温度 773 K, 焼結保持時間 10 min とし、加圧力 49 MPa 一定とした⁵⁾。作製したバルク材に対して卓上マッフル炉を用いて

Influence of Cr addition on hardness of Al-23% Si-Cr alloys
fabricated by powder metallurgy

Kazumasa NAGATA and Masahiro KUBOTA

加熱温度773 Kで加熱時間を24 hずつ72 hまで加熱処理を行った。

Table 1 MA time and SPS conditions for Al-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10).

Materials (mass%)	MA and SPS conditions				
	PCA (g)	MA times (h)	Sintering temperature (K)	Sintering times (min)	Sintering pressure (MPa)
Al-23 Si	0.25	2	773	10	49
Al-23 Si-1 Cr		4			
Al-23 Si-5 Cr		8			
Al-23 Si-10 Cr					

2.2 材料特性の評価

Cr 添加量が硬さに及ぼす影響を調べるために、エメリー紙で作製したバルク材の加圧面を研磨後、ビッカース硬さ試験機で測定した。測定条件は、荷重 1 kg、荷重保持時間 15 s とし、各供試材で 10 点測定し、最大値と最小値を除いた 8 点から平均値を求めた。また、加熱処理前後のバルク材の構成相を同定するために X 線回折を行った。回折条件は、CuK α 線を用いて管電圧 40 kV、管電流 40 mA とし、回折速度を 1.66×10^{-2} °/sで回折角度 2θ が 20~80°の範囲とした。

3. 実験結果および考察

3.1 粉末の硬さ

Fig. 1にAl-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10)粉末のMA時間に対する硬さを示す。ここで、図中の破線はPure Al MM 0 hを示しており、硬さは33 HVである。各MA時間において、0 CrのAl-23 Siが133 HV~164 HVを示し最大となった。一方で、Cr添加量が1 Cr、5 Crおよび10 Crの時、71 HV~111 HVを示し各MA時間およびCr添加量において明確な硬さの差は認められなかった。これらの結果から、粉末において、Crを添加することで硬さは低下する傾向が認められた。

3.2 バルク材の硬さ

Fig. 2にAl-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10)バルク材のMA時間に対する硬さを示す。ここで、図中の破線はFC250を示しており、その硬さは180 HV¹⁾である。まず、MA 2 h の時では各組成において178 HV~199 HVを示し、Cr添加量による硬さの変化は認められなかった。一方で、MA 4 hでは5 Crを添加した時に222 HVを示し、0 Crと比較して58 HV高硬度化し、Cr添加による効果が認められた。また、MA 8 hでは、10 Crを添加した時に224 HVを示し、0 Crと比較して

28 HV高硬度化し、Cr添加による効果が認められた。これらの結果から、Cr添加量が硬さに影響を及ぼすのはMA 4 h以上であり、MA 時間が長くなったことによって結晶粒微細化、加工硬化、分散強化、固溶強化といった金属の強化機構がより効率的に発現したことが示唆された。

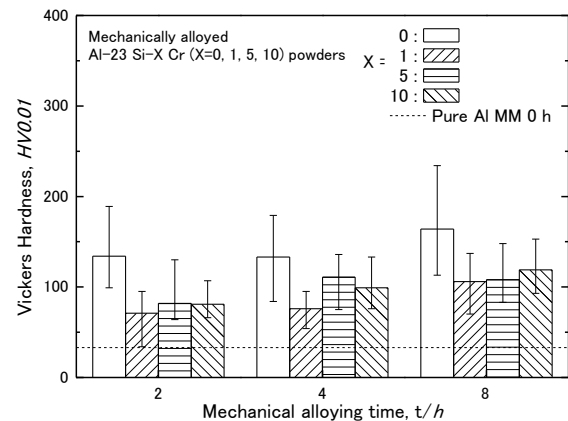


Fig. 1 Vickers hardness of Al-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10) powders as a function of MA times.

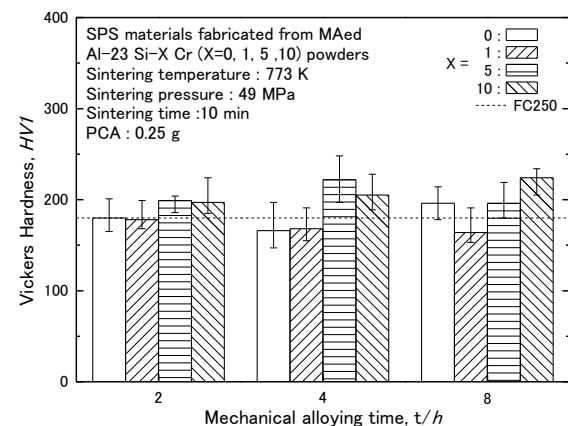


Fig. 2 Vickers hardness of Al-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10) bulk material as a function of MA times.

3.3 硬さに及ぼす加熱処理の影響

Fig. 3, Fig. 4およびFig. 5にMA 2 h, MA 4 hおよびMA 8 hから作製したAl-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10)バルク材の加熱時間に対する硬さを示す。また、Fig. 2と同様に図中の破線はFC250材であり、その硬さは180 HV¹⁾である。MA 2 hから作製したバルク材(Fig. 3)では、加熱処理24 h後までにおいて13 HV~28 HV高硬度化する傾向を示した一方で、加熱処理48 hまでで3 HV~49 HV高硬度化し、特にCr添加の少ない1 Crの時において49 HV高硬度化した。さらに、加熱処理72 h後まででは48

h後までと比較して9 HV~12 HV硬さが変化しており、硬さの変化量は最も少なかった。MA 4 hから作製したバルク材(Fig. 4)では、加熱処理24 h後までで加熱前よりも9 HV~38 HV高硬度化した。加熱処理48 hおよび72 h後では0 HV~18 HV高硬度化した。硬さに変化はほとんど認められなかった。また、どの加熱処理時間においても5 Crが最も高い値を示す傾向が認められた。

MA 8 hから作製したバルク材(Fig. 5)では、加熱処理24 h後において加熱前よりも21 HV~53 HV高硬度化した一方で、加熱処理48 h後および72 h後では3 HV~20 HV高硬度化した。硬さに変化はほとんど認められなかった。特に加熱処理24 h後までは、Cr添加量が多いほど高硬度化する傾向が認められたが、加熱処理24 h~72 hまではCr添加量が少ないほど高硬度化する傾向が認められた。

3.4 X線回折

Fig. 6, Fig. 7およびFig. 8にMA 8 hで作製したAl-23 Si, Al-23 Si-5 CrおよびAl-23 Si-10 Crバルク材の加熱処理72 hまでのX線回折結果を示す。まず、Al-23 Siバルク材(Fig. 6)では、加熱前でAl, Siおよび Al_8SiC_7 が同定されたが、加熱処理後は新たに SiO_2 が同定された。これは、加熱処理中にSiが大気中の酸素と反応し生成されたことが示唆された。さらに、これらの化合物は加熱処理48 h後および72 h後でも同様に同定されており、構成相の変化は認められなかった。

Al-23 Si-5 Crバルク材(Fig. 7)では、加熱処理前でAl, Si, Cr, SiO_2 , Al_9Cr_4 , Al_8SiC_7 , Cr_{23}C_6 が同定され、加熱処理後では新たに Al_2SiO_5 および $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ が同定されたが、Cr, Al_9Cr_4 および Al_8SiC_7 は同定されなかった。このことから、加熱処理中にこれら化合物は固相分解し、Crや大気中の酸素などと固相反応することで Al_2SiO_5 や $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ などの化合物の生成に使われたことが考えられる。さらに、これらの化合物は加熱処理48 h後および72 h後でも同様に認められており、構成相に変化は認められなかった。

Al-23 Si-10 Crバルク材(Fig. 8)では、加熱処理前でAl, Si, Cr, SiO_2 , Al_8SiC_7 および Cr_{23}C_6 が同定されたが、加熱処理後ではAl, Si, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ や Cr_{23}C_6 が同定され、Crは同定されなかった。そのため、Crはすべて化合物の生成に使用されたことが示唆された。さらに、これらの化合物は加熱処理48 h後お

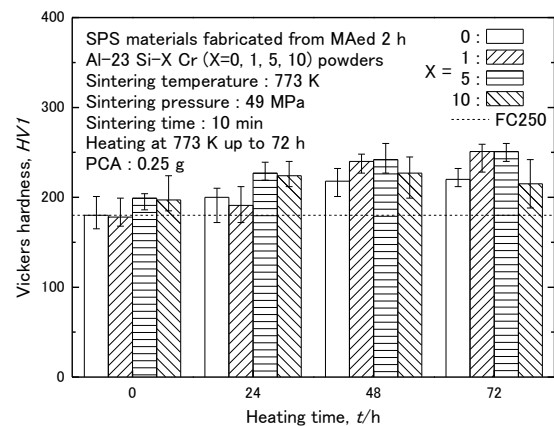


Fig. 3 Vickers hardness of bulk materials fabricated from MAed 2 h Al-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10) powders after heating 773 K up to 72 h.

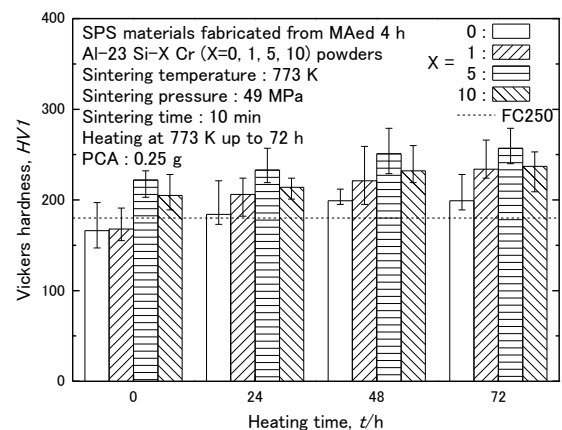


Fig. 4 Vickers hardness of bulk materials fabricated from MAed 4 h Al-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10) powders after heating 773 K up to 72 h.

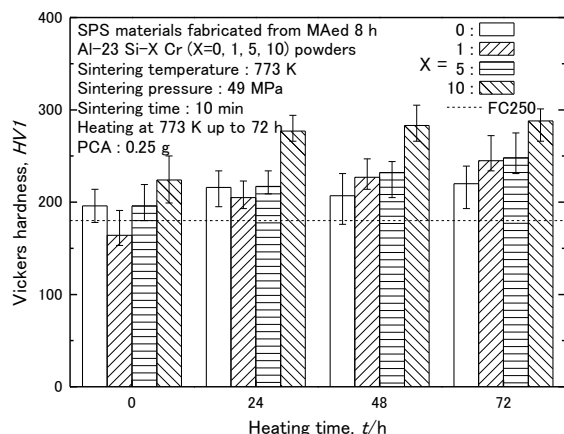


Fig. 5 Vickers hardness of bulk materials fabricated from MAed 8 h Al-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10) powders after heating 773 K up to 72 h.

よび 72 h 後でも同様に同定され、構成相に変化が認められなかった。が同定されたが、加熱処理後では Al, Si, $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ や Cr_{23}C_6 が同定され、Cr は同定されなかった。そのため、Cr はすべて化合物の生成に使用されたことが示唆された。さらに、これらの化合物は加熱処理 48 h 後および 72 h 後でも同様に同定され、構成相に変化が認められなかった。

4. 結言

MA-SPS プロセスで作製した Al-23 Si-X Cr (X=0, 1, 5, 10) バルク材の加熱前後の硬さに及ぼす Cr 添加量の影響について調査した結果、以下の知見が得られた。

- 1) 粉末の硬さは、Cr 添加によって 20 HV ~60 HV 低下したが、Cr 添加量による硬さの差は認められなかった。
- 2) MA 8 h で作製した Al-23 Si-10 Cr バルク材の硬さ 224 HV は、加熱処理を 72 h 行うことで 64 HV 高硬度化し、最も高い値となった。
- 3) 加熱処理時間が長くなるほど Cr 添加量が少ないバルク材が高硬度化する傾向を示した。
- 4) バルク材の構成相は、加熱処理 24 h まで変化が認められ、加熱処理 48 h ~72 h では変化が認められなかった。

参考文献

- 1) 新井 浩, 辻村太郎, 清水保雄, 鋳鉄ブレーキ材の摩擦摩耗に及ぼすクロムの影響, 鋳物, 67 (1995), 800-806.
- 2) 塩沢和章, 西野精一, 東田義彦, 孫曙明, 溶湯鍛造アルミニウム合金 AC8A-T6 および AC4C-T6 の微小き裂進展挙動と疲労寿命評価, 日本機械学会論文集 A 編, 60 (1994), 663-670.
- 3) 久保田正広, 粉末冶金法による軽金属の高強度化, 軽金属, 67 (2017), 243-250.
- 4) 幸田 一希, 久保田 正広, MA-SPS プロセスによる Al-HEA 合金の創製, 軽金属, 73 (2023), 633-638.
- 5) 永田和聖, 久保田正広, MA-SPS プロセスによる Al-3% Si の特性におよぼす Cr の添加量の影響, 軽金属学会第 146 回春期大会講演概要 (2024), 1-2.

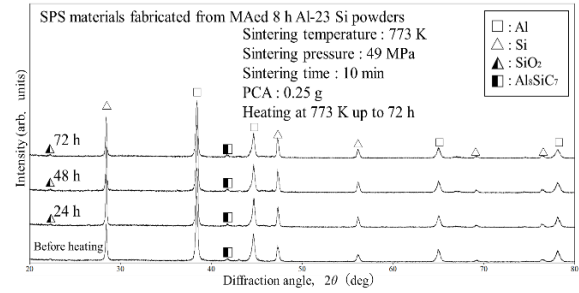


Fig. 6 X-ray diffraction patterns of bulk materials fabricated from MAed 8 h Al-23 Si powder after heating at 773 K up to 72 h.

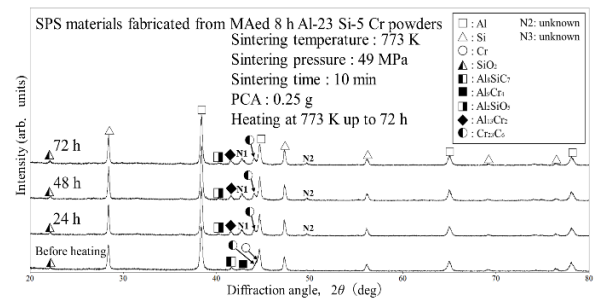


Fig. 7 X-ray diffraction patterns of bulk materials fabricated from MAed 8 h Al-23 Si-5 Cr powder after heating at 773 K up to 72 h.

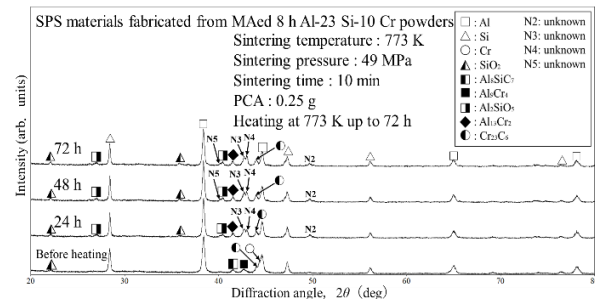


Fig. 8 X-ray diffraction patterns of bulk materials fabricated from MAed 8 h Al-23 Si-10 Cr powder after heating at 773 K up to 72 h.