

# アルミニウム合金加工ダストへの半溶融焼結法の適応

Application the Mushy State Sintering to the Dust of Al Alloy

富山県立大学 工学部 機械システム工学科

助教授 日比野 敦

(平成12年度 奨励研究助成 AF-2000025)

The mushy state sintering of the Aluminum powder was investigated to develop the forming process of the dust of Aluminum alloy. The compact made from the Aluminum and Silicon powders was sintered in the mushy state. The density, the microstructure, the Vickers hardness and the compressive strength were measured for the obtained material. Furthermore, the mushy state sintering of the dust of Aluminum alloy was attempted as well. The nearly dense product could be obtained by the mushy state sintering. The product was consisted of the Aluminum and solidified Si-Al melt phases. From the Vickers test and the compressive test, it was found that the sintered material nearly equal commercial Aluminum. By utilizing the process, the nearly dense Aluminum material might be fabricated from the dust of Aluminum alloy.

key words : Aluminum powder, Aluminum alloy, dust, mushy state sintering, liquid phase sintering

## 1. 緒言

アルミニウム合金はその軽量性、耐食性から航空機、自動車、鉄道車両、船舶、建築などのあらゆる分野で使用されている。その一方でこれら製品の製造工程では多くの機械加工が用いられ、多量の加工ダストが発生する。通常これらのダストは河に返され再融解される。しかし比表面積が大きく炉内で酸化し易く、大半はドロスとして廃棄される。素材の有効利用のうえで再溶解のみに頼らない新たなダスト処理が求められている。また加工ダストには、切削油あるいは工具磨粒粉などが付着している。これらは再融解時に溶け出し湯を汚染する。材料の品質維持の観点からも新たな処理技術が求められている。その一つとして粉末冶金法が挙げられる。粉末冶金法による固化成形が可能となれば、ダストの有効利用とともに新たな製品製造に繋がると考える。

本研究では、これらの加工ダストについて、固化成形の可能性とその利用方法について、調査検討を行うことを目的とする。実験の方針としては、まずアルミニウム粉末を用いたモデル焼結実験を行い、基礎的にアルミニウム焼結を理解した。次いで、この結果に基づきダストへの適応を試み、その可能性について検討を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 アルミニウム粉末の半溶融焼結

アルミニウムには表面に酸化皮膜が存在し、これが焼結を阻害し焼結体の緻密化を妨げている。このため、アルミニウムの粉末冶金は粉末押し出し<sup>①</sup>、放電プラズマ焼結等が利用される場合が多い。これらはそれぞれ電氣的・機械的に酸化皮膜を破壊し、焼結性を改善するものである。これらの方法とは別に、液相の生成により酸化皮膜を破壊する方法も考えられる。Fig.1にAl-Si状態図<sup>②</sup>を示す。この状態図にあるように、固液共存状態にする事で、粉末の一部を融解させ酸化皮膜を破壊し、焼結性の改善が期待される<sup>③</sup>。Fig.2にその模式図を示す。ここでは、半溶融状態にするための助剤としてシリコン粉末を用いた。シリコンは製鉄スラグの主成分として知られているように  $Al_2O_3$  との反応性が高く酸化物層の破壊が期待される。

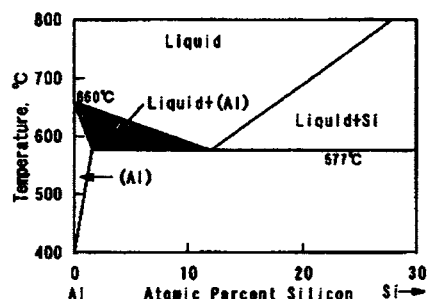


Fig.1 Al-Si系状態図

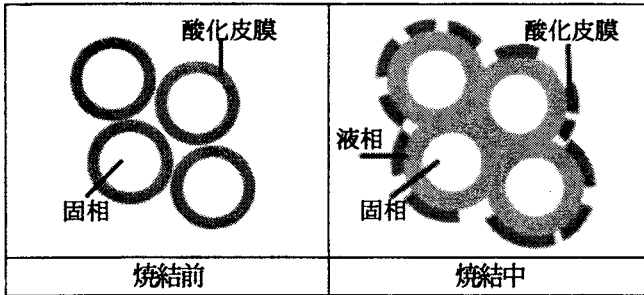


Fig.2 アルミニウム半溶融焼結概要

Table1

アルミニウム粉末粒径	添加するシリコン粉末粒径
12 $\mu\text{m}$	5 $\mu\text{m}$
30 $\mu\text{m}$	
60 $\mu\text{m}$	

Table2

Al 粉末粒径	Al : Si (質量比)	Si 添加量 x
12 $\mu\text{m}$	100 : x	x = 0 ~ 15
30 $\mu\text{m}$		
60 $\mu\text{m}$		

原料粉末として平均粒径 12  $\mu\text{m}$ , 30  $\mu\text{m}$ , 60  $\mu\text{m}$  のアルミニウム粉末と 5  $\mu\text{m}$  のシリコン粉末を用いた。アルミニウムおよびシリコン粉末を秤量し、アルミニウム/シリコン混合粉末を作製した。Table1, Table2 に製作した混合粉末の組み合わせと混合比を示す。この粉末を円柱状金型に充填し、上下から 60MPa の圧力で圧粉して、高さ h=16mm, 直径  $\phi=16\text{mm}$  の圧粉体を作製した。このときの圧粉圧力は 60Mpa とした。圧粉体の相対密度は約 80% である。

作製した圧粉体を電気炉で焼結させた。加熱雰囲気は、アルミニウムおよびシリコンの酸化を抑制するため、真空雰囲気とした。焼結温度は Al-Si 状態図に基づき、共晶温度近傍の 540~640 $^{\circ}\text{C}$  とし、加熱時間は 0~120min とした。その際の加熱パターンは Fig.3 に示す通り台形状のプログラムとした。

得られた焼結体について、密度・組織・相・硬度・圧壊強度について測定した。

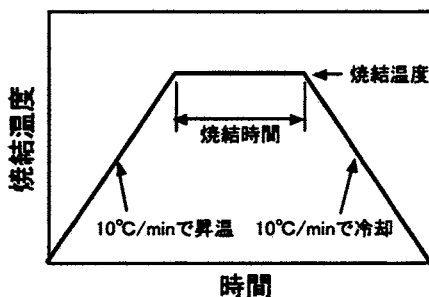


Fig.3 加熱温度パターン

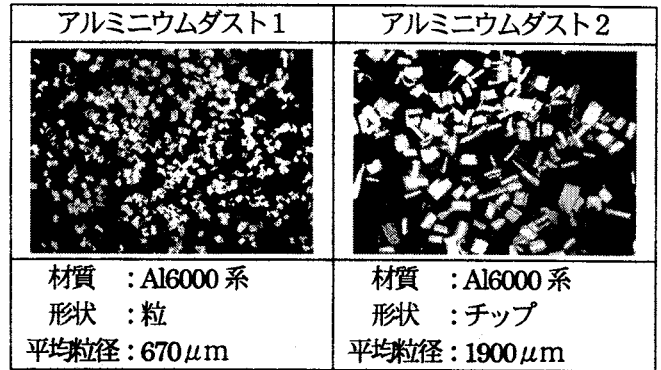


Fig.4 アルミニウム加工ダスト

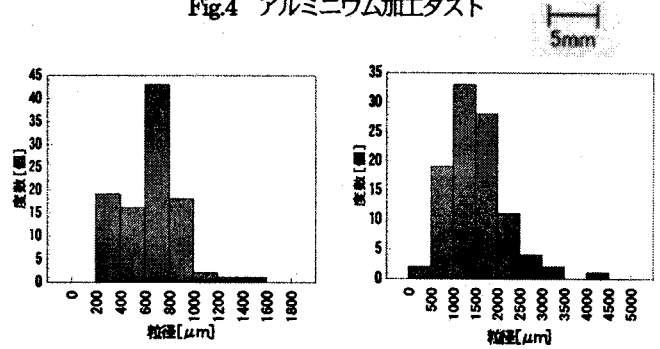


Fig.5 アルミニウム加工ダスト粒度分布

## 2.2 アルミニウム加工ダストの半溶融焼結

前節の結果に基づき、アルミニウム加工ダストの半溶融焼結を試みた。アルミニウム加工ダストの外観を Fig.4 に、粒度分布を Fig.5 に示す。これらはアルミニウム加工メーカーでサンプリングしたものである。

これらダストをアセトンにて洗浄・脱脂して乾燥させた後、シリコン粉末を添加・混合して圧粉体を作製した。これを前節と同様な方法で加熱し焼結を行った。なお圧粉圧力はダストが加工硬化しているため、圧粉体がハンドリング可能となる 250Mpa とした。得られた焼結体について密度・組織・相を調査した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 アルミニウム粉末の半溶融焼結

Fig.6 に焼結後の圧粉体の外観を示す。比較のため同図に圧粉体の外観も示した。シリコン無添加では圧粉体と変化が見られない。しかしシリコンを添加することで収縮が観察される。さらにシリコンを添加すると試料は融解してしまう。しかしシリコン添加量の制御により焼結収縮が観察され焼結の可能性がわかった。

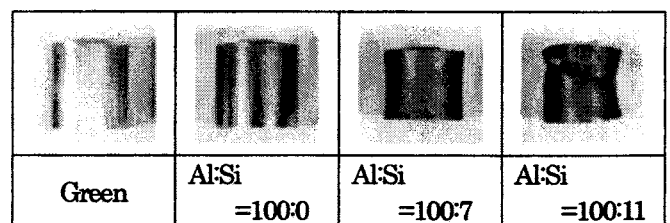


Fig.6 シリコン添加アルミニウム粉末焼結体の外観

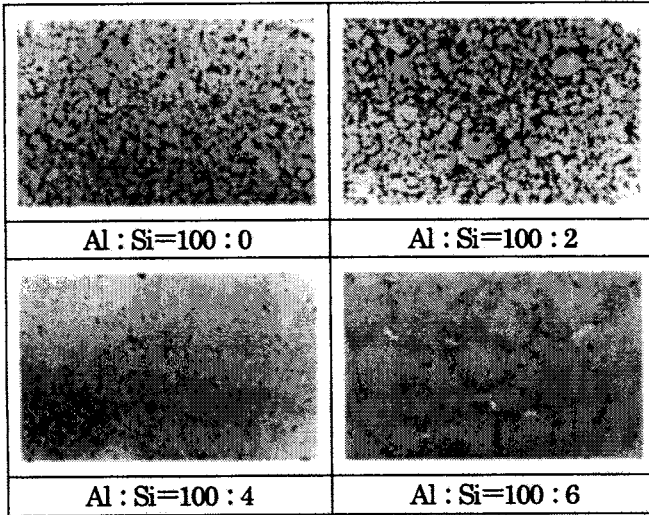


Fig.7 シリコン添加量の違いによる組織の変化

100  $\mu$ m

Fig.7 に焼結体の断面組織を示す。図中で黒い部分は空隙、白く見える部分がアルミニウムである。Al:Si=100:0,100:2 では粒子が独立して存在し、焼結が全く生じていないことがわかる。しかしシリコンの添加量を増やすと、気孔が減少し、緻密化することがわかる。Fig.8 にシリコン添加量と焼結体の相対密度の関係を示す。すなわちシリコン添加につれ密度が向上することがわかる。

Fig.9 に、焼結温度と相対密度の関係を示す。密度は587°Cを境に上昇することがわかる。この温度をFig.1の状態図と比較するとAl-Si共晶温度と近いことから、焼結温度としては、この温度以上が必要であった。なお、焼結時間については、30分程度で相対密度が上昇し、焼結時間は30~60minで十分なことがわかった。

Fig.10 に焼結体の組織を示す。焼結体は約100 $\mu$ mの結晶粒から構成されており、その周囲には融液相も認められる。SEM-EDXを用いてこの組織の組成を分析したところ、アルミニウム粒子部分の組成は99.8%Al+0.2%Si、融液相組成は5.4%Al+94.6%Siであった。結晶粒径は上記のようにやや大きい。これは半熔融による液相で粒成長が生じたためである。この粒成長については抑える必要があり、今後の検討も必要である。別な手段として焼結体の二次加工、再結晶により微細化させる方法も考えられる。

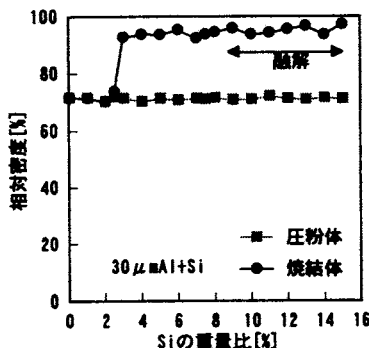


Fig.8 シリコン添加量と焼結体の相対密度の関係

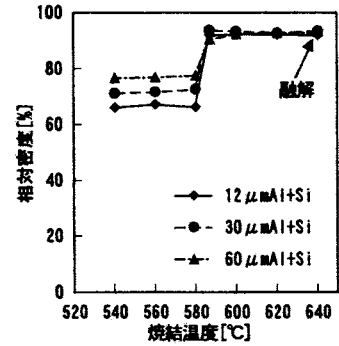


Fig.9 焼結温度による焼結体の密度変化

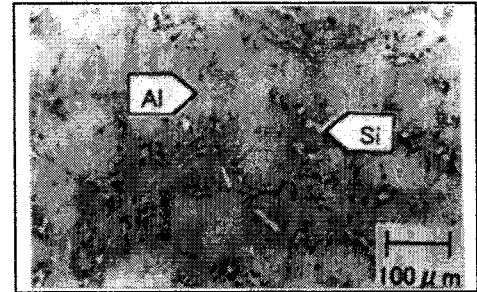


Fig.10 シリコン添加アルミニウムの焼結体組織

### 3.2 焼結体の物理的特性

Fig.11 に焼結体の硬度を示す。硬度はマイクロピッカースで約20~40の値を示した。これを溶製材 JIS1070 および Al-6%Si 合金と比較すると、同程度の硬度であることがわかった。

Fig.12 に焼結体の圧縮試験による応力-ひずみ線図を示す。焼結体の圧縮応力は約150Mpa、圧壊ひずみは0.6であることがわかった。同図には合わせて JIS1070 および Al-6%Si 合金の応力-ひずみ線図を示す。やや圧壊ひずみが低い。これは焼結体の残留気孔によるものと思われる。しかし強度はこれら合金とほぼ同程度であり、本焼結体はこれらの溶製材と遜色ないことがわかった。

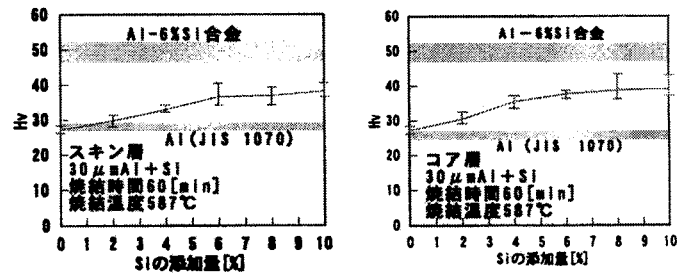


Fig.11 シリコン添加アルミニウム粉末焼結体の硬度

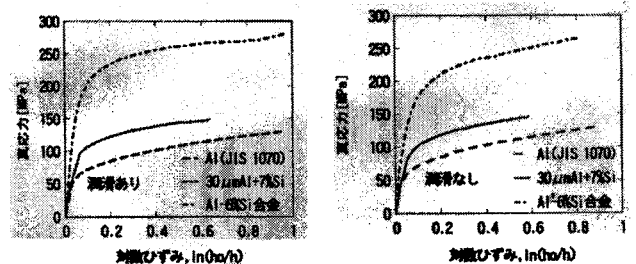


Fig.12 応力-ひずみ線図

### 3.3 アルミニウム加工ダストの半溶融焼結

前節の結果に基づき、アルミニウム加工ダストへの適用を試みた。実験条件は圧粉圧力 250MPa、焼結温度 615℃、焼結時間は 60min とした。Fig.13 にダスト焼結体の外観形状、Fig.14 に組織写真を示す。両ダストともシリコンの添加量を増やすことでアルミニウム加工ダスト同士の結合が認められた。このことから、アルミニウム加工ダストにおいても半溶融焼結の適用が可能であるといえる。しかし、今回の実験では多くの気孔が残留し、焼結状態も一様でない。外観も部分的な融解が見られ良好な形状とはいえない。

そこでこの改善のため、加圧焼結を試みた。Fig.15 にその外観形状を示す。無加圧焼結の場合に比べ外観形状は良好となった。しかし、加圧焼結では半溶融焼結時の液相が押し出され易くダイスとポンチ間に染み出す問題も生じた。従って、加圧はホットプレスのような連続加圧よりも鑄造のような一時加圧の方が効果的とも考えられる。

今後、加圧焼結、加圧条件についても検討する必要がある。

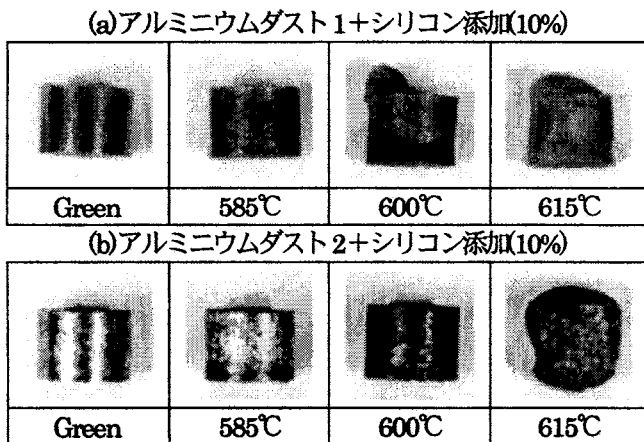


Fig.13 焼結温度によるシリコン添加アルミニウム加工ダスト焼結体の外観形状 10mm

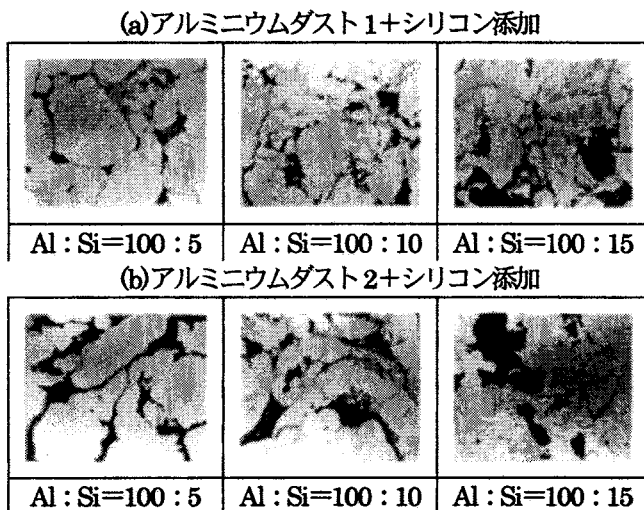


Fig.14 シリコン添加アルミニウムダスト焼結体組織観察写真 100μm

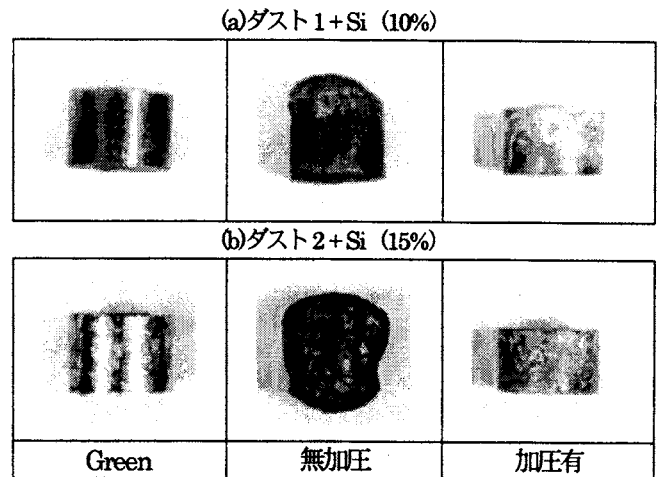


Fig.15 加圧焼結体外観形状



## 4. 結言

本研究では、アルミニウム加工ダストの半溶融焼結による固化成形について検討した。その結果以下のことが明らかとなった。

- 1) アルミニウム粉末はシリコン粉末を助剤として添加することにより液相が生成され、半溶融焼結が可能となる。
- 2) 粉末による焼結実験では、相対密度は92%程度まで上昇し、硬度・圧壊ひずみ等の特性においても溶製法によるアルミニウム (JIS 1070 および Al-6%Si 合金) と遜色ないものが得られる。
- 3) アルミニウム加工ダストを用いた半溶融焼結を行ったところ、その可能性は認められたものの、現段階では焼結体に気孔が多く存在し、焼結体も一様でない。よって、プロセスの改良が必要である。
- 4) 加圧焼結はホットプレスの様な連続加圧であると液相が押し出され易く、加圧法、加圧条件についても検討する必要がある。

### 参考文献

- 1) 渡辺悦尚：新版 粉末冶金(1976)
- 2) 日本塑性加工学会 編：押出し加工, 199, (1992)
- 3) William W. Scott, Jr : Binary Alloy Phase Diagrams Second Edition vol1 211
- 4) 日比野敦・松岡信一：日本機械学会第8回機械材料・材料加工技術講演会講演論文集, 207, (2000), 61
- 5) 清水啓充・日比野敦・松岡信一：平13秋粉体粉末冶金協会講演概要集, 1-48A, (2001), 117