

急凝固法による Al-Fe-Mg 系合金 P/M 材の組織と機械的性質

日大生産工(院) 高見 浩輔

日大生産工 金子 純一, 久保田 正広, 菅又 信

1. 緒言

アルミニウム合金の機械的性質を向上させる方法の一つとして、急凝固法がある。10³K/s 以上の冷却速度で合金を凝固させるこの方法では、凝固組織の微細化、固溶限の拡大、均一で微細な化合物の分散を図ることが可能であり、高強度材料の作製が可能である。高強度、特に高温での強度向上を図った急凝固アルミニウム合金では一般的に遷移金属が添加される¹⁾。これまでの研究で、急凝固 Al-Fe 系、Al-Mn 系などの Al-遷移金属合金においては、Mg 添加によって常温での強度向上が得られたが、473K 付近を境にしてそれ以上の温度においては逆に強度低下が起こった²⁾。Al-Mg 二元系合金では一般に、Mg 量とともに常温および高温での強度が増加するが、Al-Fe や Al-Mn 系への Mg 添加による高温強度の低下は不可解な現象となっている。そこで本研究では、Al-Fe-Mg 三元系合金で Fe および Mg 量を変化させた合金の急凝固 P/M 材を作製し、この現象の詳細を調べてその機構を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 合金組成と溶製

本研究に用いた合金の目標組成、分析組成および P/M 材の密度を Table 1 に示す。合金は重量が 3.0 kg になるように秤量した。合金鑄塊の溶製にはアルミナ坩堝を使用し、はじめに純 Al を溶解した後に Al-50%Fe 母合金、

純 Mg を溶湯中に添加した。その後十分な攪拌をした後、金型に鑄込み合金鑄塊を作製した。鑄造温度は液相線温度 + 100K とし、Mg は 5% の溶損を見込んで添加した。

Table1 Nominal composition and analyzed composition and density of test alloys.

Nominal Composition (mass%)	Analyzed Composition (mass%)	Density (Mg/m ³)
Al-5Mg	Al-5.24Mg	2.58
Al-2Fe-5Mg	Al-2.04Fe-5.50Mg	2.65
Al-4Fe-5Mg	Al-3.37Fe-5.45Mg	2.67
Al-6Fe-5Mg	Al-6.34Fe-5.25Mg	2.72
Al-8Fe-1Mg	Al-8.55Fe-1.14Mg	2.81
Al-8Fe-3Mg	Al-7.91Fe-2.93Mg	2.78
Al-8Fe-5Mg	Al-8.23Fe-4.77Mg	2.76

2.2 急凝固フレークの作製

本研究で使用したガスアトマイズ法と単ロール法を組み合わせた噴霧ロール急凝固装置の概略図を Fig.1 に示す。合金鑄塊を高周波誘導加熱により再溶解して、黒鉛ノズル(穴径 0.8mm) から溶湯を流出させ、ガスアトマイズして溶湯を細かい液滴にした後、水冷式 Cu 製ドラムにたたきつけ急凝固フレークを作製した。黒鉛ルツボ内を加圧するガスおよびアトマイズガスには Ar を使用した。

2.3 P/M 材の作製

Fig.2 に P/M 材作製工程を示す。作製した急凝固フレークを金型に充填し、冷間プレスによって(500MPa で 60s 保持) 圧粉体とし、真空度 1.33 × 10⁻³~10⁻⁴Pa、温度 623K で 7.2ks 脱ガス処理を行った。次に圧粉体を 673K の空気炉内で 1.8ks 予備加熱を行い、押出比 25:1、押出温度 673K で熱間押出して、

Microstructures and Mechanical Properties of P/M Materials of Rapidly Solidified Al-Fe-Mg Based Alloys

Kousuke TAKAMI, Junichi KANEKO, Masahiro KUBOTA and Makoto SUGAMATA

7mmの P/M 材を作製した .

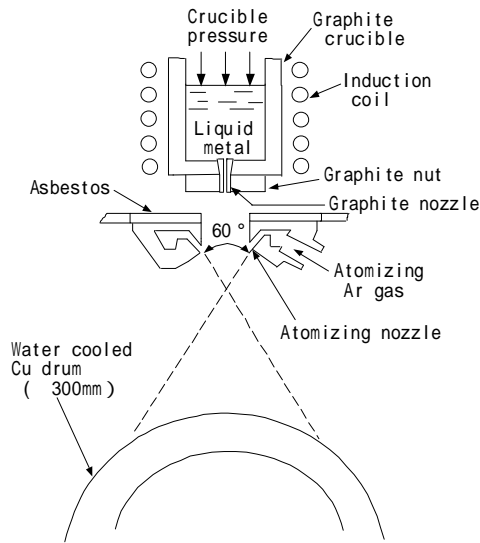


Fig.1 Schematic illustration of the rapid solidification apparatus.

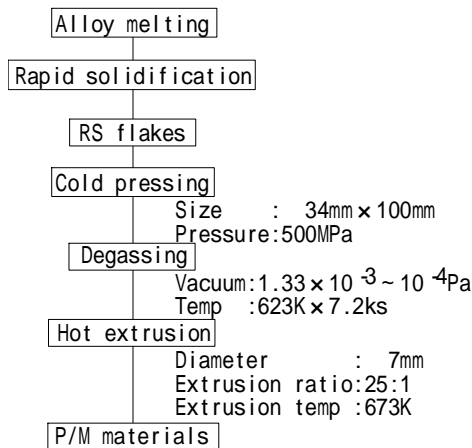


Fig.2 Process chart for P/M material.

2.4 材料評価

2.4.1 硬さ試験

急凝固フレークを室温, 573K, 673K, 773K で 7.2ks 空気炉中で等時加熱を行い, Cu ドラムに衝突した凝固面を測定面とした. 測定にはマイクロビッカース硬度計(荷重 10gf, 保持時間 20s)を用い, 最高値と最低値を除いた 30 ポイントの測定値から平均値を求めた.

P/M 材では急凝固フレーク同様, 押出のまま材と各温度で 7.2ks 等時加熱を行い, ビッカース硬度計(荷重 1kgf, 保持時間 20s)を

用いて測定し, 最高値と最低値を除いた 10 ポイントの測定値から平均値を求めた.

2.4.2 光学顕微鏡組織観察

急凝固フレークおよび P/M 材をエメリー紙研磨 (~#2000) とバフ研磨 (アルミナ粒度: 0.3 μm) を行った後, 腐食させ組織を観察した. 腐食液には, ケラー氏液 (HNO₃: 2.5%, HCl: 1.5%, HF: 1.0%, H₂O: 95.0%) を用いた.

2.4.3 X線回折

X線回折は, 急凝固フレークおよび P/M 材の各温度で熱処理した試料について測定した. 急凝固フレークは冷間プレスして圧粉体とし, P/M 材は長さ 20mm, 厚さ 3mm に加工した. 急凝固フレーク, P/M 材ともに表面をエメリー紙 (~#2000) で研磨した面を回折面とした. CuK 線の強度を 40kV, 60 mA として回折速度を $1.66 \times 10^{-2} \text{deg/s}$ として, 回折角の範囲を $2\theta = 20^\circ \sim 80^\circ$ として測定した.

2.4.4 引張試験

引張試験は各合金ともに, 室温, 473K, 573K, 673K で 1 条件につき 3 本行い, 引張強さ, 0.2%耐力, 伸びを測定した. 高温での試験は試料表面付近の温度が試験温度に達した後, 300s 保持してから試験を行った. 引張速度は 3mm/min (初期ひずみ速度: $1.7 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$) とした. ただし, 573K, 673K での試験では, 引張速度を 0.3, 3, 30mm/min と 3 段階に変化させ, 引張速度の違いによる引張強さの変化を測定した.

3. 実験結果および考察

3.1 急凝固フレークおよび P/M 材の硬さ

Fig.3 に急凝固したままのフレークの硬さを示す. Fe を 8mass% 添加した合金は, その他の合金に比べて高い硬さを示し, 室温では Al-8Fe-5Mg 合金が 264HV で最も高い硬さを示した. Fe の添加量を変化させた合金は温度上昇に伴い緩やかな硬さの低下を示した. 一方, Fe を 8mass% 添加した三元合金では

573K から急激に硬さは低下し,773K では平均 120HV となり, Fe の添加量を変化させた合金と同程度の硬さとなった。

Fig.4 に P/M 材の押しのまま材の硬さを示す。室温では Al-8Fe-5Mg 合金が 150HV で最も高い硬さを示し, Al-5Mg を除くその他の合金でも 130HV 程度の硬さを示した。Fe, Mg とともに添加量の多い合金が高い硬さを示す傾向が見られる。573K では Al-8Fe-5Mg 合金が最高の 162HV を示したが, 熱間押し温度である 673K まで全ての合金で硬さの変化はほとんど見られず, 773K で硬さの低下を示した。

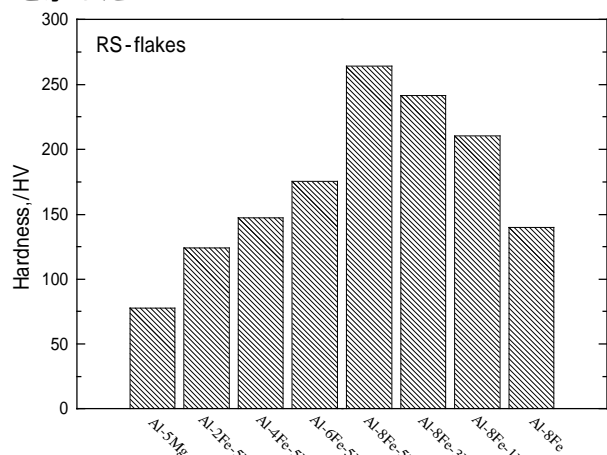


Fig.3 Hardness of as RS-flakes at room temperature.

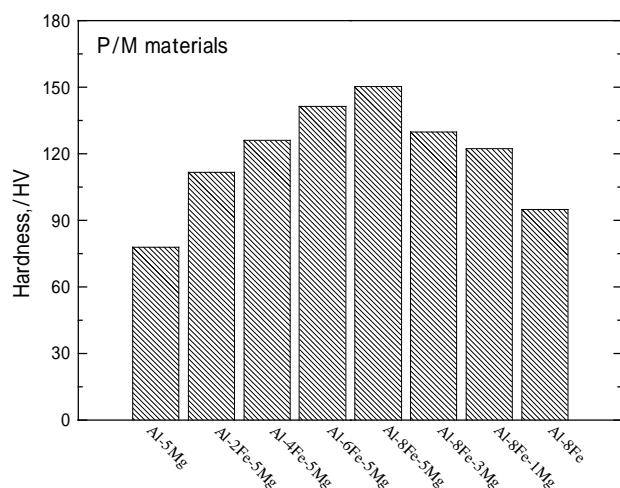


Fig.4 Hardness of as extruded P/M materials at room temperature.

3.2 光学顕微鏡組織観察

一例として Al-8Fe-5Mg 合金の光学顕微鏡組織について Fig.5 に(a)急冷凝固したままの

フレーク (b)押しのままの P/M 材 (c)773K で 7.2ks 等時加熱した P/M 材を示す。

急冷凝固フレークでは, 微細なデンドライトセル状組織が確認された。573K, 673K の加熱により組織が次第に粗大化し, 773K では化合物が分散した組織が確認された。

P/M 材の押しのまま材では, デンドライトセル状組織が分解して, 同時に析出した化合物が確認された。加熱温度の上昇に伴い化合物は粗大化し, 773K では 5 μm 程度に粗大化した棒状の化合物が認められた。

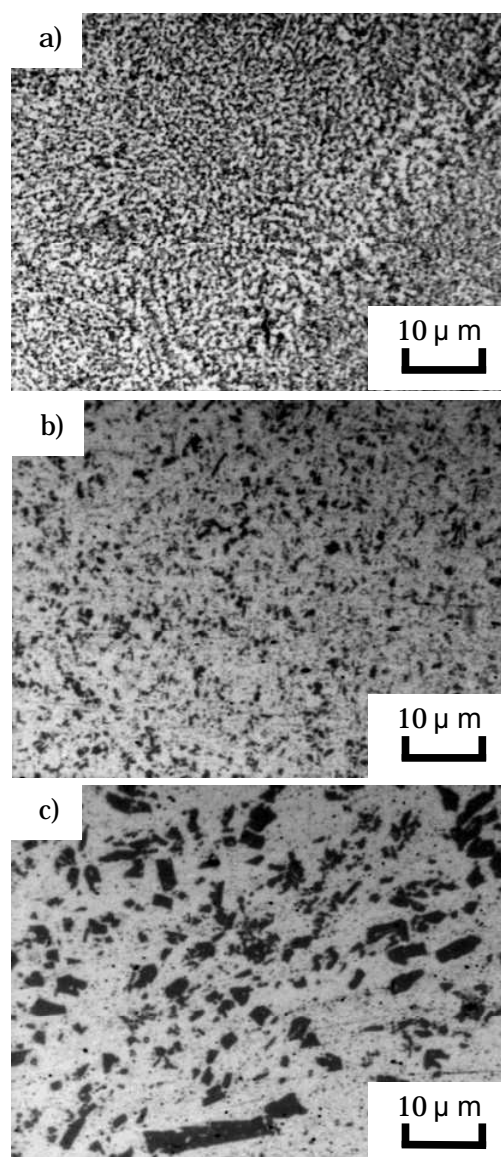


Fig.5 Optical micrographs of Al-8Fe-5Mg.

(a)as RS-flake, (b)as extruded P/M material and(c)P/M material annealed at 773K for 7.2ks.

3.3 X線回折

一例として Al-8Fe-5Mg 合金の X 線回折パターンを Fig.6 に示す。急冷凝固したままのフレーク，P/M 材の押し出しま材および各等時加熱を行った P/M 材では化合物として Al₁₃Fe₄ の回折ピークが確認された。なお加熱温度の上昇に伴う化合物の回折ピークの変化はほとんど見られなかった。

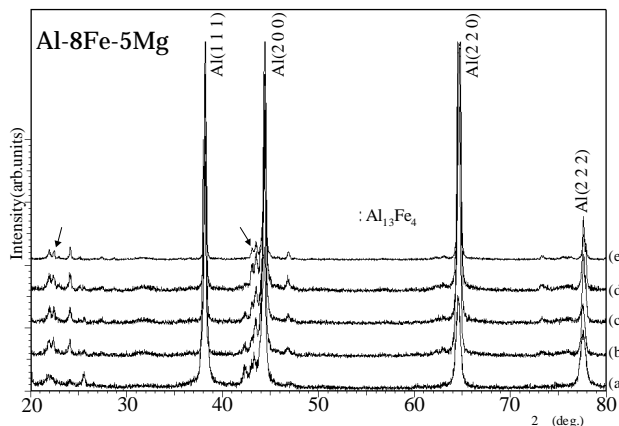


Fig.6 X-ray diffraction patterns of Al-8Fe-5Mg.

- (a) as-RS-flake
- (b) as-extruded P/M material
- (c) P/M material annealed at 573K for 7.2ks
- (d) P/M material annealed at 673K for 7.2ks
- (e) P/M material annealed at 773K for 7.2ks

3.4 引張試験

Fig.7 に各合金の P/M 材の室温での引張強さを示す。全ての Al-Fe-Mg 三元合金で 400MPa 以上の引張強さを示し，Al-8Fe-5Mg 合金が最高の 625MPa を示した。室温での引張強さは P/M 材の硬さ試験と同様 Fe，Mg とともに添加量の多い合金が高い引張強さを示した。なお現在，高温での引張試験により高温引張強さや引張速度の違いによる引張強さの変化を測定しており，当日にその結果も合わせて発表する予定である。

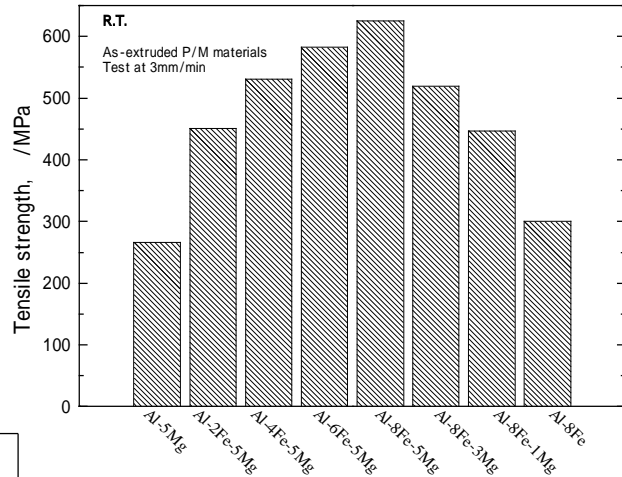


Fig.7 Ultimate tensile strength of as-extruded P/M materials at room temperature.

4. 結言

- (1) 急冷凝固フレークでは，Fe を 8mass% 添加した合金で高い硬さを示し，室温で Al-8Fe-5Mg 合金が 264HV で最高の硬さを示した。Fe の添加量を変化させた合金では温度上昇に伴い緩やかな硬さの低下を示した。
- (2) P/M 材では Fe，Mg の添加量が多いために高い硬さを示した。Al-8Fe-5Mg 合金が 573K で最高の 162HV の硬さを示した。全ての合金において 673K で 7.2ks 等時加熱後まで硬さの変化はほとんど見られなかった。
- (3) 光学顕微鏡組織観察では急冷凝固したままのフレークで微細な dendrite 状組織が確認された。P/M 材の押し出しま材では，それらの組織が分解され微細な化合物の分散が確認された。
- (4) 室温の引張試験では，Al-8Fe-5Mg 合金が最高の 625MPa を示し，その他の合金でも 400MPa 以上の引張強さを示した。

参考文献

- 1) 小平正明：日本大学大学院生産工学研究科 修士論文，(2004)，1-3。
- 2) 藤井秀紀，菅又信，金子純一，久保田正広：軽金属，50(2000)，330-334。