

論文

元素粉末添加による焼結マグネシウムの強度特性

岩岡 拓^{*1)} 青沼 昌幸^{*1)} 寺西 義一^{*2)} 森河 和雄^{*3)}

Strength and ductility properties of sintered magnesium due to addition of elemental powder

Taku Iwaoka^{*1)}, Masayuki Aonuma^{*1)}, Yoshikazu Teranishi^{*2)}, Kazuo Morikawa^{*3)}

Magnesium alloys are the lightest metallic materials for practical use, and are regarded as environmentally-friendly materials. Powder metallurgy may lead to the creation of new magnesium alloys that are industrially useful. In order to compact and sinter magnesium powders, special consolidation processes must be used. These processes are obviously complex and not cost effective. Thus, a new approach for easy handling is necessary. This study considered magnesium powder metallurgy using aluminum, zinc and tin powders. The magnesium powder mixtures, which consist of these elemental powders, were consolidated by pulsed current pressure. It was found that the strength and ductility properties of magnesium sintered compacts were remarkably higher than that of as-cast AZ91. The high quality compacts are easily obtained in a shorter time than conventional processes such as hot-pressing. Therefore, this process may be offered as a new alloy system for magnesium powder metallurgy.

キーワード : マグネシウム, 粉末冶金, 抗折力, AZ91 合金

Keywords : Magnesium, Powder metallurgy, Transverse rupture strength, AZ91 alloy

1. はじめに

Mg合金は、低密度かつ高比強度であり、軽量性を重視する電子機器の筐体や自動車関連の部品に用いられる。その他、制振性⁽¹⁾に優れるため、駆動系部品の振動吸収材としても用いられる。Mgは、結晶構造に依存するホール・ペッチ係数が、他の結晶構造の金属に比べて大きく、Mg合金の強度は、結晶粒径に強く依存する⁽²⁾。

そこで、Mgの焼結法としてパルス通電加圧による焼結に着目した。この焼結法は、加圧と同時に粉末あるいは粉末を充填した型にパルス電流を直接通電させて、粉末あるいは型の抵抗加熱を利用する加熱効率に優れる焼結法である。したがって、ホットプレス等の外熱式に比べて、生成相や結晶粒の粗大成長の抑制作用があり、原料粉末の微細組織を保持した焼結体が得られ易い特長がある。更に、粉末の電気抵抗及び圧粉圧力条件によっては、粉末粒子間の放電やジュール熱による粉末表面の吸着ガスの排出や酸化皮膜の破壊作用がある⁽³⁾。

本研究では、焼結に及ぼすパルス通電加圧の影響と元素粉末添加の影響を分けて検討するために、まず、純Mg粉末に及ぼすパルス通電加圧の影響について検討した。更に、Al及びZnの元素粉末を純Mg粉末と混合した混合粉を焼結し、得られた焼結体の抗折力を求め、既存合金の抗折力と比較し、純Mg粉末の液相焼結におけるAlとZnの添加の影響

について検討した。

2. 実験方法

供試粉末は、純Mg粉末 (CM-100, 中央工産株式会社)、純Al粉末 (VA-200, 山石金属株式会社)、及び、Zn粉末 (Zn-At-350, 福田金属箔粉工業株式会社)を用いた。母粉末である純Mg粉末に他の粉末を0.1~1.5 mass%添加したものを乳鉢混合する事で混合粉を準備した。ただし、パルス通電加圧の焼結体強度に及ぼす影響については純Mg粉末を用いて検討した。パルス通電加圧焼結の模式図を図1に示す。黒鉛型の内壁に黒鉛-有機バインダー系離型剤を塗布し、各混合粉を黒鉛型に充填し、パルス通電加圧焼結装置 (SPS-625, 富士電波工機株式会社)のチャンバー内に黒鉛型を設置した。

図2は焼結処理条件を示す。パルス通電加圧の影響を調べるために、昇温中の圧粉圧力を10, 50 MPaとし、昇温速度を5 K/s, 焼結温度を823 K, 保持時間を600 sとして焼結を行った。焼結中の雰囲気は減圧し続け、焼結開始時のチャンバー内圧力は2 Pa程度とした。焼結温度は黒鉛型内部を測温する事で制御した。

作製した焼結体の焼結性を評価するために、万能試験機 (AG-10TD, 株式会社島津製作所)を用いて抗折試験を行った。試験片寸法は、10×35×6 mm³とし支点間距離は30 mmとした。クロスヘッド速度は、1 mm/minとし、試験片が破壊されるまで試験を行った。焼結体の組織及び抗折試験後の破面の観察は、光学顕微鏡及びSEM (ERA-8900FE, 株式会社エリオニクス)を用いた。

事業名 平成24年度 基盤研究

*1) 機械技術グループ

*2) 表面技術グループ

*3) 高度分析開発セクター

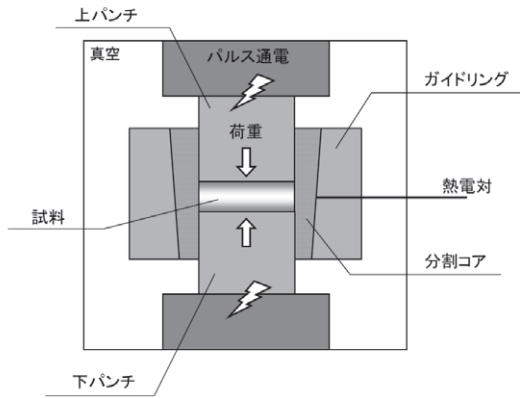


図1. パルス通電加圧焼結法の模式図

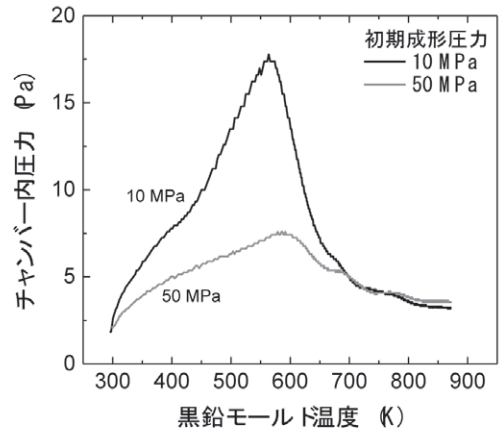


図3. チャンバー内圧力に及ぼす初期成形圧力の影響

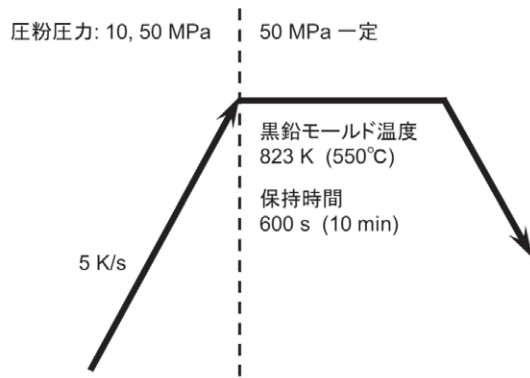


図2. 焼結条件

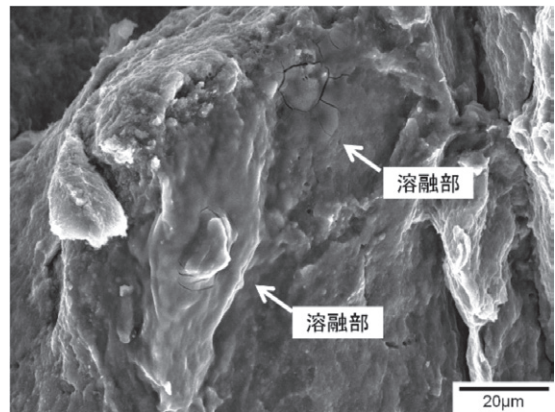


図4. パルス通電加圧した純Mg粉末の表面

3. 実験結果及び考察

3. 1 純Mg粉末に及ぼすパルス通電加圧の影響 黒鉛型温度変化に対するチャンバー内圧力の変化を図3に示す。温度上昇に伴いチャンバー内圧力は増加し、保持温度に到達するまでに再び減圧された。また、そのピーク値は、圧粉圧力が小さい方が、大きい事がわかった。圧粉圧力を低くする事で、成形体からのガス排出が顕著になり、チャンバー内の真空度が低下したと考えられる。図4は、圧粉圧力が10 MPaで昇温したままの粉末表面のSEM像を示す。粉末表面には部分熔融が認められた事から、パルス通電によって、粉末間の接触部が、通電による抵抗加熱によって黒鉛型温度よりも高温となり、接触部が熔融したと考えられる。

焼結体の抗折力の変化が粉末間の結合面積のみに依存すると仮定すると、結合面積率と抗折力は比例関係となる。図5は、冷間成形後に常圧焼結を行って作製した焼結体の抗折試験後の破面観察結果を示す。この試料は、301 Kで500 MPaの成形圧力で圧粉した後に、873 Kで60 minの焼結を行ったものである。この破面観察像から求めた結合面積率の測定例を図6に示す。破面形態から結合部分とする箇

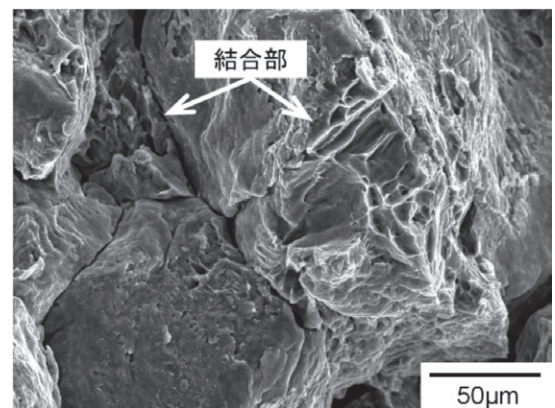


図5. 冷間成形及び常圧焼結による焼結体の破面

所を切り抜いて、その部分の結合面積率を画像解析により求めた。画像の下側にその結合面積率を示した。この結合面積率は、任意の3箇所視野における結合面積率の平均とした。ただし、結合面積率は、粉末の粒内破断した部分を、観察像から画像処理し求めているため、真の結合面積率ではない。なお、温間成形及びパルス通電加圧を行った焼結

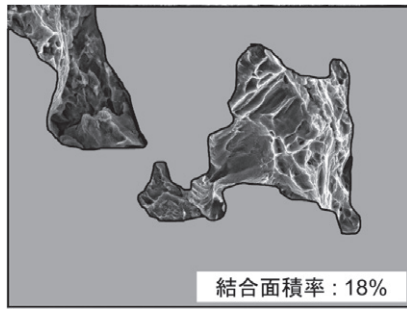


図6. 図5の破面による結合面積率の測定例

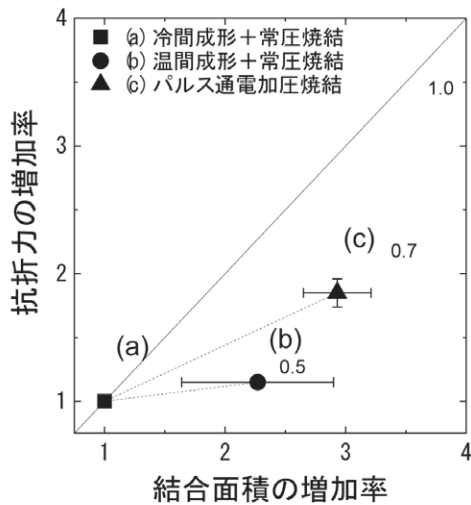


図7. 抗折力に及ぼす結合面積の影響

体についても同様の方法で結合面積率を算出した。

図7は、抗折力の増加率に及ぼす結合面積の増加率の影響を示す。冷間成形から温間成形に移行すると、結合面積率はおよそ2.3倍増加するのに対して、抗折力はおおよそ1.2倍の増加であった。冷間成形からパルス通電加圧に移行すると、2.9倍の結合面積の増加率に対して、1.9倍の抗折力の増加率であった。したがって、抗折力に対する結合面積率の寄与度は、最大を1.0とした場合、温間成形では約0.5、パルス通電加圧では約0.7である。即ち、パルス通電加圧は、酸化皮膜で覆われたマグネシウム粉末間の結合面積を増加させ、その増加率の約70%が抗折力の増加に寄与していると考えられる。

3. 2 元素粉末混合の影響 各種混合粉の焼結体の抗折力と曲げ歪の関係を図8に示す。比較のため純Mg及びAZ91のas-cast材の値も示す。抗折力及び曲げ歪がどちらも優れる値を示す試料は、05Zn (0.5 mass%Zn)、1Zn (1 mass%Zn)であった。これらは、AZ91のas-cast材よりも合金元素量が少量であるにも関わらず、AZ91のas-cast材の抗折力に近い値を示し、曲げ歪は、AZ91のas-cast材よりも優れた結果となった。

図9は、1Znの抗折試験後の破面近傍の断面組織を示す。

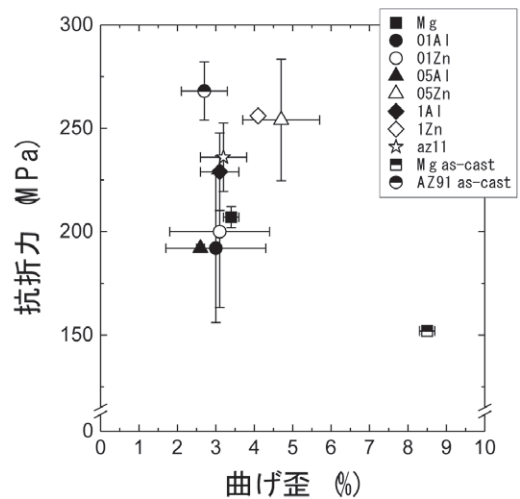


図8. 焼結体の抗折力と曲げ歪

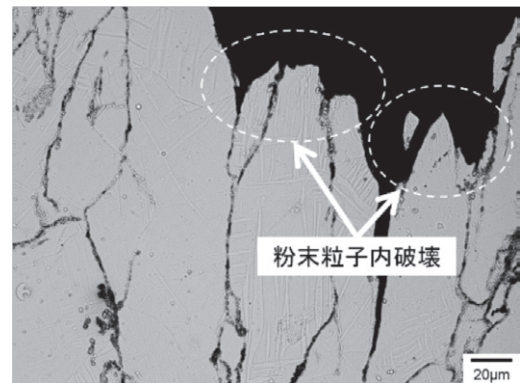


図9. 1Zn焼結体の破面近傍の断面組織

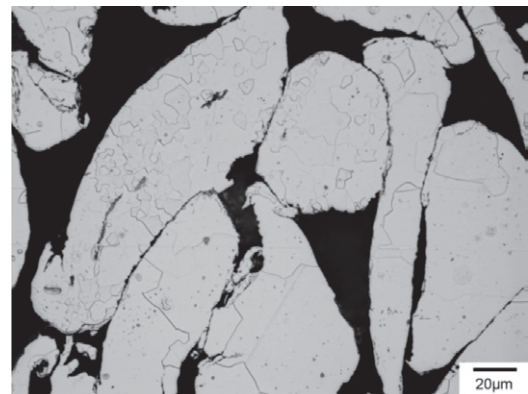


図10. 原料粉末の断面組織

破壊は粉末粒子間の他に粉末粒子内でも生じていたことから、粉末間の結合は強化されたと考えられる。一方、添加元素による生成相は観察されず、焼結組織は α -Mg単相であった。本実験では黒鉛型温度と成形体の温度差はおおよそ50 Kであった。黒鉛型温度を823 Kに制御した場合、成形体温度はおおよそ873 Kであった。Mgの場合、873 Kでは、本実験の組成では添加元素は α -Mg相に固溶する事が考えられるため、添加元素による生成相の影響は考えにくい。また、添加量が少量であるため固溶強化による抗折力の増

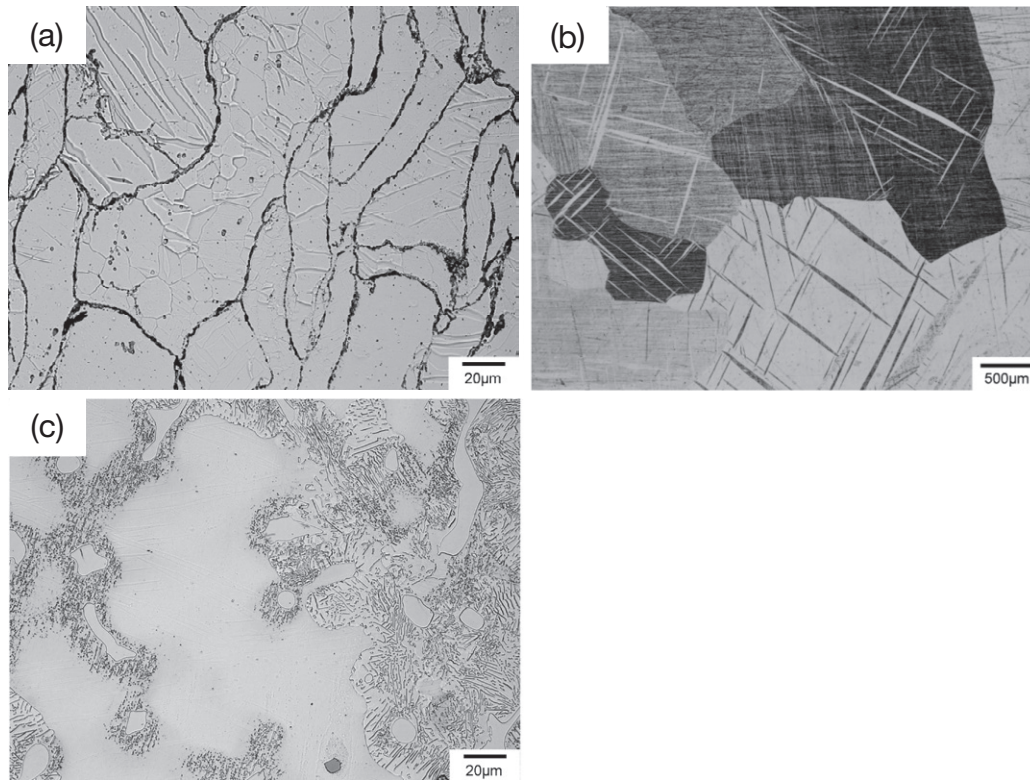


図11. 各プロセスによるMg材料の組織：(a)パルス通電加圧焼結体，(b) as-cast純Mg，(c) as-cast AZ91

加も考えにくく、元素添加は粉末間の結合強化に作用した可能性が高い。

図10は、原料粉の断面組織を示す。粉末内部は5~60 μm の結晶粒が観察された。図11は、元素粉末を添加した混合粉のパルス通電加圧による焼結体の代表的な組織(図11(a))、純Mgのas-cast材(図11(b))及び、AZ91のas-cast材の組織(図11(c))の観察結果である。図11(a)のパルス通電加圧による焼結体では、元素粉末の添加による生成相は見られなかったが、平均結晶粒径が10 μm の結晶粒が観察された。図10の原料粉内部に観察される微細結晶粒が、短時間焼結によって焼結後も極端な粗大化が起こらず維持されている事がわかった。また、原料粉の粒子界が明瞭に観察された事から、原料粉末表面の酸化皮膜は、パルス通電加圧による焼結後も、結合された原料粉の粒子界に残存していたと考えられる。図11(b)の純Mgのas-cast材では、平均結晶粒径が約1.5 mmの粗大粒が観察され、図11(c)のAZ91のas-cast材では、 α 相、 β 相及び α - β 共晶相が観察された。

パルス通電加圧によるMg焼結体は、原料粉の粒子界に酸化皮膜が残存していたにもかかわらず、図8に示す通り、as-cast材に比べて特異な強度特性が示された。この事から、元素粉末添加によって原料粉の結合が強化され、原料粉内部の組織がMg焼結体の強度特性に影響を及ぼしたと考えられる。即ち、図11の結果から、他のプロセスでは得られない α -Mg単相及びMgの微細結晶粒によって、as-cast材とは異なる強度特性が得られたと考えられる⁽⁴⁾。

4. まとめ

変形双晶の形成等、Mg特有の力学的性質について今後考慮する必要があるが、微細組織を有する原料粉末を他の元素粉末と混合し、パルス通電加圧により短時間で焼結する事で、原料粉末の微細結晶粒の有効活用によるMg焼結合金の強度特性の向上が示された。

例えば、マグネシウムのヤング率が更に1.6倍に増加すれば、アルミニウム製品の設計を変更せずに、アルミニウムからマグネシウムに置き換えるだけで、約30%の軽量化が見込まれる。即ち、マグネシウムの軽量性や機能(制振性、放熱性等)と、粉末冶金の特長(ニヤネットシェイプ、寸法精度等)を活かした製品への適用が期待される。

(平成25年7月18日受付，平成25年8月15日再受付)

文 献

- (1)杉本：“防振合金—その基礎と展望”，日本金属学会会報，Vol.14，No.8，pp.491-498 (1975)
- (2)小池，宮村：“多結晶マグネシウム合金における塑性変形の微視的機構”，軽金属，Vol.54，No.11，pp.460-464 (2004)
- (3)尾崎，小林，西尾，松本，杉山：“パルス通電焼結における焼結初期の現象”，粉体及び粉末冶金，Vol.47，No.3，pp.293-297 (2000)
- (4)岩岡，中村：“Mg-Al-Zn系粉末混合物の焼結に及ぼすパルス通電加圧の影響”，粉体及び粉末冶金，Vol.59，No.12，pp.685-692 (2012)