

K6-6

アルミニウム合金の TiB<sub>2</sub> 添加による結晶粒微細化強化Grain refinement strengthening by addition of TiB<sub>2</sub> powder in aluminum alloy○根岸昂也<sup>1</sup>, 込宮秀宥<sup>2</sup>, 大谷実由<sup>2</sup>, 出井裕<sup>3</sup>, 小宮良樹<sup>3</sup>\*Kohya Negishi<sup>1</sup>, Hidehiro Komiya<sup>2</sup>, Miyu Otani<sup>2</sup>, Hiroshi Izui<sup>3</sup>, Yoshiki Komiya<sup>3</sup>

Abstract: Aluminum alloys have the advantages of lightweight and excellent in workability, but they have the disadvantage of low strength. To enhance the strength, we refined grains in the alloy. Grain refinement was approached at two process points. One is applying strain to generate many grain nucleus. The other is adding powder to prevent grain growth. To investigate effects of strain and additives to the alloy, aluminum alloys were sintered at 70 MPa or 80 MPa, changing the matrix from aluminum to Al-2.5mass%Mg alloy, and changing the content of TiB<sub>2</sub> powder. As the result, the grain size was finer sintered at higher pressure, and suitable amount of TiB<sub>2</sub>. These grain refinements improve tensile strength of sintered aluminum.

## 1. 緒言

アルミニウム(Al)は軽量でありリサイクルも容易なことから、環境問題改善の重要な材料となっている。しかし、強度が低いこと、強度の改善が不可欠である。本研究では、新たな Al の強度改善方法を試み、強度評価を行った。

結晶粒微細化と呼ばれる手法で Al の強化、改善を行う。この手法を用いた Al 強化の研究は、歴史があり、生産性の良い鋳造ではよく行われているが、近年融点や比重の異なる材料でも、均一な複合材料の作製が容易な焼結が注目されている。そのため、焼結における結晶粒微細化の手法、効果を解明するために研究を行った。結晶粒微細化強化は他の手法と比べて、金属材料の延性や靱性をあまり損なわずに強度を増加できる有効な手法である<sup>[1]</sup>。結晶粒を微細化することで、転位すべりの障害となる結晶粒界が増加し、強度が向上する<sup>[2]</sup>。そこで、難焼結材料でも均一な焼結体の作製が容易で、短時間、低温での処理が可能で粒成長の抑制に最適な放電プラズマ焼結法を用いた。また、焼結中の温度が高いために結晶粒が粗大化してしまうため、抑制する添加材が必要であると考えられる<sup>[3]</sup>。そこで、Al の結晶粒微細化の添加材として相性が良いとされている二ホウ化チタン(TiB<sub>2</sub>)を添加した。

本研究では、まず母材を Al とし結晶粒生成過程の比較をするため、焼結圧力を 70 MPa と 80 MPa の 2 種類とした。加えて、結晶粒粗大化過程を焼結圧力の違いで比較するため TiB<sub>2</sub> の添加量を変化させ、結晶粒径と機械的特性の関係性を調べた。次に母材が合金化となる場合の結晶粒微細化過程を調べるために、Al-2.5mass%Mg 合金を母材とし焼結圧力 80 MPa で母材が Al の場合と同様の研究を行った。また、焼結した際、Mg が凝集するため、Mg を拡散させるために Al-2.5mass%Mg 合金においては熱処理を行った。

## 2. 実験方法

## 2.1 供試材料

母材に Al 粉末((株)高純度化学研究所製)の粒径

106~180 μm, Mg 粉末(SFM 社(スイス))の粒径が平均 60 μm のものを使用し、添加材に TiB<sub>2</sub> 粉末(日本新金属(製))の粒径が平均 1.81 μm のものを使用した。

## 2.2 粉末の混合方法

遊星ボールミルを用いて粉末の混合を行った。回転数 200 rpm, 10 min で粉末の混合を行った。Al と Mg を母材とする場合は Al 粉末と Mg 粉末を Al-2.5mass%Mg 合金になるように混合し、その後添加材 TiB<sub>2</sub> 粉末を混合した。

## 2.3 試験片の作製

放電プラズマ焼結機を用いて試験片の作製を行った。焼結条件は焼結速度 50 °C/min, 焼結温度 500 °C, 保持時間 10 min, 焼結圧力は母材が Al の場合は 70 MPa と 80 MPa, Al-2.5mass%Mg 合金の場合は 80 MPa とした。また、Al-2.5mass%Mg 合金においては Mg を均質に拡散させるため、熱処理を行った。熱処理は Ar 雰囲気 400 °C, 6 hour で電気炉を用いて行った。

## 2.4 引張試験

SPS で作製した試験片を長さ 56 mm, 幅 11 mm, 試験部幅 4 mm の形状に加工し、万能試験機に取り付け、引張速度は 0.5 mm/min で行った。

## 2.5 粒径測定・表面観察

光学顕微鏡で観察した結晶粒を撮影し、結晶粒の測定を画像処理・解析ソフトウェアの ImageJ を用いて行った。また、走査型電子顕微鏡(SEM)とエネルギー分散型 X 線分析(EDX)を用いてマイクロ組織の観察を行った。

## 3. 実験結果および考察

TiB<sub>2</sub> 添加量に対する平均結晶粒径の変化を Fig. 3.1 に、Al-2.5mass%Mg-1.0 mass%TiB<sub>2</sub> における SEM 観察結果での反射電子像と Ti 分布の元素分析を Fig. 3.2 に示す。Fig. 3.1 より Al-2.5 mass%Mg 合金と Al(70 MPa)では TiB<sub>2</sub> 添加量が 1.0 mass%の時に結晶粒径が最小となり、Al(80 MPa)では TiB<sub>2</sub> 添加量が 1.5 mass%で最小となることを確認できる。また、過剰の添加では結晶粒径の微細化効果は現れなくなることが分かる。ここで、TiB<sub>2</sub> を添加したことにより結晶粒が微細化したのはピン止め効果に

1 : 日大理工・院(前)・航宇, 2 : 日大理工・学部・航宇, 3 : 日大理工・教員・航宇

よるものとする。Fig. 3.2 b)に示すTiの分布がTiB<sub>2</sub>を示している。さらにFig. 3.2 a)と見比べることでTiB<sub>2</sub>が結晶粒界付近に存在していることが分かる。このことから、再結晶温度で結晶粒が成長するのをTiB<sub>2</sub>がピン止め効果を発揮したことで結晶粒は微細化したと考えられる。また、熱処理を施すことで結晶粒が大きくなったのは、焼なまし温度での長時間保持により粒界移動と結晶粒成長が起こるため<sup>4)</sup>である。また、Alの焼結圧力70 MPaと80 MPaを比較してみると、80 MPaの方が結晶粒径が微細化していることが分かる。これは今回の結晶粒の微細化の方法に関係があると考えられる。焼結圧力の高い方がひずみが多く発生し、そのひずみエネルギーが再結晶粒生成の駆動力となり、数多くの結晶が生成され、結晶粒が微細化させる。以上のことより、高圧力の80 MPaで焼結することにより結晶粒径が小さくなったと考えられる。次にAl-2.5mass%Mg合金とAlを比較してみると、Al-2.5mass%Mg合金の方が結晶粒が微細化しており、また結晶粒が最小となる添加量は少ない。これは、Al-2.5mass%Mg合金(80 MPa)がAl(80 MPa)よりも結晶粒径が小さいことから分かるように、Mgが高温時にAlの結晶粒粗大化を妨げたためと考える。つまり、Mg、TiB<sub>2</sub>それぞれがAlの結晶粒粗大化を抑制したため、Alと比べて結晶粒径を最小とする添加量が少なくなり、それ以上では飽和してしまい微細化効果が現れなくなった。以上より合金化すると結晶粒が小さくなり、最小となる添加材の添加量は少なくなる。

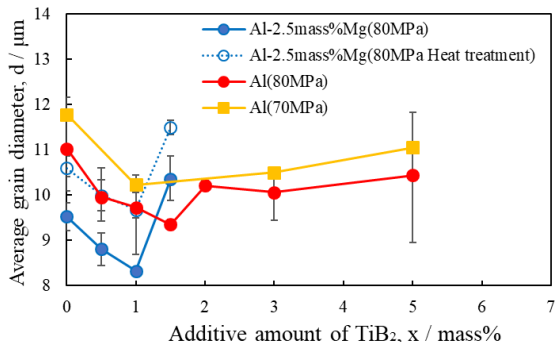


Fig. 3.1 Changes in average gain size diameter of Al compact as a function of TiB<sub>2</sub> additive amount.

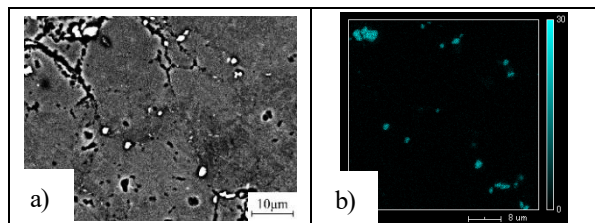


Fig. 3.2 SEM micrograph a) BSE b) EDX mapping image of Ti in Al-2.5mass%Mg-1.0mass%TiB<sub>2</sub>.

TiB<sub>2</sub>添加量に対する引張強度の変化をFig. 3.3に示す。Fig. 3.3よりAl-2.5mass%Mg合金ではTiB<sub>2</sub>添加量が1.0 mass%, Al(80 MPa)では1.5 mass%, Al(70 MPa)では1~3

mass%付近で引張強度が最大となっている。そこで結晶粒径の測定の結果を見てみると、結晶粒径が小さいときに引張強度が大きくなっていることが分かる。これは、結晶粒が転位の動きでせん断変形するとき、隣の結晶粒に変形を伝えるせん断応力が必要となる<sup>5)</sup>ためである。つまり、結晶粒が小さくなれば、それだけ転位すべりの障害となる結晶粒界が増えるため、材料を破断するのにより多くの応力が必要となる。

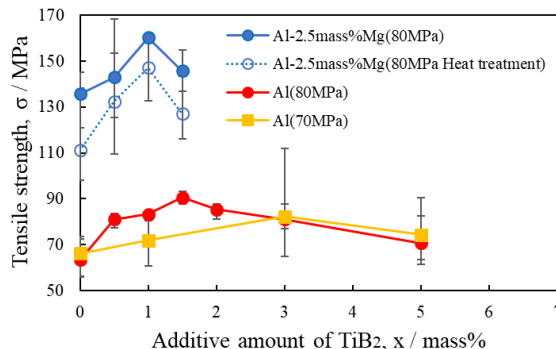


Fig. 3.3 Changes in tensile strength as a function of TiB<sub>2</sub> additive amount.

#### 4. 結言

本研究より以下のことが明らかになった。

- 1) Al-2.5mass%Mg合金およびAlにTiB<sub>2</sub>を添加するとピン止め効果により結晶粒が微細化されるが、最適な添加量以上の添加では結晶粒径が大きくなり、結晶粒微細化の効果を失う。
- 2) 結晶粒径は焼結圧力が高い80 MPaの方が70 MPaより微細化される。
- 3) 母材が合金化している方が結晶粒粗大化を抑制する因子が増えるため、結晶粒が最小となる添加材の添加量は少なくなる。
- 4) 引張強度と結晶粒の大きさには親密な関係があり、結晶粒を微細化することは材料強化においてとても重要な因子であるといえる。

#### 5. 参考文献

- [1]木村 勇次, 高木 節雄:「結晶粒微細化強化の追及」, までりあ, Vol.36, No.11, pp.1062, 1997年
- [2]新日本製鉄株式会社:「NIPPON STEEL MONTHLY 2007 MAY」, Vol.168, pp.15,16, 2007年
- [3]佐々木 優嘉・松浦 清隆・大笹 憲一・大野 宗一:「チタン添加による炭素鋼の製造オーステナイト結晶粒の微細化」, 鉄と鋼 Tetu-to-Hagane Vol. 94, No. 11, 2008年
- [4]丸山 公一, 藤原 雅美, 吉見 享祐:「基礎から学ぶ構造金属材料」, 内田老鶴圃 pp.130-132,140-141, 2014年
- [5]矢部 彰:「JSME テキストシリーズ機械材料学」, 日本機械学会 pp.35-36, 2008年