

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-302952

(P2007-302952A)

(43) 公開日 平成19年11月22日(2007.11.22)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C22C 21/06 (2006.01)</b>	C22C 21/06	
<b>C22F 1/047 (2006.01)</b>	C22F 1/047	
<b>C22F 1/00 (2006.01)</b>	C22F 1/00 602	
	C22F 1/00 630C	
	C22F 1/00 650A	
	審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 13 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願2006-133123 (P2006-133123)	(71) 出願人	305060567 国立大学法人富山大学 富山県富山市五福3190
(22) 出願日	平成18年5月11日(2006.5.11)	(74) 代理人	100114074 弁理士 大谷 嘉一
		(72) 発明者	松田 健二 富山県富山市五福3190 国立大学法人 富山大学内
		(72) 発明者	池野 進 富山県富山市五福3190 国立大学法人 富山大学内
		(72) 発明者	川畑 常真 富山県富山市五福3190 国立大学法人 富山大学内

(54) 【発明の名称】 Al-Mg-Ge系のアルミニウム基合金及びそれを用いたアルミニウム合金材

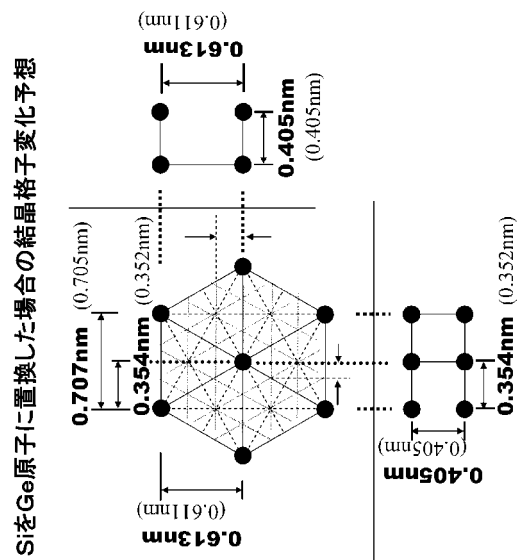
(57) 【要約】

【課題】 高温硬度及び高温強度が高く、最高硬度の温度安定性及び時効硬化速度性に優れるアルミニウム基合金及び合金材の提供を目的とする。

【解決手段】 Mg: 0.2~1.0at%, Ge: 0.1~0.5at%含有し、時効硬化速度性及び高温強度に優れていることを特徴とする。

好ましくは、Mg: 0.4~0.8at%、Ge: 0.2~0.4at%である。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

Mg : 0.2 ~ 1.0 at% , Ge : 0.1 ~ 0.5 at% 含有し、時効硬化速度性及び高温強度に優れていることを特徴とするアルミニウム基合金。

## 【請求項 2】

Mg : 0.4 ~ 0.8 at% , Ge : 0.2 ~ 0.4 at% 含有し、時効硬化速度性及び高温強度に優れていることを特徴とするアルミニウム基合金。

## 【請求項 3】

さらに、Mn : 0.01 ~ 0.1 at% 含有していることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載のアルミニウム基合金。

10

## 【請求項 4】

アルミニウム合金材中に 1.0 ~ 1.4 mass% の Mg<sub>2</sub>Ge 析出相が出現するように時効処理したことを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか記載のアルミニウム基合金を用いたアルミニウム合金材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は新規アルミニウム基合金に関し、特に高温硬度及び高温強度が高く、時効硬化速度性に優れる Al - Mg - Ge 系のアルミニウム基合金及びアルミニウム合金材に係る。

20

## 【背景技術】

## 【0002】

JIS 6000 系アルミニウム合金として知られている Al - Mg - Si 系合金を用いたアルミニウム合金材は展伸性に優れることからプレス加工等がしやすく、自然時効性が弱いことから熱処理前の柔らかい段階で塑性加工を施し、その後に人工時効処理にて所定の強度を得ることができる。

## 【0003】

Al - Mg - Si 系合金は、展伸性に優れることから従来から押出加工にて押出型材を得ることでアルミサッシとして広く採用されている。

近年は、自然時効性に弱い特性を活かして、時効処理前の柔らかい材料特性の段階にてプレス成形等を実施し、その後に塗装工程における塗料の焼付け温度を利用して人工時効処理する方法が検討されている。

30

しかし、塗装工程における焼付け温度は塗料の物性値や生産性等を考慮して実装業では、175 ~ 250 × 10 ~ 30 分となっているのが一般的であり、従来の Al - Mg - Si 系合金であっては上記塗料の焼付け条件はアルミニウム合金材の物性値を十分に活かす条件ではないという技術的課題があった。

即ち、Al - Mg - Si 系合金において人工時効処理による強度確保には安定した  $\beta$  相の析出が欠かせなく、200 °C 以下の低温長時間時効が必要であり、高温になると  $\beta$  相が成長して  $\beta'$  - Mg<sub>2</sub>Si 相になるために母相との整合性途切れて十分な硬度及び強度が得られない課題があった。

40

## 【0004】

(非特許文献 1) には Al - Mg - Ge 系合金の時効現象について開示するが時効処理における析出挙動の記載があるだけであり、最高硬度の温度安定性及び時効硬化速度性に関する知見は得られていない。

## 【0005】

【非特許文献 1】「Al - Mg - Ge 系合金の時効現象」鈴木 寿, 菅野 幹広, 伊藤 五朗: 軽金属, Vol. 31, No. 4, 1981

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

50

本発明は、高温硬度及び高温強度が高く、最高硬度の温度安定性及び時効硬化速度性に優れるアルミニウム基合金及び合金材の提供を目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本願発明者らは、強度に寄与する生成物（中間相）の結晶構造に着目し、その格子定数を操作して、高温で強度を発揮できる合金開発を行った。

従来 of Al - Mg - Si 合金の場合、強度に寄与するとされる析出物は " 相とされる

。 " 相であればアルミ母相の結晶格子との整合性があり母相に対するひずみ硬化が得られるが、 " 相が成長して ' - Mg<sub>2</sub>Si 相になるとアルミ母相の結晶格子との整合性が途切れて母相に対するひずみ硬化の影響が極端に低下するため、強度が出なくなると考えられている。

本発明は、Al - Mg 合金と3元系固溶体を形成し、かつ工業上、従来 of Al - Mg - Si 系合金と同様に扱うことができ、さらに析出中間相と母相と整合性を保つために Si 原子と同族で原子番号が1周期異なり、かつ原子半径が Si より大きい Ge に着目した。Ge が ' を構成する Si と完全に置換して ' - Mg<sub>2</sub>Ge 相となる場合の結晶格子の推定図を図1に示す。

( ) で示した値が Si の場合であり、太字で示した値が Ge に置換した場合の予想値である。

c 軸 ( 0 . 4 0 5 nm ) が変化しないとすると a 軸が約 0 . 0 0 2 nm 拡張し、結晶格子が約 0 . 0 2 3 nm<sup>3</sup> 拡張することになる。

その結果、アルミ母相 { 1 0 0 } 面と ' 相の { 1 1 2 0 } 面の格子ミスフィットは - 1 3 . 3 3 % から - 1 2 . 5 9 % へと改善される。

またアルミ母相 { 2 0 0 } 面と ' 相の { 3 3 0 0 } 面の格子ミスフィットは 0 . 5 % で変化しない。

アルミ母相との整合性が改善されることから、従来は硬化に寄与しない粗大な析出物が、十分硬化に寄与するものとなり、高温側での硬さ改善に寄与できると予想される。

また、アルミ母相と析出中間相との整合性が保たれることは析出物の相変態もスムーズに進行することが推測され、時効硬化速度の改善が見込まれ、短時間で高い硬さが得られることが期待できる。

【0008】

上記の観点から Al - Mg - Ge 系合金を設計し、試験評価した結果、本発明に係るアルミニウム基合金は、Mg : 0 . 2 ~ 1 . 0 at % , Ge : 0 . 1 ~ 0 . 5 at % 含有し、時効硬化速度性及び高温強度に優れていることを特徴とする。

また、好ましいアルミニウム基合金組成としては、Mg : 0 . 4 ~ 0 . 8 at % , Ge : 0 . 2 ~ 0 . 4 at % 含有しているのがよい。

さらに、Mn : 0 . 0 1 ~ 0 . 1 at % 含有してもよい。

ここで at % は原子量 % を意味する。

Mg : 0 . 2 ~ 1 . 0 at % 、好ましくは Mg : 0 . 4 ~ 0 . 8 at % とし、Ge : 0 . 1 ~ 0 . 5 at % 、好ましくは Ge : 0 . 2 ~ 0 . 4 at % としたのは Mg<sub>2</sub>Ge 相の析出によるひずみ効果を期待したものである。

従って、Mg 成分が 0 . 2 at % 未満であれば硬度（強度）の上昇が小さく、Mg 成分が 1 . 0 at % を超えると Ge とのバランスに対して Mg が過剰になりすぎ、また Mg の添加量が多いとアルミニウム合金の延性が著しく低下する。

また、Ge 成分が 0 . 1 at % 未満になると Mg<sub>2</sub>Ge の析出効果が弱く、0 . 5 at % を超えると固溶が困難になる。

よって、後述するように従来 of Al - Mg - Si 系合金と同等に取り扱うことができ、高温熱処理においても高強度が得られ、最高硬度の熱処理温度安定性を得ることにより、時効硬化速度性及び高温強度に優れるためには Mg : 0 . 4 ~ 0 . 8 at % 、Ge : 0 . 2 ~ 0 . 4 at % が好ましい。

10

20

30

40

50

また、SiをGeに置換する目的が得られれば必ずしもSi成分を完全にGeに置換する必要がない。

このようなアルミニウム基合金を用いたアルミニウム合金材としては、アルミニウム合金材中に1.0~1.4mass%のMg<sub>2</sub>Ge析出相が出現するように時効処理したことを特徴とする。

ここで、時効硬化速度性に優れるとは析出物 $\gamma'$ 相が $\gamma'$ -Mg<sub>2</sub>Ge相になってもアルミ母相との整合性に優れることから析出物の相変態が速やかに進行することになり従来のAl-Mg-Si系合金よりも人工時効速度が速いことをいう。

より具体的には523Kの熱処理温度で20分以内に最高硬度に達する。

また、高温強度に優れるとは、従来のAl-Mg-Si系合金においては523Kにて人工時効処理すると最高硬度がHV(マイクロビッカース硬度)60以下であったものが本発明に係るAl-Mg-Ge系合金はHV80以上を確保することができ、引張り強度200MPa以上を得ることができることをいう。

特に本発明に係るAl-Mg-Ge系合金にあつては熱処理温度を423~523Kに変化させても最高硬度の値はHV硬度で約10以内の差に抑えることができる。

よって本発明に係るアルミニウム基合金を用いたアルミニウム合金材は焼付け塗装工程における実装温度448~523K(175~250℃)において安定した硬度及び高強度を得ることができる。

また本発明に係るAl-Mg-Ge系合金は従来のAl-Mg-Si系合金と同等の不純物が含まれていてもよく、Mn、Cr、Zr等の結晶粒微細化元素を添加してもよく、その場合に個々の成分として0.01at%以上0.1at%以下がよい。

#### 【発明の効果】

##### 【0009】

人工時効温度又は焼付け塗装温度が高くても十分な強度が、従来よりも短時間で得られる。

これにより仮に熱処理条件に差が生じても硬さ、強度、伸びという材料の信頼性のばらつきを低減できる。

#### 【発明を実施するための最良の形態】

##### 【0010】

純アルミニウム地金にMg及びGeを溶解してMg:0.4at%、Ge:0.2at%のアルミニウム基合金を試作し、423、473、523Kで時効したときの硬さ変化曲線を図2に示す。

なお、試作した合金の成分組成を分析すると、Mg:0.49at%、Ge:0.19at%、Fe:0.02質量%以下、Cr:0.01質量%以下、Mn:0.01質量%以下、Ti:0.01質量%以下、Cu:0.01質量%以下であった。

図3のAl-Mg(0.4at%)-Si(0.2at%)合金と比較して、Al-Mg-Ge合金ではいずれの時効温度でも最高硬さはほぼ90±5HVで、温度の上昇に伴って硬さが低下するAl-Mg-Si合金と大きく異なっている。

また、時効初期での硬さの立ち上がり、Al-Mg-Ge合金のほうが速く硬くなることが明らかで、最高硬さに到達する時間も短い。

図4(a)は、Al-Mg-Si合金、図4(b)はAl-Mg-Ge合金を523Kで12ks時効した試料のTEM明視野像であり、後者のほうが析出物の数が多いことが明らかである。

図5は、Al-Mg-Ge合金中の $\gamma'$ 相を高分解能透過型電顕で観察してアルミ母相との整合性を確認した結果である。

中央の $\gamma'$ 相と周りのアルミ母相の結晶格子縞をつなぐと、良好につながっており、整合性の良いことがわかる。

さらに図6は、Al-Mg-Si合金(a)(c)とAl-Mg-Ge(b)(d)合金中の $\gamma'$ 相から得られた電子回析図形である。

(c)と(d)の図中に示した $\gamma'$ 印はアルミ母相、 $\gamma'$ 印は $\gamma'$ 相からの電子回析図形で

10

20

30

40

50

あり、とくに大きい矢印で示した  $\gamma'$  相の回析斑点が Al-Mg-Ge 合金ではアルミ母相と重なるのに対して、Al-Mg-Si 合金では、ずれている。

これは図 5 で示した高分解能透過型電顕での整合性と同じ結果であり、Al-Mg-Si 合金の  $\gamma'$  相が整合性が悪いのに対して Al-Mg-Ge 合金で良好であることが確認できた。

図 7 は、本発明に係る Al-Mg-Ge 合金の格子定数を実測した結果である。

実測では、格子定数は  $a = 0.72 \text{ nm}$ 、 $c = 0.405 \text{ nm}$  と算出された。

これに基づくと、アルミ母相  $\{100\}$  面と  $\gamma'$  相の  $\{1120\}$  面の格子ミスフィットは  $-11.11\%$  と予想した  $-12.59\%$  よりも大幅に改善されていた。

一方アルミ母相  $\{200\}$  面と  $\gamma'$  相の  $\{3300\}$  面の格子ミスフィットは  $2.46\%$  へと増加したが、 $10\%$  未満であり問題はない。

このような大幅な格子定数の変化は、 $\gamma'$  相が予想した化学組成である Mg/Ge 比が  $2:1$  ではなく、Mg または Ge の割合が高い可能性を示唆している。

元素分析実験の結果では  $\gamma'$  相の化学組成が Mg:Ge =  $3:1$  という結果を得ており、結晶格子が膨張して母相との整合性がよくなった理由と考えられる。

図 8 は、 $523 \text{ K}$  で最高硬さまでの時効処理をした試料の引張り試験結果である。

参考にした  $423 \text{ K}$  で最高硬さまでの時効処理をした Al-Mg-Si 擬 2 元系合金 (base) (a) 及び過剰 Si タイプの合金 (exSi) (b) と比較して、最高強度に遜色がない。

また何よりも通常数% という伸びが  $10\%$  を超えて大幅に改善されているという特徴がある。

以上の結果より時効処理して析出する中間相が、Al-Mg-Si 合金の場合と違う格子定数を持ち、母相に対して高温でも整合性を保つことで、変形に対する抵抗となりうるために、粗大でも硬さに寄与するという直接証拠を得た。

#### 【0011】

次に過剰 Mg 合金として、純アルミニウムに Mg:  $0.8 \text{ at}\%$ 、Ge:  $0.2 \text{ at}\%$  のアルミニウム基合金を試作した。

試作後の組成分析結果は、Mg:  $0.95 \text{ at}\%$ 、Ge:  $0.22 \text{ at}\%$ 、Fe:  $0.02 \text{ 質量}\%$  以下、Cr、Mn、Ti、Cu はそれぞれ  $0.01 \text{ 質量}\%$  以下であった。

図 9 に、先のバランス組成合金 (Mg:  $0.4 \text{ at}\%$ 、Ge:  $0.2 \text{ at}\%$ ) と今回の過剰 Mg 合金 (Mg:  $0.8 \text{ at}\%$ 、Ge:  $0.2 \text{ at}\%$ ) との時効硬化曲線を示す。

また、図 10 に析出組織の TEM 像 (透過型電子顕微鏡) を示し、図 11 に中間相の HRTEM 像 (高分解能透過型電子顕微鏡) を示す。

この結果、図 10 の TEM 像から過剰 Mg 合金の方がバランス組成合金よりも単位面積当たりの析出物数が多く、図 9 に示すように最高硬度の値が高くなっていると推定される。

また、図 11 に示す HRTEM 像から過剰 Mg 合金であってもバランス組成合金と同様に、結晶格子が膨張した  $0.72 \text{ nm}$  の格子間隔を示す中間相が観察される。

#### 【産業上の利用可能性】

#### 【0012】

本発明に係る Al-Mg-Ge 系合金及びこれを用いた合金材は比較的高温でも高い強度が得られるので焼付け塗装と同時に人工時効処理できるベークハード性に優れるので、塑性加工後の焼付け塗装が必要な自動車材料や産業機械材料、あるいはエンジン廻り等の比較的高温環境で使用される材料としての利用価値が高い。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0013】

【図 1】  $\gamma'$  中間相中の Si を Ge で置換したときに予想される結晶格子の変化を示す。

【図 2】 Al-Mg-Ge 合金を  $423$ 、 $473$ 、 $523 \text{ K}$  で時効したときの硬さ変化曲線を示す。

【図 3】 Al-Mg-Si 合金を  $423$ 、 $473$ 、 $523 \text{ K}$  で時効したときの硬さ変化曲

線を示す。

【図4】Al-Mg-Si合金(a)及びAl-Mg-Ge合金(b)を523Kで12ks時効した試料のTEM明視野像を示す。

【図5】Al-Mg-Ge合金中の'相の高分解能透過型電顕観察結果を示す。

【図6】Al-Mg-Si合金(a)(c)とAl-Mg-Ge合金(b)(d)中の'相から得られた電子回析図形を示す。

【図7】Al-Mg-Ge合金中の'中間相の格子定数測定結果を示す。

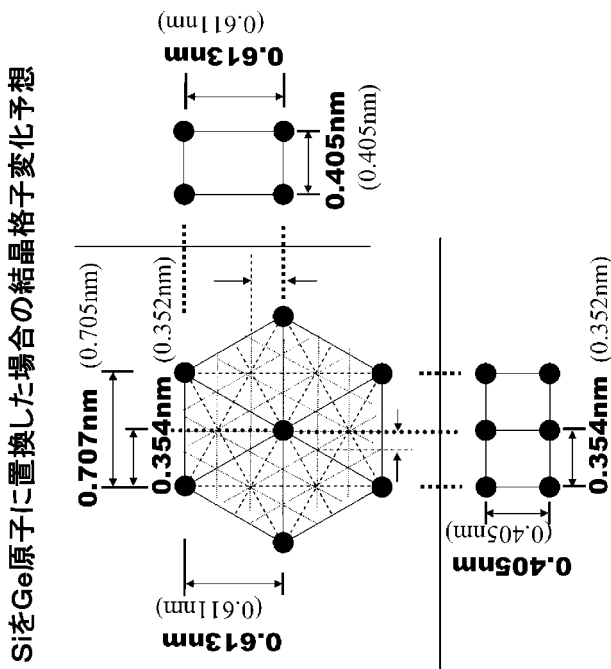
【図8】Al-Mg-Ge合金およびAl-Mg-Si合金の引張り試験結果を示す。(Al-Mg-Ge合金は523K、Al-Mg-Si合金は423Kで最高硬さまでの時効を施した試料を使用した。)

【図9】バランス組成合金とMg過剰合金の523K時効硬化曲線を示す。

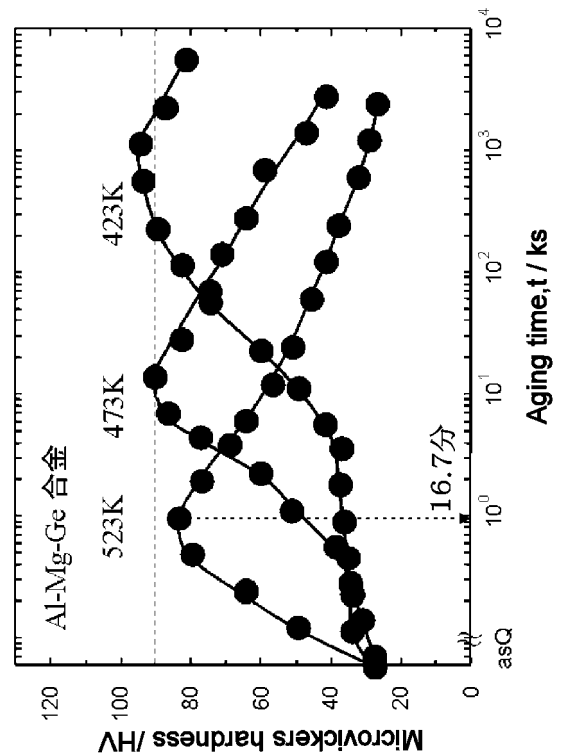
【図10】バランス組成合金とMg過剰合金の析出組織のTEM像を示す。

【図11】バランス組成合金とMg過剰合金の中間相のHRTEM像を示す。

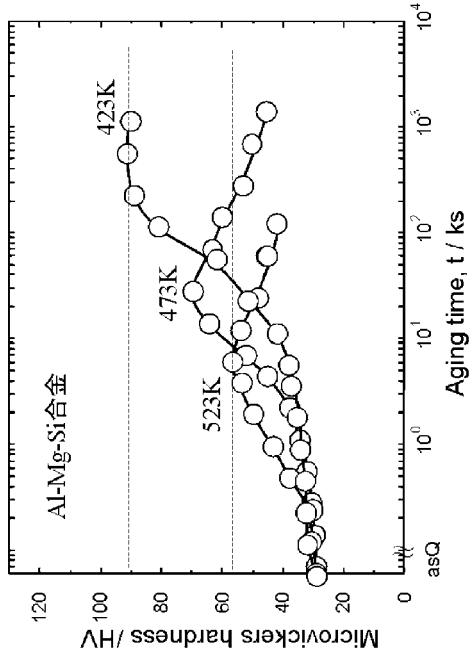
【図1】



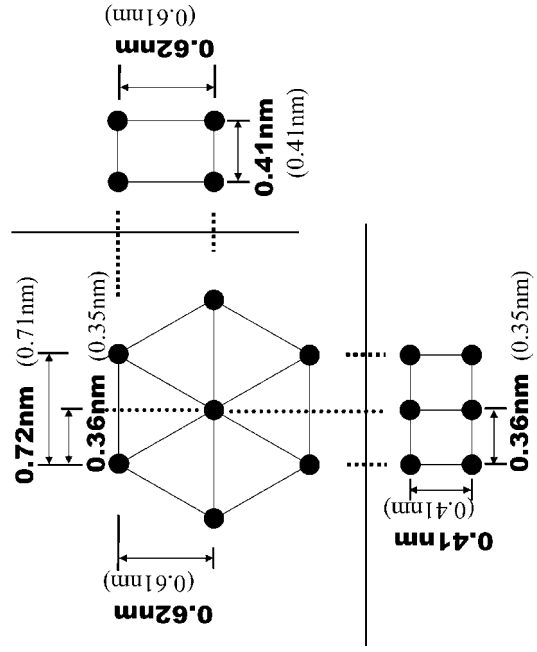
【図2】



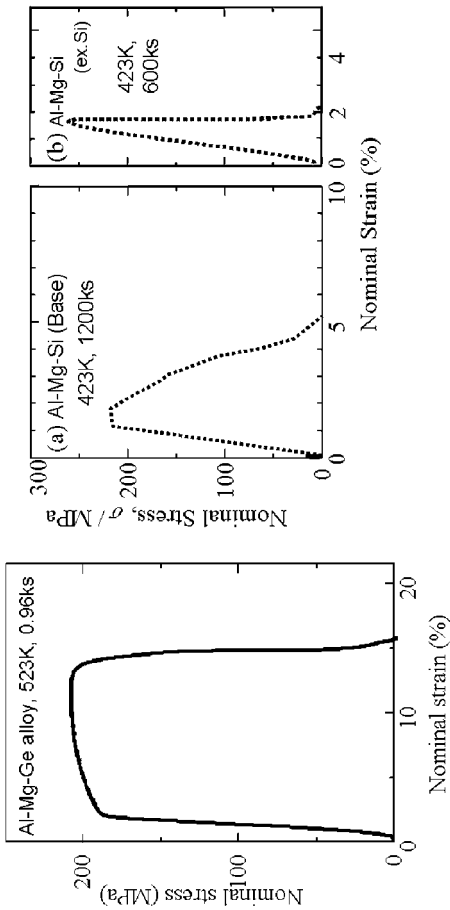
【 図 3 】



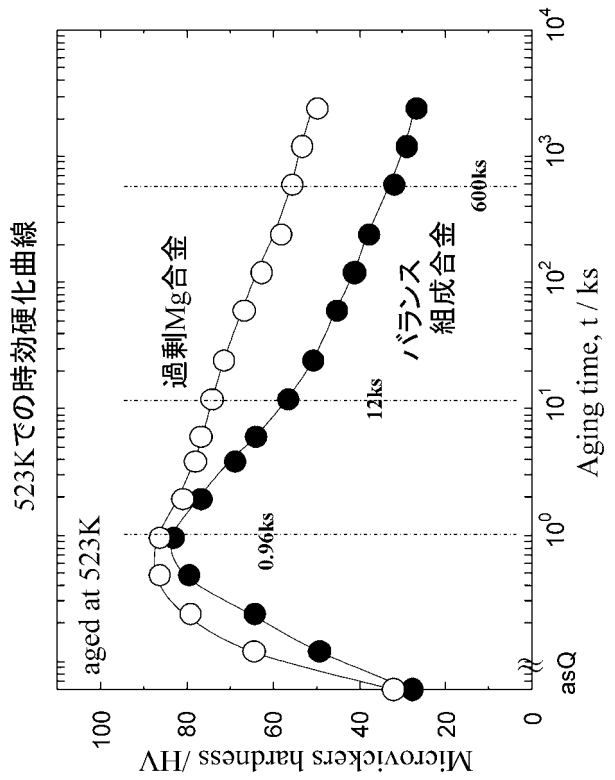
【 図 7 】



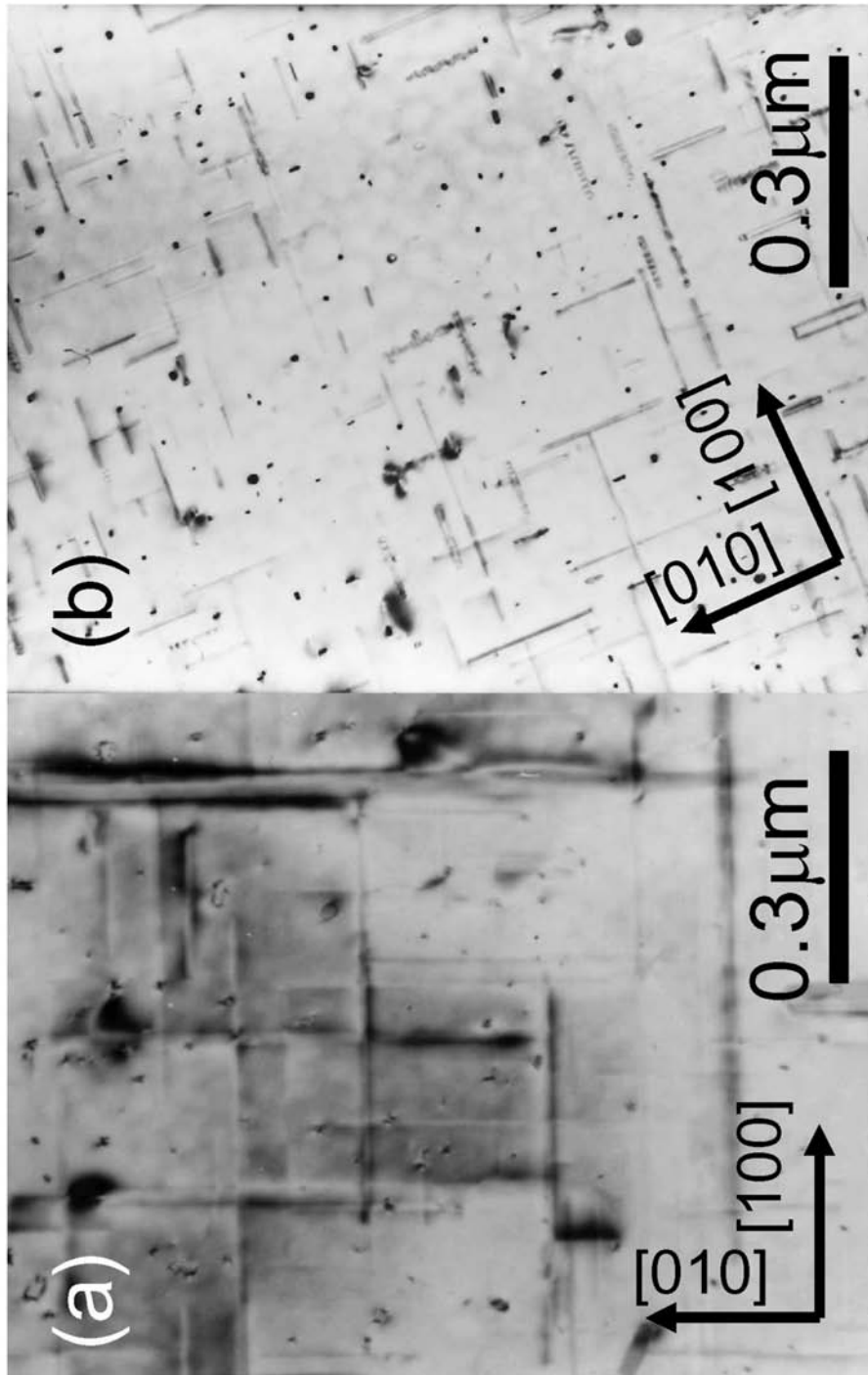
【 図 8 】



【 図 9 】

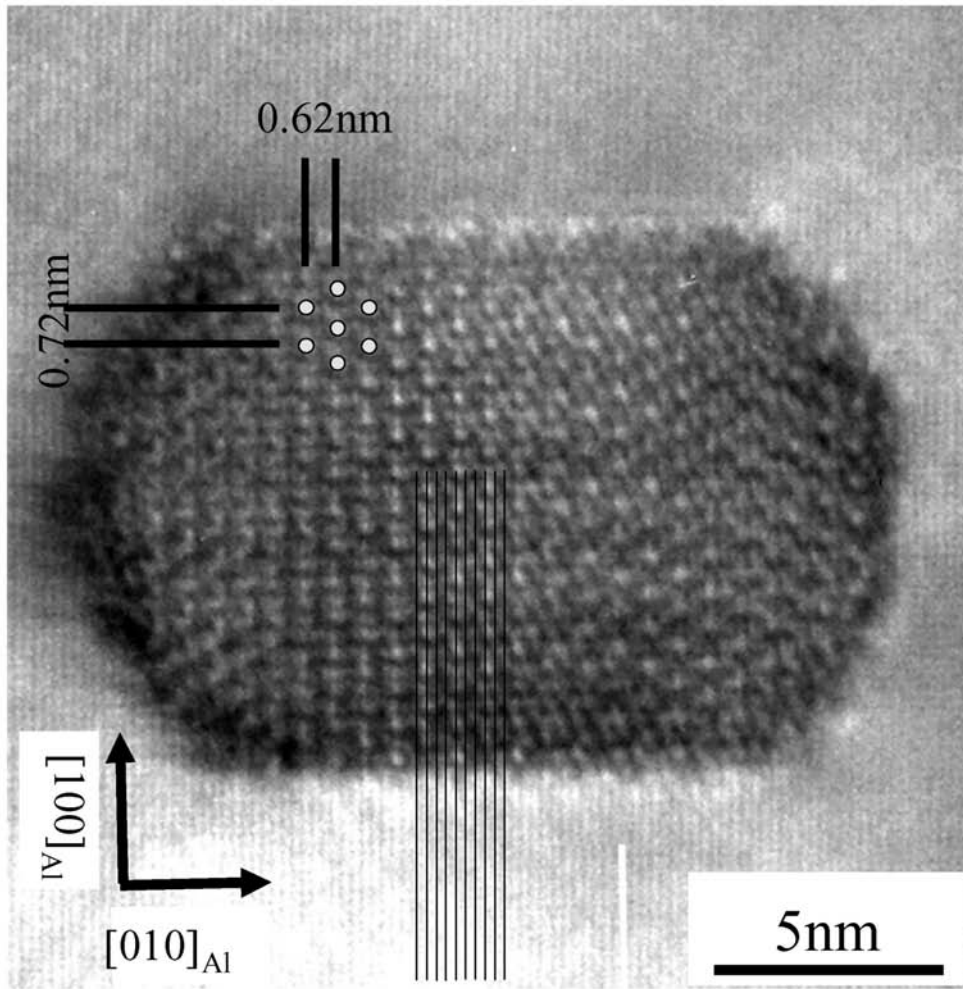


【 図 4 】

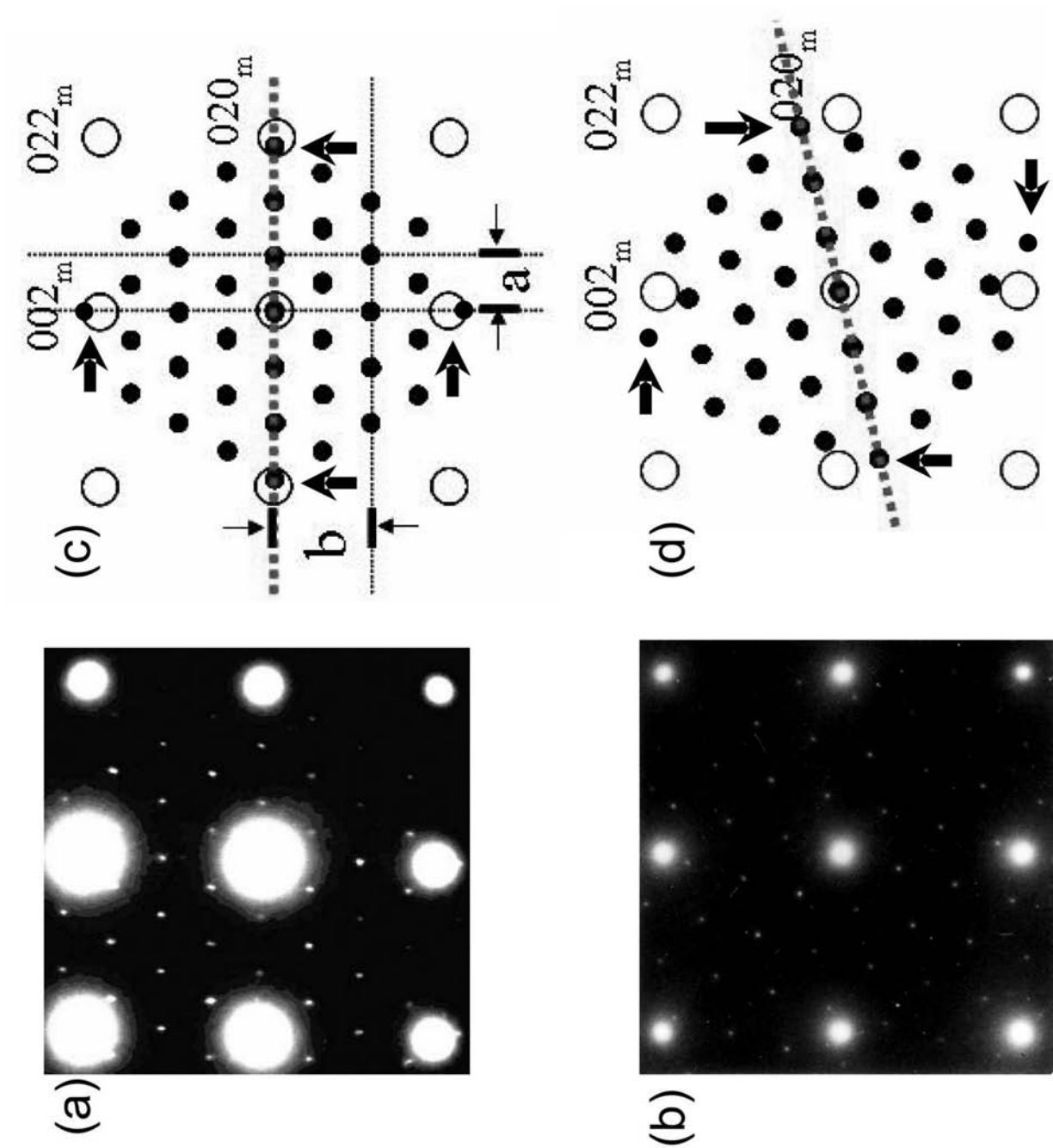




【 図 5 】



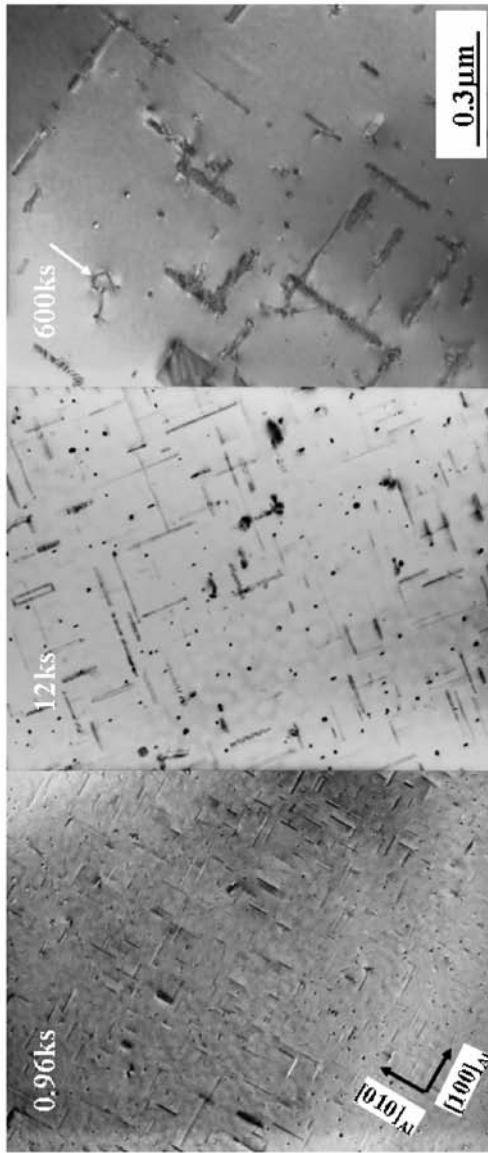
【 図 6 】



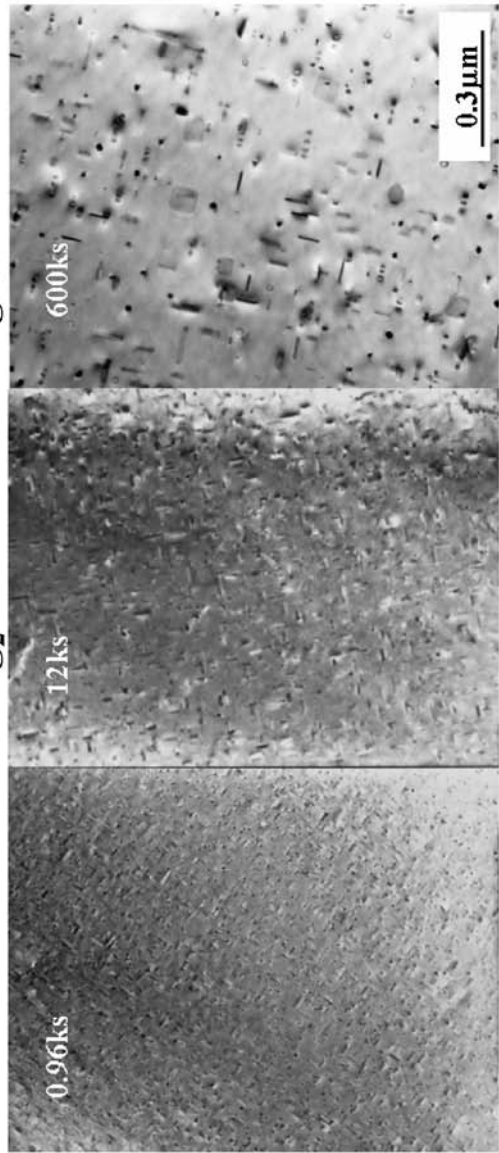
【 図 1 0 】

# 523Kで時効したときの析出組織のTEM像

## Al-1.0mass%Mg<sub>2</sub>Ge 合金

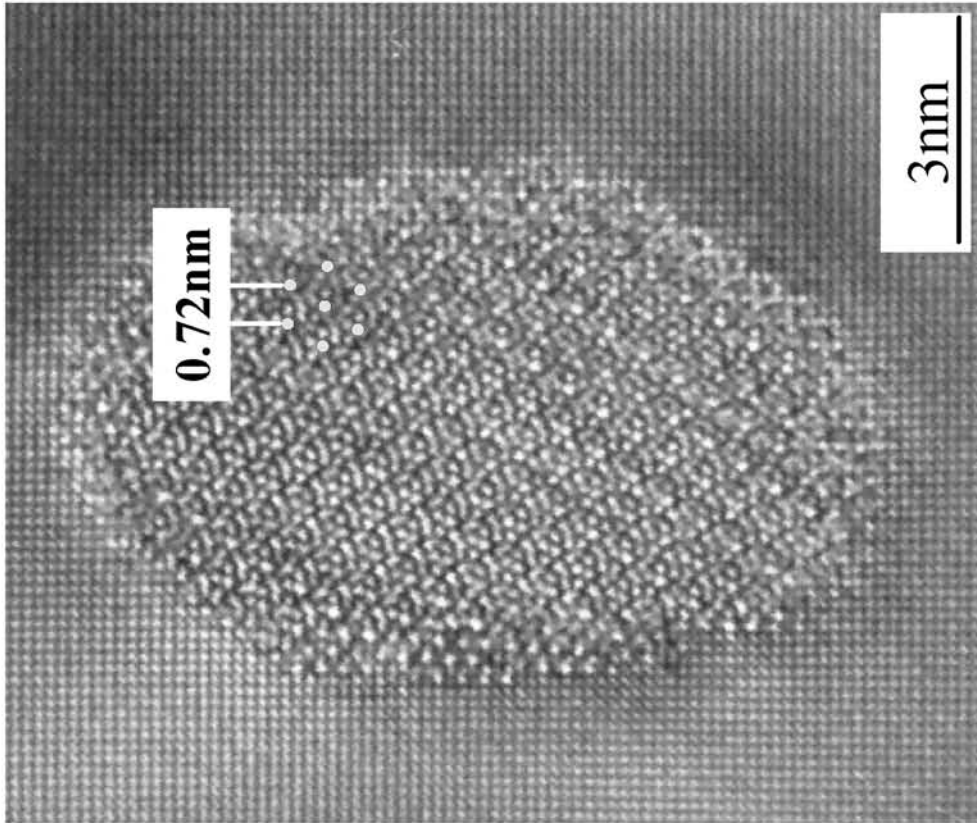


## Al-1.0mass%Mg<sub>2</sub>Ge-0.4mass%Mg 合金

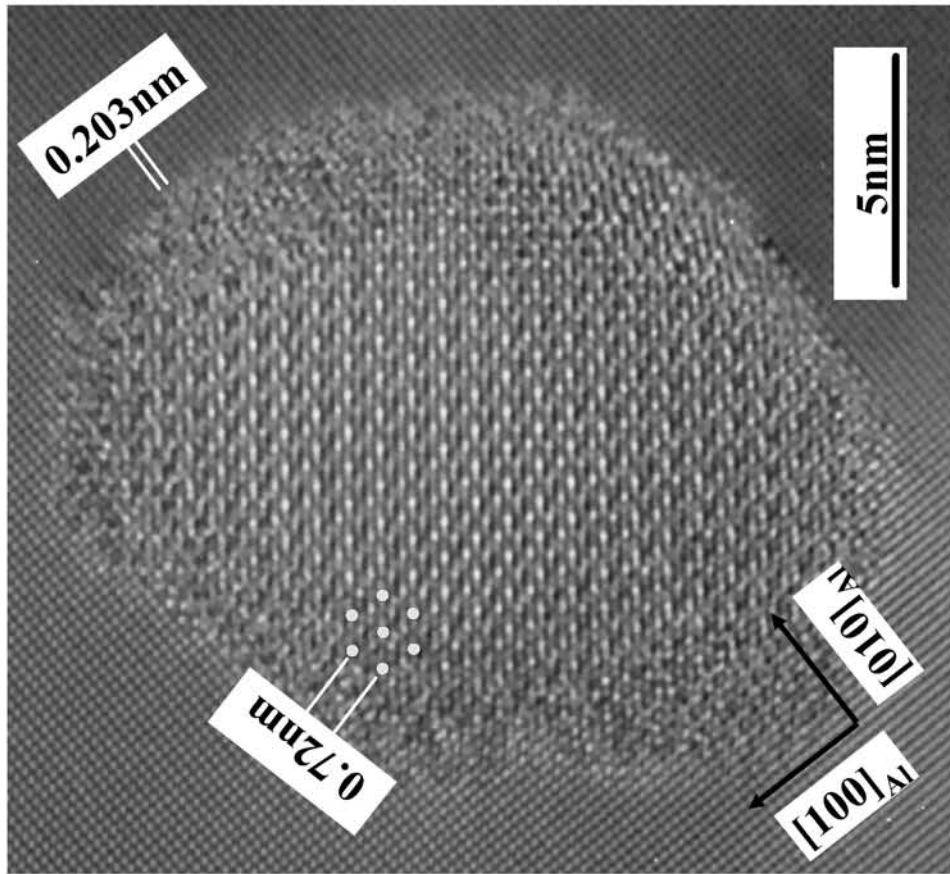


【図 1 1】

523Kで600ks時効した試料に観察された中間相のHRTEM像



過剰Mg合金の中間相 523K,600ks



バランス組成合金の中間相 523K,600ks

---

フロントページの続き

(51) Int.Cl.

F I

テーマコード(参考)

C 2 2 F 1/00 6 9 1 B

C 2 2 F 1/00 6 9 1 C