

急凝固法による Al-Fe-Ni-Mg 系合金 P/M 材の高温強度

日大生産工(院) ○久保田 陽亮

日大生産工 菅又 信, 金子 純一, 久保田 正広

1. 緒言

急凝固法では合金溶湯を $10^3 \sim 10^7 \text{K/s}$ の大きな凝固冷却速度で凝固させることにより, 従来の鋳造法では粗大な晶出物が生成する合金系においても微細均一な組織を得ることができるため, 添加元素の種類や量の制約が緩和されるという特長がある.

これまでの研究では, 急凝固 Al-遷移金属系合金において, Mg 添加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 付近を境にそれ以上の温度においては逆に強度低下が起きた¹⁾. Al-Fe や Al-Mn 系への Mg 添加による固溶強化が高温で失われ, 強度低下が起きたことは不可解な現象であるが, これが急凝固 P/M 材に特有な現象であるかどうかを明らかにする必要がある. そこで, 本研究では過去の研究において高い強度を示した Al-Fe-Ni-Mg 四元系合金を研究対象の合金系とする. Al-Fe-Ni 系合金では三元化合物, FeNiAl_9 が生成するので, Fe 量と Ni 量を同量として Fe+Ni 量を変化させ, これに異なる量の Mg を添加した Al-Fe-Ni-Mg 四元系合金を 8 種類溶製した. 鋳塊から I/M 材, 急凝固フレークから P/M 材を熱間押出により作製して, 両材料の高温強度に対する Mg 添加の効果を比較した.

2. 試験材の作製方法

2.1. 合金組成と溶製

Table1 に本研究で用いた合金の目標組成および分析値, P/M 材の密度を示す. 合金の溶製には純 Al, 純 Mg, Al-50%Fe 母合金, Al-20%Ni 母合金を用いて所定の組成に配合し, アルミナ坩堝を使用して大気中で溶解, 十分な攪拌と保持をして金型に鋳込んだ. 鋳造温度は液相線温度+100K とし, まず純 Al を溶解してから遷移金属を添加し, 遷移金属が完全

に溶解されたことを確認してから純 Mg を 5%溶損を見込んで添加した. なお, ここでは I/M 材と P/M 材は同密度して考えた.

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

Nominal Composition (mass%)	Analyzed Composition (mass%)	Density (Mg/m ³)
Al-4Fe-4Ni	Al-4.29Fe-4.06Ni	2.89
Al-4Fe-4Ni-1Mg	Al-4.05Fe-4.19Ni-1.00Mg	2.87
Al-4Fe-4Ni-3Mg	Al-4.33Fe-4.01Ni-2.95Mg	2.84
Al-4Fe-4Ni-5Mg	Al-3.94Fe-3.95Ni-4.59Mg	2.80
Al-3Fe-3Ni-5Mg	Al-3.13Fe-3.03Ni-4.56Mg	2.76
Al-2Fe-2Ni-5Mg	Al-2.73Fe-2.37Ni-4.56Mg	2.73
Al-1Fe-1Ni-5Mg	Al-1.31Fe-1.01Ni-4.77Mg	2.70
Al-5Mg	Al-4.74Mg	2.66

2.2. 急凝固フレーク(RS-flake)の作製

本研究では, Fig.1 に示すような噴霧ロール装置を用いて急凝固した. まず 1 チャージあたり 250g 程度の合金鋳塊を黒鉛坩堝中で高周波加熱により溶解した後, 坩堝内を Ar により加圧し, 坩堝下部に取り付けられた黒鉛ノズル(穴径 $\phi 0.8\text{mm}$)から溶湯を流出させた. この溶湯流を Ar でガスアトマイズして液滴とし, 水冷銅製ドラムに衝突させることにより急凝固フレークを作製した. フレークの凝固冷却速度は 10^5K/s 程度である.

2.3. I/M 材および P/M 材の作製

Fig.2 に P/M 材の作製工程を示す. 作製した急凝固フレークを金型内に装入し, 冷間プレスにより圧粉体を予備成形した. 次に真空度 $1.33 \times 10^{-3} \sim 10^{-4} \text{Pa}$, 加熱温度 623K で 7.2ks 脱ガス処理をし, 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, 押出比 25:1, 押出温度 673K の熱間押出しを条件で $\phi 7\text{mm}$ の P/M 材を作製した.

また I/M 材は, 金型に鋳込んだ各合金鋳塊を電気炉において 723K で 24hr 均質化熱処理した後, P/M 材と同様の条件で熱間押出し材とした.

High temperature strength of rapidly solidified Al-Fe-Ni-Mg alloys

Yousuke KUBOTA, Makoto SUGAMATA, Junichi KANEKO and Masahiro KUBOTA

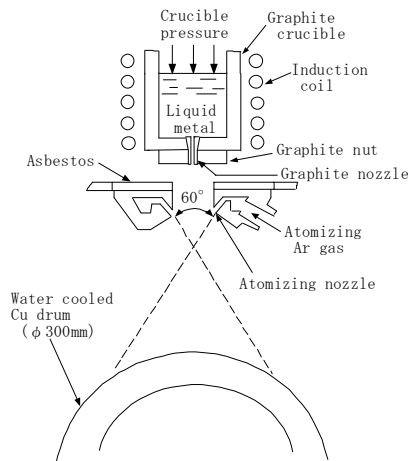


Fig.1 Schematic illustration of the rapid solidification apparatus.

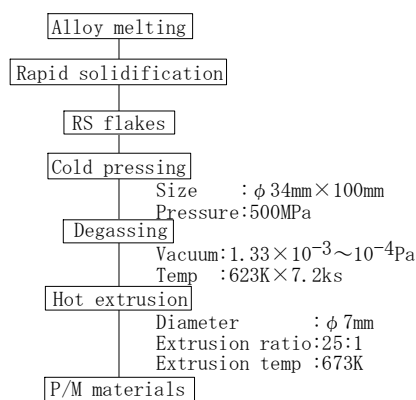


Fig.2 Process chart for P/M material.

3. 材料評価方法

3.1. 光学顕微鏡組織観察

急冷凝固したままのフレークと押出したままの I/M 材および P/M 材、573K、673K、773K で 7.2ks 等時加熱した I/M 材および P/M 材の光学顕微鏡組織を観察した。急冷凝固フレークはドラム衝突面、I/M 材および P/M 材は押出し方向に対して垂直な面を観察した。フェノール樹脂に埋め込み、バフ研磨した試料を腐食の後に観察した。腐食溶液にはケラー氏溶液(HNO_3 :2.5%, HCl :1.5%, HF :1.0%, H_2O :95.0%)を使用した。

3.2. X線回折

急冷凝固したままのフレークと押出したままの I/M 材および P/M 材、773K で 7.2ks 等時加熱した I/M 材および P/M 材の構成相を X 線回折により同定した。急冷凝固フレークは冷間プレスして圧粉体とし、エメリー紙(~#2000)で研磨した面を回折面とした。I/M 材および P/M 材は 20 mm × 7 mm × 2 mm のサイ

ズに切削し、エメリー紙(~#2000)で研磨した面を回折面とした。X 線強度が 40kV、60mA の $\text{CuK}\alpha$ 線を用いて、回折速度 $1.66 \times 10^{-2} \text{deg/s}$ とし、回折角 $2\theta = 20^\circ \sim 80^\circ$ の範囲で X 線回折を行った。

3.3. 硬さ試験

急冷凝固フレークは、各合金系において任意に選出したフレーク 10 枚について測定した。ドラム衝突面が測定面になるように、フェノール樹脂に埋め込み、エメリー紙(~#2000)で研磨した面をマイクロビッカース硬度計(荷重 98mN、保持時間 20s)を用いて測定した。急冷凝固フレークでは 1 枚につき 5 ポイント測定し、最高値と最低値を除いた 3 ポイントを有効値とした。同様に 10 枚測定し、計 30 ポイントの平均値を測定値とした。

I/M 材および P/M 材は、押出しま材と 573K、673K、773K で 7.2ks 等時加熱した試料をビッカース硬度計(荷重 9.8N、保持時間 20s)を用いて測定した。P/M 材では各条件とも 12 ポイントを測定し、最高値と最低値を除いた 10 ポイントの平均値を測定値とした。

3.4. 引張試験

引張試験は室温、473K、573K、673K において各合金の I/M 材および P/M 材ともに 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開始した。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。

4. 実験結果および考察

4.1. 光学顕微鏡組織

Fig.3 に一例として Al-4Fe-4Ni-5Mg 合金の(a) I/M 押出しま材、(b)P/M 押出しま材の光学顕微鏡組織を示す。(a)I/M 押出しま材では粗大な棒状の晶出物が見られるが、(b)P/M 押出しま材では 1 μm 以下の晶出物が微細均一に分布している。この分散粒子は、主としてフレークでセル壁を構成していた晶出物が分断したものである。Al-5Mg 合金を除く全ての I/M および P/M 押出しま材で同様の組織が見られた。

4.2. X線回折

Fig.4 に一例として Al-4Fe-4Ni-5Mg 合金の(a)急冷凝固したままのフレーク, (b)P/M 押出しまま材, (c) I/M 押出しまま材の X 線回折パターンを示す.

急冷凝固したままのフレーク, I/M 押出しまま材, P/M 押出しまま材ともに化合物として FeNiAl_9 および $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ が同定され, P/M 押出しまま材では急冷凝固したままのフレークに比べ, より鮮明に化合物の回折ピークが現れた. また, Mg はいずれの材料においても Al 中に固溶していることが確認された.

4.3. I/M 材および P/M 材の硬さ

I/M 材の焼なましによる硬さの変化を Fig.5 に示す. Fe, Ni および Mg の添加量の増加に伴い硬さの増加が見られた. また加熱温度上昇に伴い緩やかに硬さが低下する傾向が見られた.

P/M 材の焼なましによる硬さの変化を Fig.6 に示す. I/M 材と同様, Fe, Ni および Mg の添加量の増加に伴い硬さの増加が見られた. また, 573K での硬さの変化はほとんど見られず, 673K 以上の温度での加熱による化合物粒子の粗大化により, 硬さの低下が見られた. 特に Fe, Ni 添加量の多い合金では硬さの低下が明瞭である.

4.4. 引張試験

I/M 材押出しまま材について, Mg 添加量を 5mass% と一定とし, Fe+Ni 添加量を変化させた場合の各試験温度における添加量と引張強さの関係を Fig.7 に示す. Fe+Ni 添加量を変化させた合金系の高温での引張強さは, 473K では Fe+Ni 添加量の増加に伴い緩やかに増加し, 573K 以上の温度においては引張強さの変化はほとんど見られなかった. なお, 室温での引張強さは Fe+Ni 添加量が 2mass% で最大となり, それ以上の添加量では引張強さは減少した. 伸びがあまり得られなかったことが原因であると考えられる.

I/M 材押出しまま材について, Fe+Ni 添加量を 8mass% と一定とし, Mg 添加量を変化させた場合の各試験温度における添加量と引張強さの関係を Fig.8 に示す. Mg 添加量を変化させた合金系の高温での引張強さは, 473K および 573K では Mg 添加量

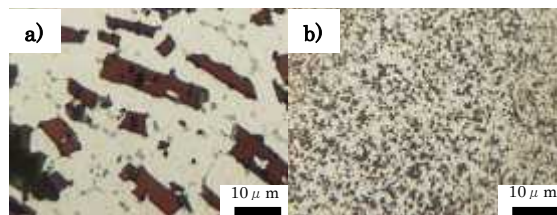


Fig.3 Optical micrographs of I/M and P/M materials of Al-4Fe-4Ni-5Mg.
a) As extruded I/M materials.
b) As extruded P/M materials.

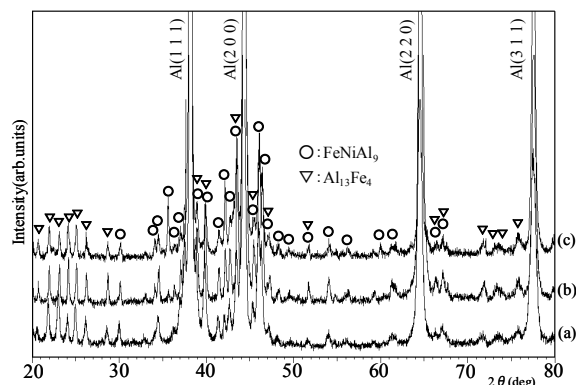


Fig.4 X-ray diffraction patterns of Al-4Fe-4Ni-5Mg alloy.

a) as-RS-flake
b) as-extruded P/M material
c) as-extruded I/M material

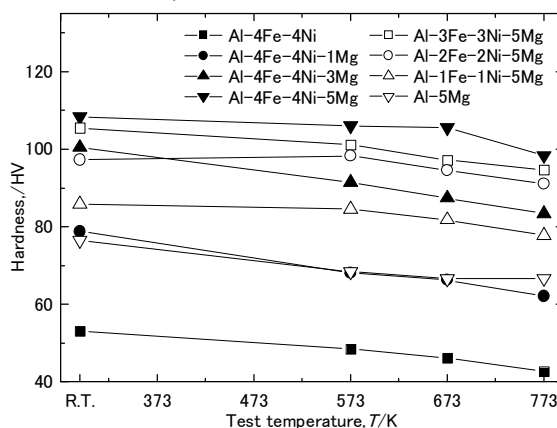


Fig.5 Hardness of I/M materials after annealing at various temperatures for 7.2ks.

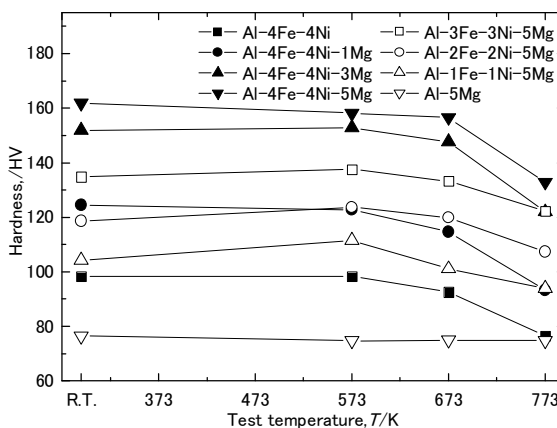


Fig.6 Hardness of P/M materials after annealing at various temperatures for 7.2ks.

の増加に伴い増加し、673Kにおいては引張強さの変化はほとんど見られなかった。このように Al-Fe-Ni-Mg 四元系合金の I/M 材においては、急冷凝固 Al-Mg-Fe, Al-Mg-Mn 系合金で見られたような Mg 添加による高温での強度低下は起きなかった。

押出したままの I/M 材および P/M 材について、室温における引張強さを Fig.9 に示す。室温での P/M 材の引張強さは P/M 材の硬さと同様、Fe+Ni および Mg 添加量の増加に伴い向上し、Al-4Fe-4Ni-5Mg 合金で 560MPa の最高値を示し、その他の四元系合金でも 400MPa 以上の引張強さを示した。Al-4Fe-4Ni 合金 P/M 材の室温での引張強さは 316MPa であり、Mg の固溶強化によって飛躍的に強い材料になったことがわかる。また、Fe, Ni 無添加の Al-5Mg 合金 P/M 材では同合金 I/M 材とほぼ同じ引張強さを示し、室温での強度向上は得られなかった。

なお、現在 P/M 材の高温引張試験を実施している。

5. 結言

- 1) Al-Fe-Ni-Mg 四元系合金の I/M 材および急冷凝固 P/M 材では Fe および Ni は FeNiAl_9 , $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ として晶出し、Mg は Al 中に固溶した。
- 2) 硬さ試験では I/M 材、P/M 材ともに Fe+Ni および Mg の添加量の増加に伴い硬さの増加が見られた。また P/M 材においては、673K 以上の温度での加熱による化合物粒子の粗大化により、硬さの低下が見られた。特に Fe+Ni 添加量の多い合金では硬さの低下が明瞭である。
- 3) Al-4Fe-4Ni-XMg 合金の I/M 材の高温での引張強さは、473K および 573K では Mg 添加量の増加に伴い増加し、673K では引張強さの変化はほとんどみられなかった。Al-Fe-Ni-Mg 四元系合金の I/M 材において、急冷凝固 Al-Mg-Fe, Al-Mg-Mn 系合金で見られたような Mg 添加による高温での強度低下は起きなかった。
- 4) 室温での P/M 材の引張強さは P/M 材の硬さと同様、Fe+Ni および Mg 添加量の増加に伴い引張強さは向上し、Al-4Fe-4Ni-5Mg 合金で 560MPa の最高値を示し、その他の四元系合金でも 400MPa 以上の引張強さを示した。Fe,

Ni を添加した合金では Mg 添加による固溶強化によって常温での強度向上が得られた。

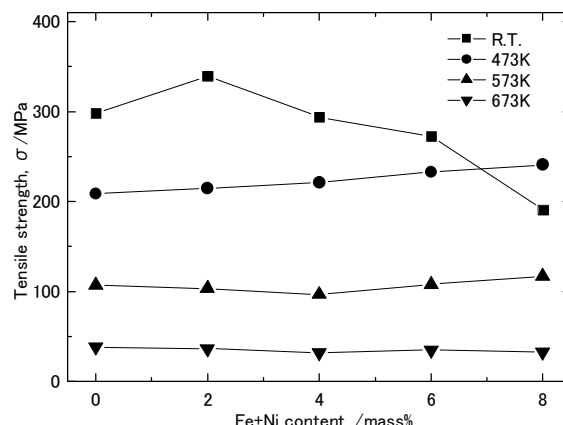


Fig.7 Tensile strength of as-extruded I/M materials of Al-XFe-YNi-5Mg alloy at various temperatures.

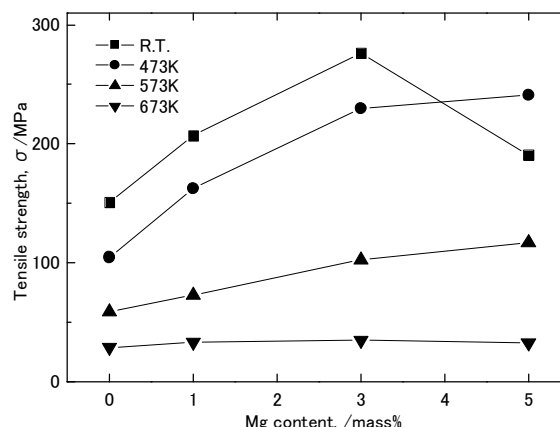


Fig.8 Tensile strength of as-extruded I/M materials of Al-4Fe-4Ni-XMg alloy at various temperatures.

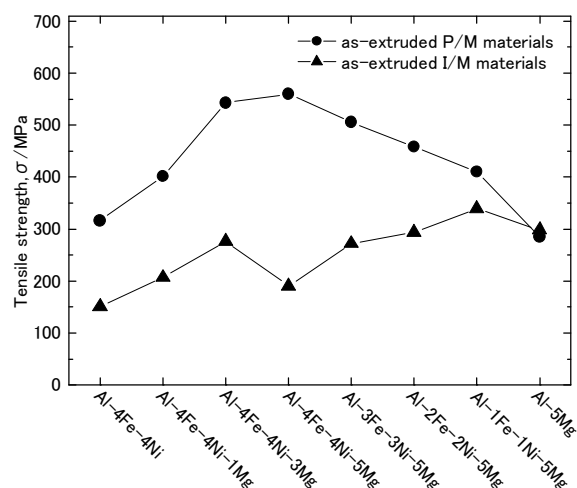


Fig.9 Tensile strength of as-extruded I/M and P/M materials at room temperature.

参考文献

- 1) 藤井秀紀, 菅又信, 金子純一, 久保田正広: 軽金属, 50 (2000), 330-334