研 究

非晶質 Cu-Ti 粒子を含有するアルミニウム粉末の押出し加工

師岡 利政^{☆1}, 湯浅 栄二^{☆1}, 守川 洋^{☆2}^{☆1} 武蔵工業大学機械工学科, 〒158 世田谷区玉堤1-28-1.^{☆2} 武蔵工業大学大学院, 〒158 世田谷区玉堤1-28-1.

Extrusion of Aluminum Powder Containing Amorphous Cu-Ti Particles

Toshimasa Morooka^{☆1}, Eiji Yuasa^{☆1} and You Morikawa^{☆2}^{☆1} Department of Mechanical Engineering, Musashi Institute of Technology, 1-28-1 Tamazutsumi Setagaya-ku, Tokyo 158.^{☆2} Graduate school, Musashi Institute of Technology, 1-28-1 Tamazutsumi Setagaya-ku, Tokyo 158.

Received December 1, 1993

Mixture of aluminum and amorphous Ti-43at%Cu powders was mechanically alloyed to produce aluminum powder with a dispersion of amorphous particles. Microstructural changes in the both particles during the mechanical alloying and influence of heating on the structure of alloyed powder were investigated by using X-ray diffraction and differential thermal analysis. In the powder mechanically alloyed for prolong milling period than 14.4ks, intermetallic Al₂Cu phase is formed by the heating at 600K and the Al₃Ti and Al₂Cu₃ phases are formed at 800K. The forming temperature of Al₃Ti and Al₂Cu₃ phases decreases with the increasing of milling period. Crystallization of CuTi from the amorphous phase begins at about 700K. Extrusion of the mechanically alloyed powder was carried out at 573K, the amorphous structure of Ti-43at%Cu particle was unchanged during the heating at that temperature. The hardness of the extruded alloy increases with increasing of the mechanical alloying period and the heating temperature.

1 緒 言

非晶質合金は種々の優れた特性を持つ合金であるが、ほとんどが粉末として作られているので、これを工業的に利用するためには一定の形状に固化成形する必要がある。このため、例えば加圧焼結¹⁾、粉末圧延²⁾、粉末押出し^{3, 4)}、衝撃固化⁵⁾などの方法が試みられている。著者らは前報⁶⁾においてマトリックスとしての純アルミ粉末と非晶質CuTi合金粉末の混合粉をMAすると、Al相と

非晶質相の界面で拡散による濃度勾配を生じるが、さらにMAを行うと均一化することを認めた。本研究ではこの過程で得られたMA粉末を押出し加工するために、先ず加工温度付近での粉末組織の変化及び押出し加工材の硬さ変化について調べた。

2 実験方法

本実験では、前報⁶⁾と同様にTi-43at%Cu非晶質合金粉

末と純アルミ粉末を重量比で1/1の割合に混合し, 粉末総量6gとして最大72.0ksまでMA処理を行った. 得られた粉末についてX線回折, 示差熱分析(DTA)を行い, またこれらの粉末を種々の温度で加熱した場合についても調べた. 粉末押出しをCanning法によって行うために, 種々のMA処理粉末を総量2gとして約600MPaで予備圧縮し, 外径:16mm, 肉厚:4mmのアルミ管に入れ, 管の両端にアルミバット(直径:8mm, 厚さ:ラム側15mm, ダイス側5mm)を入れ, 押出し用ピレットとした. このピレットを押出し用コンテナに挿入し, 潤滑剤として二硫化モリブデンを使用し, 大気中で573Kまで加熱し600s間保持後, ラム移動速度:0.17mm/s, 押出し比:7の押出しを行った. 得られた押出し材及びこれを種々の温度で加熱した場合の双方についてビッカース硬さ測定を行った.

3 実験結果及び考察

Fig. 1に, 種々の時間MAした粉末のX線回折結果を示す. Alの回折強度はMA時間と共に減少し, 72.0ks MAでは非晶質CuTi相のブロードピークと同程度の強度となった. また72.0ksまでMAしても新たな回折線は認められない. 種々の時間MAした粉末を昇温速度0.5K/sで823KまでDTAした結果をFig. 2に示す. MA7.2ksでは700K付近に発熱反応が生じ, MA14.4ksでは新たに800K付近にも発熱反応が生じた. MA21.6ks粉末ではそ

Fig.1 X-ray diffraction patterns of the powder mechanically alloyed for various periods.

Fig.2 DTA curves of the powder mechanically alloyed for various periods.

れらの発熱ピークは720Kと790K付近へと移行し, MA36.0ksでは710K付近の顕著な発熱反応のみとなった. MA72.0ksの粉末では640K付近に発熱反応が生じた. これらの発熱反応時の生成相を調べるために, 発熱の開始及び終了温度付近で5.4ks間加熱した試料をX線回折した. Fig. 3に発熱の開始温度付近である593Kで加熱した試料のX線回折結果を示す. MA7.2ks粉末では, Alの回折線と非晶質相のブロードピークが認められ, MA14.4ksでは新たに Al_2Cu の回折線が認められた. さらにMA時間が増すと Al_2Cu の回折強度が増加する. しかしMA72.0ks粉末にはAl及び Al_2Cu の回折線が認められず, $2\theta=40\text{deg}$ 付近のブロードピークのみとなった. MA粉末のままでは, MA時間の増加に伴いAlの回折強度及び格子定数は減少するが⁹⁾, これを加熱すると Al_2Cu が生成することから, 比較的低温度ではAlと非晶質相中のCuとが反応すると思われる. 種々の時間MAした粉末を753Kで加熱し, X線回折した結果をFig. 4に示す. MA7.2ks粉末では, 加熱により新たにCuTi相の生成が認められたので, 上述のDTA結果で認められた700K付近の発熱は, 非晶質相の結晶化によるものであり, 前報⁷⁻⁹⁾で示した結果と同様であった. MA14.4ks, 21.6ks粉末では, 加熱によりCuTi, Al_3Ti , Al_2Cu_3 が生成した. これらのDTA結果での700~720K付近の発熱は, 非晶質相

Fig.3 X-ray diffraction patterns of the powder heated at 593K for 5.4ks after the mechanical alloying for various periods.

Fig.4 X-ray diffraction patterns of the powder heated at 753K for 5.4ks after the mechanical alloying for various periods.

の結晶化及びAl相と非晶質相の界面近くでの構成原子間の反応による Al_3Ti 、 Al_2Cu_3 の生成によるものと思われる。MA時間の増加により発熱温度が高温度側へ移行するのは、 Al_3Ti や Al_2Cu_3 の生成量の増加とそれに伴う非晶質相の減少によるためと考えられる。MA72.0ks粉末は、加熱によりAlTi、 Al_3Ti 、 Al_2Cu_3 が生成した。DTA結果に認められた発熱は、非晶質相または微細混合組織からの結晶相の生成によるものと思われる。MA14.4ks、

Fig.5 X-ray diffraction patterns of the powder heated at 823K for 5.4ks after the mechanical alloying for various periods.

21.6ks、36.0ks粉末を、さらに高温の823Kで加熱を行い、X線回折した結果をFig. 5に示す。 Al_3Ti 、 Al_2Cu_3 の高強度の回折線の他に、CuTi、 Al_2Cu の回折線も認められた。これよりDTAでの結果で示したMA14.4ks、21.6ksの800K付近の発熱反応は、CuTi、 Al_2Cu_3 、 Al_3Ti の生成によるものである。またMA36.0ksの顕著な発熱反応も、CuTi、 Al_2Cu_3 、 Al_3Ti の生成によるものである。MA時間の増加により粒子が微細化すると、高温で生ずる相が低温でも生ずるようになり、MA36.0ksでは1つの発熱反応になると思われる。

Fig.6 Relation between Vickers hardness of the powder-extruded rod and MA period.

Fig. 7 Relation between Vickers hardness of the powder-extruded rod and heating temperature.

この種々の時間MAした粉末を、非晶質状態が保たれる温度の573Kで押出しを行い、得られた押出し材のMA時間による硬さの変化をFig. 6に示す。Alと非晶質粉末を混合したままのMA0ksの押出し材の硬さはHv40程度であるが、MA時間の増加に伴い硬さが増加し、MA36.0ksの押出し材ではHv340程度となる。これはMAにより非晶質粒子が微細に均一分散することやMAによるAl相の加工硬化及びMA中に起きる固溶体の形成、金属間化合物の生成によるものと思われる。また72.0ksMAした粉末は高硬度のため本実験条件では押出しが不可能であった。押出し材を種々の温度で加熱したときの硬さ変化をFig. 7に示す。MA0ks粉末の押出し材の場合は、加熱温度によってほとんど硬さは変化しなかった。しかしMA7.2ks粉末の押出し材は温度の上昇に伴い僅かに硬さは増加している。MA14.4ks, 21.6ksの押出し材の硬さは、700K以上では急激な増加が見られる。これはCuTi, Al₃Ti, Al₂Cu₃等の微細な結晶粒の生成によるものと思われる。またMA36.0ksでは加熱温度の上昇に伴い

硬さは急増している。これはX線回折及びDTAの結果からも、CuTi, Al₃Ti, Al₂Cu₃等の生成が低温度で開始するために硬さの増加も低温度から急激に始まるものと思われる。

4 結 言

1. 純アルミ粉末と非晶質合金粉末の混合粉をMAして得られたMA時間粉末を加熱すると、MA14.4ks以上では600KでAl₂Cuが生成し、800KでAl₃Ti, Al₂Cu₃が生成する。Al₃Ti, Al₂Cu₃相はMA時間の増加に伴い、低温度でも生成する。非晶質相からの結晶化によりCuTi相は700Kで生成する。
2. 非晶質状態が保持されている573Kで押出し加工した押出し材の硬さは、用いた粉末のMA時間及び押出し後の加熱処理温度に伴って増加する。

謝 辞

この報告の実験に協力された工学部機械工科学学生小島康志、斉藤拓也両君に感謝します。なお、本研究の一部は文部省科学研究費補助金より研究補助を受けたことを記し、ここに感謝の意を表します。

文 献

- 1) H. Esaki, A. Ameyama, M. Tokizane: Mater. Sci. Tech., **5**(1989)369.
- 2) P. H. Shingu: Mater. Sci. Eng., **97**(1988)137.
- 3) Y. Kawamura, M. Takagi, M. Akai: Mater. Sci. Eng., **98**(1988)449.
- 4) H. H. Liebermann: Mater. Sci. Eng., **46**(1980)241.
- 5) P. Prummer: Mater. Sci. Eng., **98**(1988)461.
- 6) 師岡 利政, 湯浅 栄二, 楠田 祭, 守川 洋: 粉体および粉末冶金, **40**(1993)963.
- 7) 師岡 利政, 湯浅 栄二, 楠田 祭: 粉体および粉末冶金, **39**(1992)559.
- 8) 師岡 利政, 湯浅 栄二, 楠田 祭: 粉体および粉末冶金, **39**(1992)879.
- 9) 師岡 利政, 湯浅 栄二, 石井 聡: 粉体および粉末冶金, **40**(1993)311.