

急凝固 Al-Fe-Mg 合金 P/M 材の高温強度に及ぼす合金組成の影響

日大生産工(院) ○高見 浩輔

日大生産工 菅又 信, 金子 純一

1. 緒言

一般に、遷移金属のアルミニウムに対する固溶限は 1at%以下と低く、固溶限を超えると平衡相として金属間化合物を生成する。遷移金属はアルミニウム中での拡散係数が小さいため、その化合物粒子は高温時での粗大化速度が遅い。そのため急凝固法により金属間化合物をマトリックス中に分散させることで、高温強度が必要とされるアルミニウム部材への適用が期待できる¹⁾。これまでの研究で、急凝固 Al-Fe 系、Al-Mn 系などに Mg を添加すると、晶出化合物による分散強化と Mg による固溶強化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では Mg 添加による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特異な現象である。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で、比較的低濃度組成の急凝固 P/M 材を作製し、高温域での引張強さと合金組成の関係をさらに詳しく調べて、強度低下の要因を解明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 2.5 kg になるように秤量した。合金鑄塊の溶製にはアルミナるつぼを使用し、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 and analyzed composition and density of test alloys.

Nominal Composition (mass%)	Analyzed Composition (mass%)	Density (Mg/m ³)
Al-6Fe-3Mg	Al-6.15Fe-2.75Mg	2.76
Al-4Fe-3Mg	Al-4.17Fe-3.01Mg	2.74
Al-2Fe-3Mg	Al-2.21Fe-2.98Mg	2.71
Al-3Mg	Al-2.91Mg	2.64
Al-6Fe-1Mg	Al-6.24Fe-0.95Mg	2.78
Al-4Fe-1Mg	Al-4.33Fe-0.88Mg	2.76
Al-2Fe-1Mg	Al-2.12Fe-1.00Mg	2.73
Al-1Mg	Al-0.95Mg	2.67
Al-6Fe	Al-6.31Mg	2.82
Al-4Fe	Al-4.34Mg	2.78
Al-2Fe	Al-2.20Mg	2.76
Al	----	2.70

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φ 1.0mm) 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 製の回転ドラムにたたきつけて急凝固フレークを作製した。黒鉛るつぼ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

Effect of alloy composition on high temperature strength of rapidly solidified Al-Fe-Mg alloys

Kousuke TAKAMI, Makoto SUGAMATA and Junichi KANEKO

スによって(500MPaで60s保持)圧粉体とした後、真空度 $1.33 \times 10^{-3} \sim 10^{-4} \text{Pa}$ 、温度 623 K で 7.2ks 脱ガス処理した。圧粉体を 673K の空気炉内で 1.8ks 予備加熱した後に、押出比 25:1、押出温度 673K で熱間押出して、 ϕ 7mm の P/M 材を作製した。

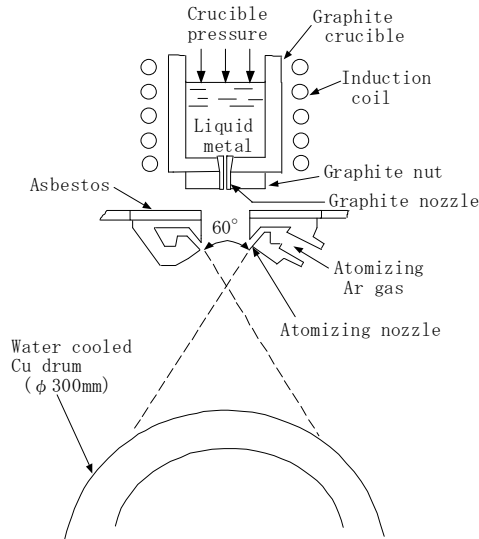


Fig.1 Schematic illustration of the rapid solidification apparatus.

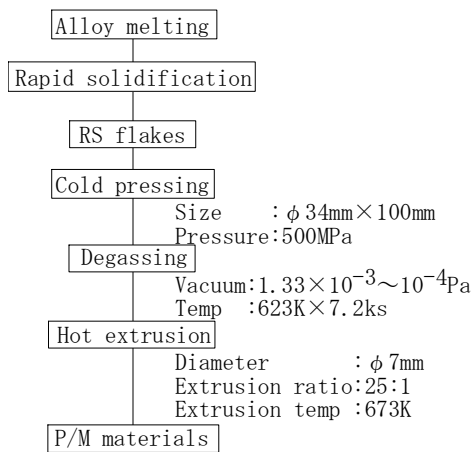


Fig.2 Process chart for P/M material.

2.4 硬さ試験

急凝固フレークを室温および 573K, 673 K, 773K で 7.2ks 空気炉中で等時加熱して、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 10 gf, 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と同様に、押出しま材と各温度で 7.2ks 等時加熱して、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。

2.5 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: $0.3 \mu\text{m}$) した後、腐食させて組織を観察した。腐食液には、ケラー氏液 ($\text{HNO}_3:2.5\%$, $\text{HCl}:1.5\%$, $\text{HF}:1.0\%$, $\text{H}_2\text{O}:95.0\%$) を用いた。

P/M 材の微細組織を観察するために透過型電子顕微鏡を用いた。薄膜試料は、電解ジェット研磨によって作製した。

2.6 X 線回折

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 X 線回折により、構成相を同定した。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、急凝固フレークおよび 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 α 線の強度を 40kV, 60mA として回折速度を $1.66 \times 10^{-2} \text{deg/s}$ として、 $2\theta = 20^\circ \sim 80^\circ$ の回折範囲で回折を行なった。

2.7 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 保持してから荷重を負荷した。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。

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。室温では Al-6Fe-3Mg 合金が 154HV で最も高い硬さを示し、Fe および Mg 添加量が多い合金ほど高い硬さを示す傾向が

見られた。

Fig.4 に P/M 材の押出しまま材の硬さを示す。Al-6Fe-3Mg 合金が 137HV で最も高い硬さを示し，Al-Fe-Mg 三元系合金で平均 100HV 以上の硬さを示した。急冷凝固したままのフレークと同様に，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。また，熱間押出温度である 673K までの加熱による硬さの変化はほとんど見られず，773K の加熱により硬さの低下を示した。

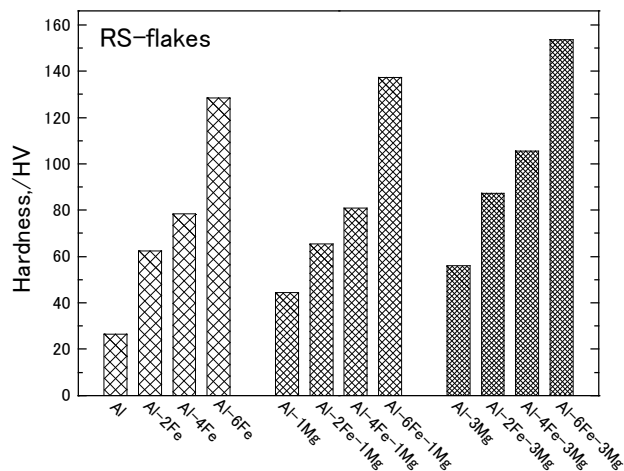


Fig.3 Hardness of as RS-flakes at room temperature.

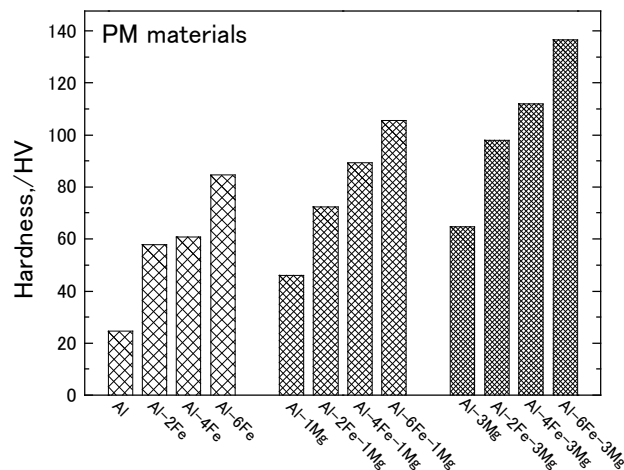


Fig.4 Hardness of as extruded P/M materials at room temperature.

3.2 光学顕微鏡および TEM 組織観察

一例として Al-6Fe-3Mg 合金の組織について Fig.5 に(a)急冷凝固したままのフレーク (光顕)，(b)押出したままの 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

トセル状組織が見られた。573K, 673K, 773K の加熱により組織が次第に粗大化する様子が見られた。

P/M 材の押出しまま材では，200nm 程度の棒状の化合物の分散が確認された。加熱温度の上昇に伴い化合物は粗大化し，773K では 400 μ m 程度に粗大化した化合物が認められた。

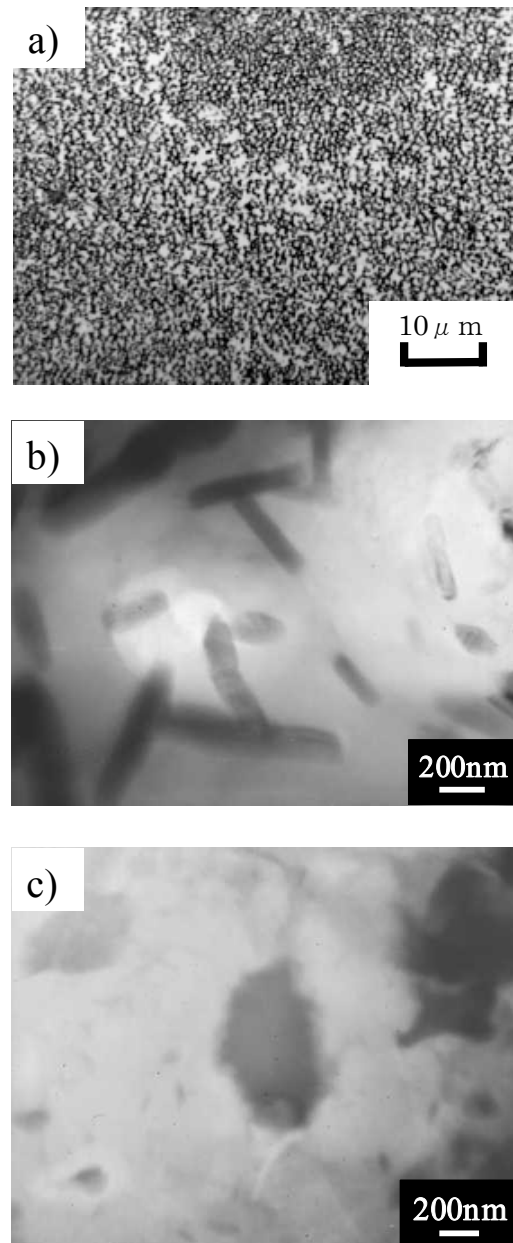


Fig.5 Optical and TEM micrographs of Al-6Fe-3Mg.

(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-6Fe-3Mg 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 材の押出しまま材および各等時加熱した P/M 材では, 化合物として $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ の回折ピークが確認された. なお加熱温度の上昇に伴い化合物のピーク強度が強くなっている. このように, すべての合金で Fe は $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ として, Mg は Al 中に固溶して存在していることが X 線的に確認された.

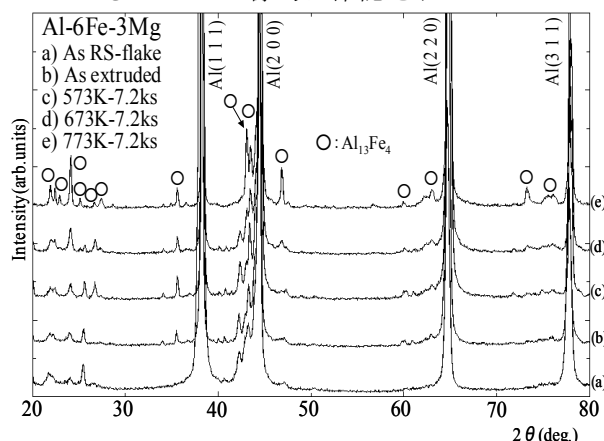


Fig.6 X-ray diffraction patterns of Al-6Fe-3Mg.

- (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 200MPa 以上の引張強さを示し, Al-6Fe-3Mg 合金が最高の 465MPa を示した. 室温での引張強さは硬さ試験の結果と同様に, 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. Fig.8 に Al-6Fe-XMg 合金の各温度における Mg 添加量と引張強さの関係を示す. RTおよび 473K では Mg 添加量とともに引張強さは向上したが, 573K では Mg 添加量 3mass% 以上で引張強さは低下し, 673K では Mg 量の増加に伴い引張強さは低下した. なお, Al-6Fe-5Mg は昨年のデータを引用している.

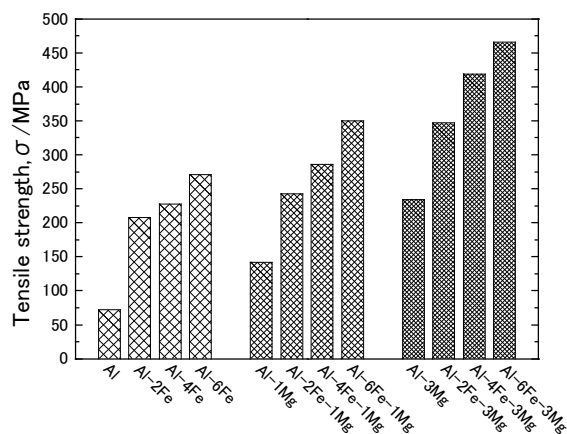


Fig.7 Ultimate tensile strength of as-extruded P/M materials at room temperature.

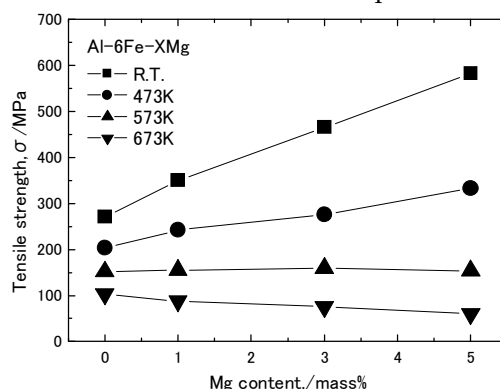


Fig.8 Tensile strength of as-extruded P/M materials of Al-6Fe-XMg alloy at various temperatures.

4. 結言

- (1) 押出したままの P/M 材および焼きなました P/M 材ともに, Fe および Mg の合計添加量が多い合金で高い硬さを示した.
- (2) 光学顕微鏡および TEM 組織観察では急冷凝固したままのフレークで微細なデンドライトセル状組織が確認された. P/M 押出しまま材では, 微細な化合物の分散が確認された.
- (3) 室温の引張試験では, Al-6Fe-3Mg 合金が最高の引張強さ 465MPa を示した. Al-6Fe-XMg 合金において, 573K では Mg 添加量 3mass% 以上で引張強さは低下し, 673K では Mg 量の増加に伴い引張強さは低下した.

(4) 参考文献

- 1) 武田義信: 軽金属, 40(1990), 145
- 2) 藤井秀紀, 菅又信, 金子純一, 久保田正広: 軽金属, 50(2000), 330-334.