

急凝固 Al-Fe-Mg 合金 P/M 材のクリープ特性

日大生産工(院) ○大木 裕矢

日大生産工 菅又 信, 久保田 正広

1. 緒言

急凝固法とは、 $10^3 \sim 10^7 \text{K/s}$ と大きな冷却速度で合金溶湯を凝固することによって生じる凝固組織の微細化、固溶限の拡大、非平衡相の生成を利用して、合金の機械的性質の向上を図ることである。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。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、高温での強度低下の少ないアルミニウム合金材料の開発が期待される。

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¹⁾。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。そこで本研究では Al-Fe-Mg 三元系合金と Al-Fe 二元系合金の高温特性をクリープ試験により評価し、強度低下の要因を明解にすることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 合金組成

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 Table1 に示す。合金の溶製にはアルミナるつぼを使用し、大気雰

囲気の電気炉中で溶解した。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。鑄造温度は液相線温度+100K とし、純 Mg は溶解損失を考慮し 5%追加した量を添加した。十分に添加元素を溶解させた後、金型中 (50×250mm) に鑄込み合金鑄塊とした。

Table1 Nominal and analyzed composition and density of test alloys.

Nominal Composition (mass%)	Analyzed Composition (mass%)	Density (Mg/m ³)
Al-6Fe-5Mg	Al-6.34Fe-5.25Mg	2.72
Al-6Fe-1Mg	Al-6.24Fe-0.95Mg	2.78
Al-6Fe	Al-6.31Fe	2.82
Al-2Fe-5Mg	Al-2.04Fe-5.50Mg	2.65
Al-2Fe-1Mg	Al-2.12Fe-1.00Mg	2.73
Al-2Fe	Al-2.20Fe	2.76

2.2 急凝固フレークと P/M 材の作製

本研究では、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法を使用した。以下に急凝固フレークの作製条件を示す。

- 1 チャージあたり 200g 程度とした。
- ノズルの直径は 0.8~1.0mm 程度とし、溶湯が安定して流出する最小径を選んだ。
- 水冷式ドラムの回転数を 250rpm とした。

Fig.1 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)圧粉体とした。真空度 $1.33 \times 10^{-3} \sim 10^{-4} \text{Pa}$ で温度 623K の条件で 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、直径 7mm の P/M 材を作製した。

Creep properties of P/M materials of rapidly solidified Al-Fe-Mg alloys

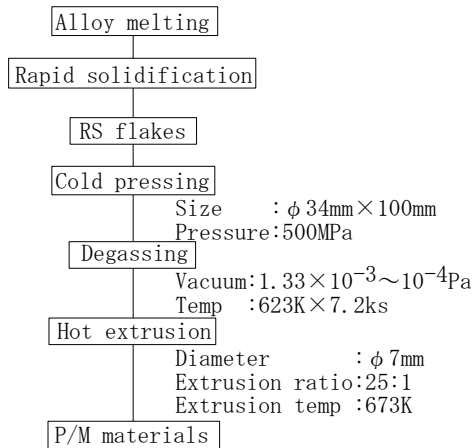


Fig.1 Process chart for P/M material.

2.3 硬さ試験

急凝固フラークを室温および 573K, 673K, 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 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 材では急凝固フラークと同様に, 押出しまま材と各温度で 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.

2.4 組織観察

急凝固フラークおよび 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 (HNO_3 :2.5%, HCl :1.5%, HF :1.0%, H_2O :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.

2.5 X 線回折

急凝固フラークおよび 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. 急凝固フラ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, 急凝固フラークおよび 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. $\text{CuK}\alpha$ 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, $2\theta = 20^\circ \sim 80^\circ$ の回折範囲で回折パターンを求めた.

2.6 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.

2.7 クリープ試験

直径 7mm の P/M 材から両端にねじを設けたクリープ試験片を加工した. 標点距離は 50mm, 平行部直径は 4mm の試験片サイズである. 試験条件は Table2 に示す各合金計 7 条件である. ただし, 5mass%Mg を含む合金は, 673K では極めて短時間で破断するため, 試験温度を 623K とした. なお試験機は一定荷重方式である. 試験片の均熱化のため, 試験温度到達までの加熱時間も含め, 試験温度で 20h 保持後に試験を開始した.

Table2 Conditions for creep tests.

Creep stress	Creep load	Temperature (K)			
		473	573	673(6Fe)	673(2Fe)
89.78	115	○	○		
70.26	90	○	○		
50.74	65		○	○	
39.03	50			○	○
27.32	35				○

3. 実験結果および考察

3.1 P/M 材の硬さ

Fig.2 に P/M 材の押出しまま材の硬さを示す. Al-6Fe-5Mg 合金が 141HV 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. なお, 急凝固したままのフラークでも同様の傾向が見られた.

Fig.3 に Al-2Fe-XMg および Al-6Mg-XMg の P/M 材の押出しまま材と 573K, 673K, 773K で 7.2ks 等時加熱した P/M 材の硬さを示す. 熱間押出温度である 673K までは加熱による硬さの変化はほとんど見られず, 773K の加熱により硬さが低下した.

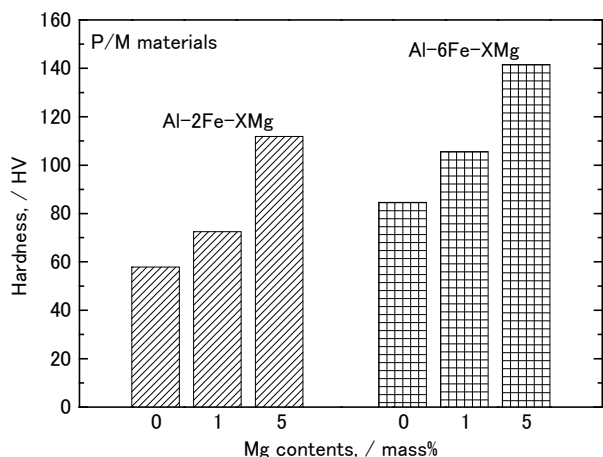


Fig.2 Hardness of as-extruded P/M materials at room temperature.

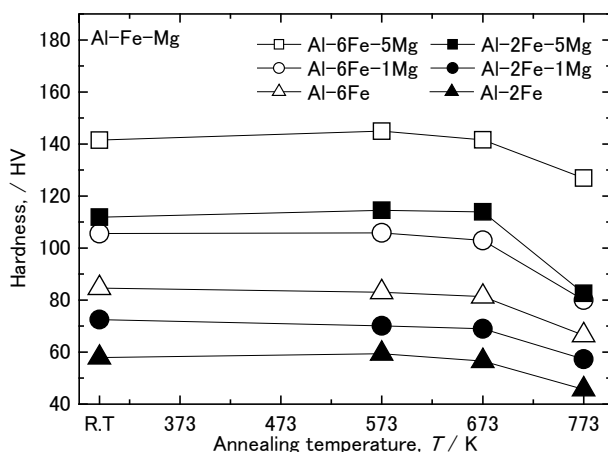


Fig.3 Hardness of P/M materials annealed at various temperatures for 7.2ks.

3.2 引張特性

Fig.4 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 三元系合金で, 200MPa 以上の引張強さを示し, Al-6Fe-5Mg 合金で最高の 582MPa 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 および Mg をともに多く添加した合金ほど高い引張強さを示した.

Fig.5 および Fig.6 に, Al-2Fe-XMg 合金と 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. どちらの合金でも RT および 473K では Mg 添加量とともに引張強さは高くなるが, 573K では大きな変化は見られず, 673K では Mg 添加量が増加するほど引張強さが低下した.

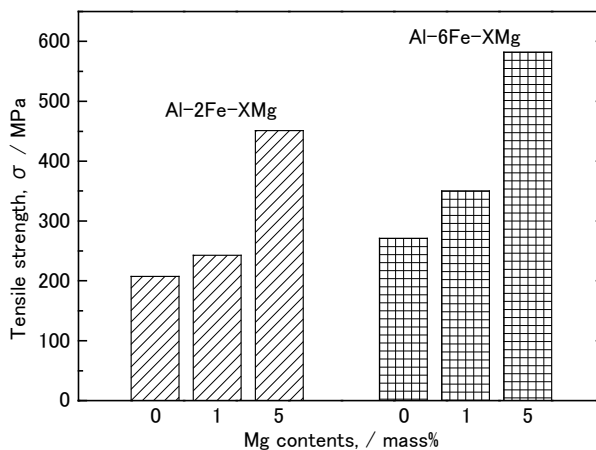


Fig.4 Tensile strength of as-extruded P/M materials at room temperature.

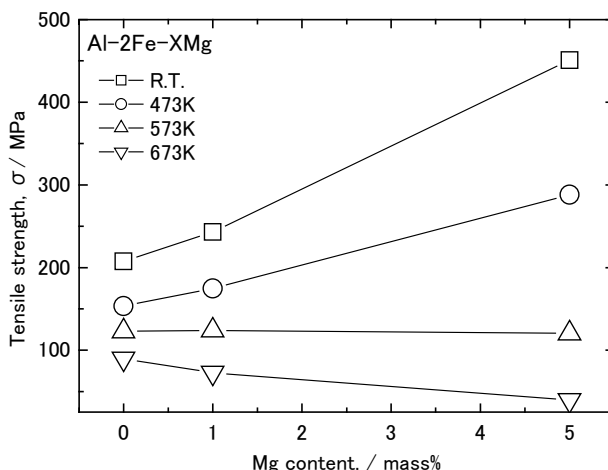


Fig.5 Tensile strength of as-extruded P/M materials of Al-2Fe-XMg alloy at various temperatures.

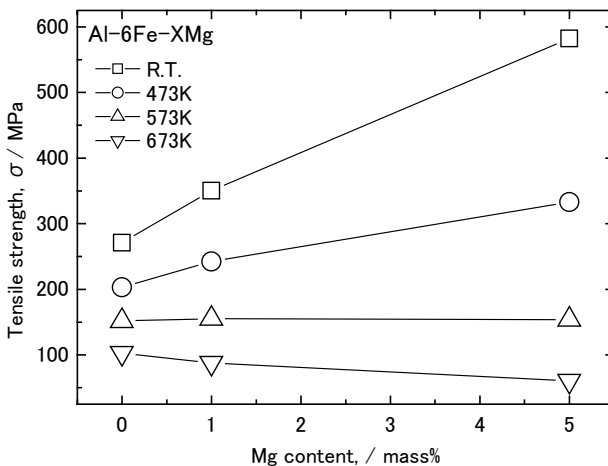


Fig.6 Tensile strength of as-extruded P/M materials of Al-6Fe-XMg alloy at various temperatures.

3.3 クリープ試験

Fig.7 に一例として試験温度 573K, 公称応力 89.78MPa での Al-2Fe-XMg 合金のクリープ曲線を示す. 図中の×は破断点である. すべての合金で遷移クリープはほとんど見られず, 試験開始後まもなく定常クリープ状態となっている. また, Mg 無添加の合金では, 加速クリープも見られなかった. 定常クリープ時のクリープ曲線を比べると, Mg 添加量の増加に伴い定常クリープ速度が大きくなることがわかる. Mg 添加量の多い合金ほど, クリープひずみも大きくなり, クリープ破断時間も短く, 5mass%Mg 添加した合金は Mg 無添加の合金と比べると約 20 分の 1 で破断に至った. なお, 同様の傾向が Al-6Fe-XMg でも見られた.

Fig.8 に Mg 無添加および Fig.9 に 5mass% Mg 添加し Fe 添加量を変化させた合金のクリープ曲線を示す. どちらのクリープ曲線でも, Fe 添加量が少ない合金の定常クリープ速度が速いことがわかる. しかし, Mg 無添加の合金では 2mass%Fe 添加した合金のクリープひずみ量が多いのに対し, 5mass% Mg 添加した合金では 6mass%Fe 添加した合金のクリープひずみ量が多くなった.

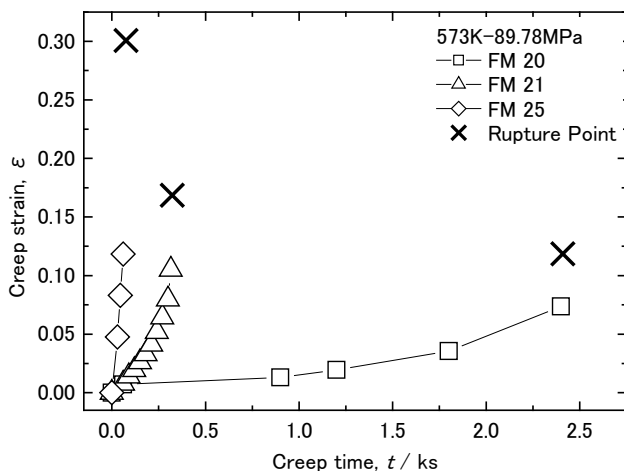


Fig.7 Creep curves of Al-2Fe-XMg at 573K-115kgf.

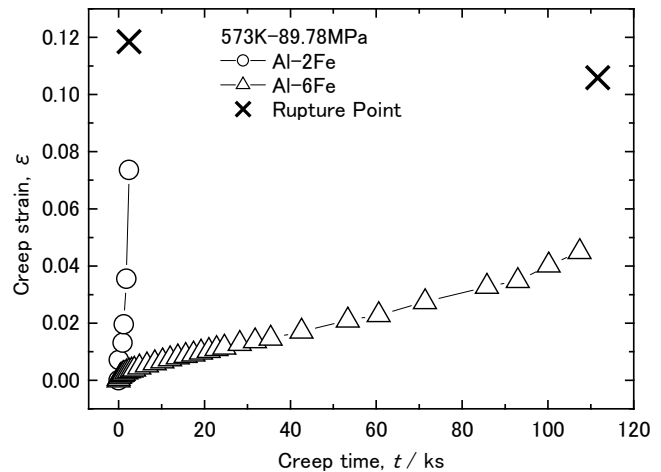


Fig.8 Creep curves of Al-XFe at 573K-115kgf.

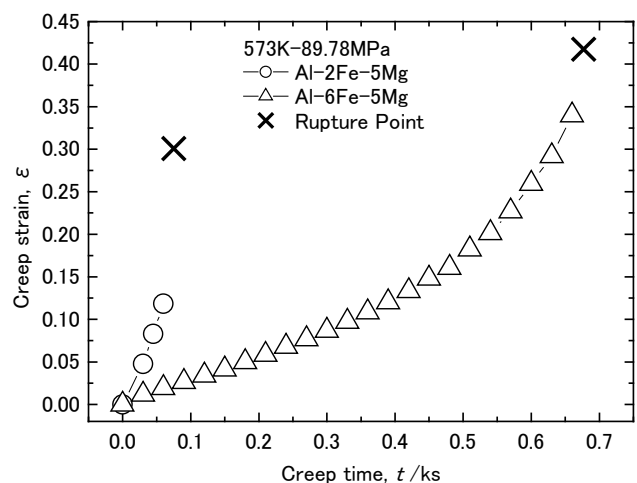


Fig.9 Creep curves of Al-XFe-5Mg at 573K-115kgf.

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) 室温の引張強さでは, Al-6Fe-5Mg 合金が最高の引張強さ 582MPa を示した. Al-2Fe 系, Al-6Fe 系いずれの合金でも, 673K では Mg 添加量の増加に伴い引張強さは低下した.
- (3) Mg 添加量の増加に伴い, 定常クリープ速度が速く, クリープ破断時間が短く, 破断ひずみが大きく, 耐クリープ性が劣化する.

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.