

急凝固法による Al-Fe-Ni-Mg 系合金 P/M 材の高温における強度特性

菅 又 信 (機械工学科)

1. 緒言

アルミニウムに Fe や Mn などの遷移金属を添加する合金系では、遷移金属のアルミニウムに対する平衡固溶限は低いいため、通常の溶解鋳造法によると粗大な遷移金属アルミナイドが晶出する。しかし、非常に大きい冷却速度 ($10^4 \sim 10^6$ K/s) で合金溶湯を急凝固すると、アルミナイドは微細に晶出する。また、凝固冷却速度を高くすると遷移金属は平衡固溶限を超えて固溶することから、生成した強制固溶体からの微細化合物の析出も起きる。一般に遷移金属のアルミニウム中での拡散係数は小さいことから、遷移金属系の化合物は加熱による粗大化が比較的少ない。それゆえ、微細に分散した晶出あるいは析出化合物は高温においても分散強化を発揮するため、急凝固法による Al-遷移金属系合金はアルミニウム基材料の耐熱性向上の点で期待されている。金属材料のもう一つの強化機構である固溶強化を加算させて、急凝固法による Al-遷移金属系合金の強度向上が試みられている。アルミニウムに固溶して強化を発揮する添加元素は、アルミニウム原子に比べて原子半径の大きいマグネシウムが代表的である。これまでに Al-Fe-Mg 系合金等の急凝固粉末を固化成形した P/M 材では、常温における引張強さはマグネシウムの添加によって高くなるものの、高温においてはマグネシウム添加が強度低下となることが報告されている¹⁾。この強度低下は、マグネシウムの添加によって微細な化合物による分散強化の効果が低減する現象である。

本研究では、遷移金属として Fe と Ni を複合添加した Al-Fe-Ni-Mg 系合金の急凝固 P/M 材における高温強度と合金組成の関係をしらべることが目的とした。また、粗大な化合物粒子

が分散する通常の溶解鋳造法による I/M 材の性質もしらべて、分散粒子サイズが高温における強度低下におよぼす影響をしらべた。

2. 実験方法

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-Ni-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

各合金の目標組成と、急凝固して P/M 材とした材料の化学分析値および密度を Table1 に示す。各合金とも目標組成に近い合金成分である。Mg 添加量を 5mass% と一定とし Fe+Ni 添加量を

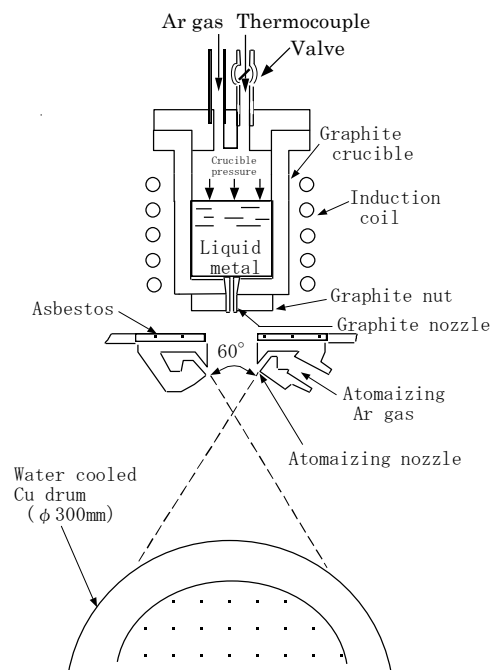


Fig.1 Schematic illustration of rapid solidification apparatus.

0, 2, 4, 6, 8mass%と変化させた組成と, Fe+Ni 添加量を 8mass%と一定とし Mg 添加量を 0, 1, 3, 5mass%と変化させた組成の合計 8 種類の合金を試験材料とした。Fig.1 に急凝固フレークの作製装置をしめす。あらかじめ大気中の溶解で溶製した合金鑄塊を, 高周波加熱により黒鉛るつぼ中で再溶解した。るつぼ内を Ar ガスで加圧して溶湯をるつぼ下部から細く流出させて, 直ちに Ar ガスで噴霧した。小さな液滴は下方に設けた回転する水冷銅製ドラムに衝突して急凝固フレークとなる。フレークの平均的なサイズは厚さが約 20 μm で直径が 7mm 程度である。この噴霧ロール法によって得られた急凝固フレークの凝固冷却速度は約 10^5K/s である²⁾。この冷却速度は Al-33%Cu 共晶合金のフレークの TEM 組織における共晶ラメラ間隔から求められた。各合金当たり約 2kg の急凝固フレークを作製した。

Fig.2 は急凝固フレークを固化成形して P/M 材とする工程である。得られた急凝固フレークを 500MPa で冷間圧縮して, 直径が 34mm, 高さが約 100mm の予備成形体とした。これを真空中で加熱して脱ガス処理した後, 623K の温度, 5mm/min のラム移動速度, 25:1 の押出比で熱間押出して, 直径 7mm の P/M 材を得た。I/M 材は合金鑄塊を 673K で 24h 加熱する均質化処理した後 P/M 材作製と同じ押出し条件で作製

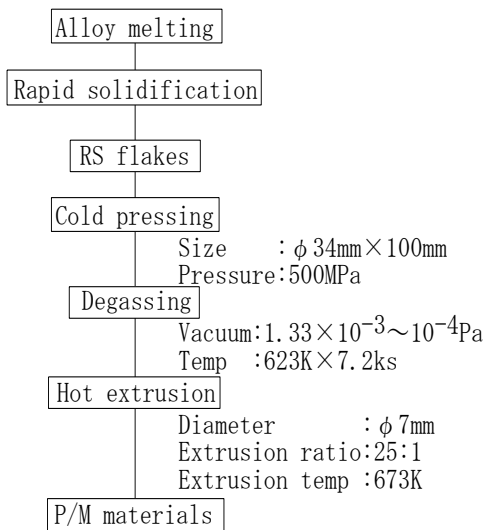


Fig.2 Process chart for P/M materials.

した。材料評価は, 光学顕微鏡組織観察, X 線回折, 引張試験により行なった。

3. 実験結果と考察

3.1 材料組織

Fig.3 に一例として Al-4Fe-4Ni-5Mg 合金の押出したままの材料の光学顕微鏡組織を示す。(a) は合金鑄塊を押出加工した I/M 材であり, (b) は急凝固 P/M 材である。I/M 材では粗大な棒状の晶出物が見られるが, P/M 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晶出したデンドライトセル壁が分断したものである。Fe および Ni を添加した全ての I/M 材および P/M 材で同様の組織が見られた。

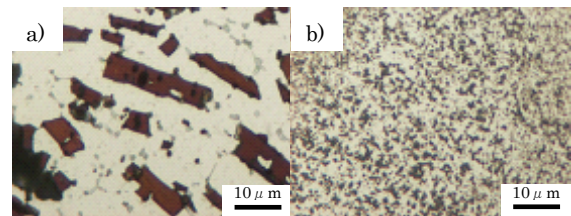


Fig.3 Optical micrographs of I/M and P/M materials of Al-4Fe-4Ni-5Mg.

- a) As extruded I/M material
- b) As extruded P/M material

3.2 X 線回折パターン

Fig.4 に一例として Al-4Fe-4Ni-5Mg 合金の X 線回折パターンを示す。測定に用いた X 線は CuK α 線である。図中の (a) は急凝固したままのフレーク, (b) は押出したままの P/M 材, (c) は押出したままの I/M 材の X 線回折パターンで

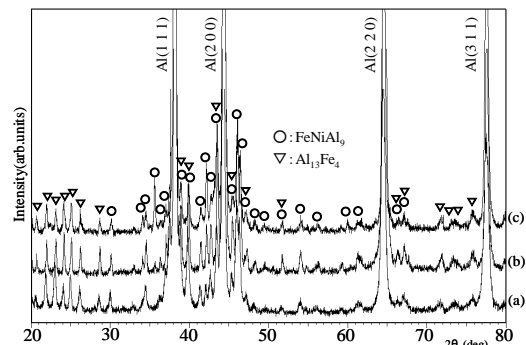


Fig.4 X-ray diffraction patterns of Al-4Fe-4Ni-5Mg alloy.

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

ある。急冷凝固フレーク，P/M材，I/M材において，化合物として FeNiAl_9 および $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ が同定され，P/M材では急冷凝固フレークに比べて，より鮮明に化合物の回折ピークが認められる。また，いずれの材料においてもMgを含む化合物のピークは検出されないことから，Mgは加熱工程を経た押出材においてもマトリックスのAl中に，すべて固溶していることがX線的に認められた。

3.3 引張特性値

Fig.5とFig.6にそれぞれ押出したままのI/M材とP/M材のFe+NiおよびMg添加量の変化に対する引張強さを示す。

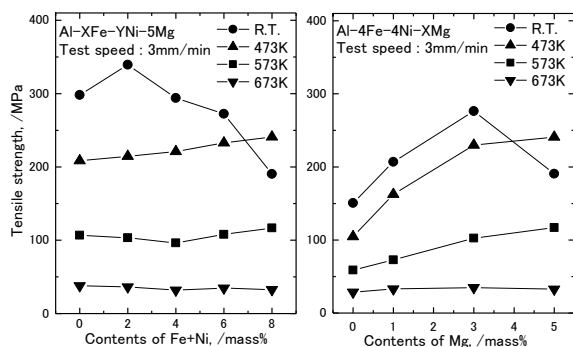


Fig.5 Tensile strength of as extruded I/M materials of Al-XFe-YNi-5Mg and Al-4Fe-4Ni-XMg alloy at various temperatures.

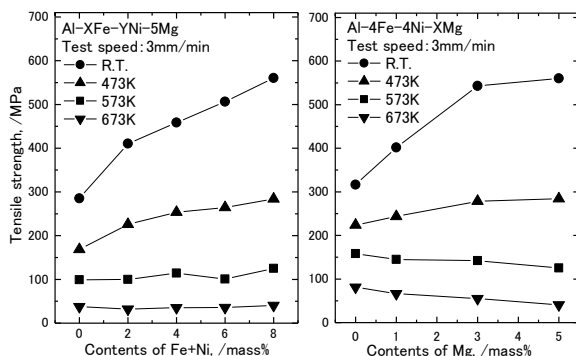


Fig.6 Tensile strength of as extruded P/M materials of Al-XFe-YNi-5Mg and Al-4Fe-4Ni-XMg alloy at various temperatures.

Fig.5に示すMg添加量を5mass%と一定として，Fe+Niの添加量を変化させたI/M材では，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低下した。これは破壊の基点となる粗大な晶出化合物の分散量が増えることにより，ほとんど塑性変形することなく脆性的に破断したためと考えられる。また，Fe+NiおよびMg添加量の増加に伴うI/M材の引張強さの上昇は，試験温度が573Kまでは明瞭に見られ，673Kにおいても低下することはなかった。

Fig.6はP/M材の引張強さであり，Mgの添加量が5mass%で，Fe+Ni添加量を変化させたP/M材の引張強さでは，室温での引張強さはFe+Ni添加量の増加に伴い上昇して，Al-4Fe-4Ni-5Mg合金で最高の560MPaを示した。試験温度が上昇すると，添加量の増加による引張強さの変化は見られなくなった。一方，Fe+Ni添加量が8mass%で，Mg添加量を変化させたP/M材を見ると，室温での引張強さはMg添加量の増加に伴い上昇したが，573K以上の温度においては，Mg添加量の増加により引張強さの低下が認められる。

Fig.5およびFig.6で，Mgを5mass%添加したI/M材およびP/M材の引張強さは573K以上の試験では，両材料がほぼ同等の引張強さを示していることがわかる。両材料において，アルミニウム中に固溶しているMg量に伴う固溶強化の効果は，ほぼ同程度と考えられる。このことから，Mgを5mass%添加したP/M材では，高温

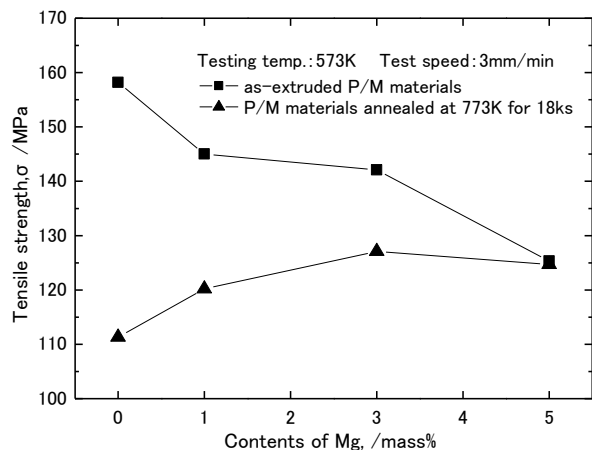


Fig.7 Tensile strength of as extruded and fully annealed P/M materials of Al-4Fe-4Ni-XMg alloy at 573K.

においては晶出化合物による分散強化がほとんどないことを示している。

Mg 量の増加による P/M 材の高温強度低下には、材料中の転位密度の影響が考えられるため、押出したままの P/M 材と完全焼なましした P/M 材について、Mg 添加量の変化に伴う引張強さを比較した。Fig.7 に押出したままの P/M 材と 773K で 18ks 完全焼なましした P/M 材の 573K での引張強さを示す。押出したままの P/M 材では、Mg 添加量の増加に伴う引張強さの低下が見られるが、焼なましした P/M 材では、添加量の増加によって引張強さの上昇が見られる。これは晶出物の粗大化と転位密度が減少した焼なまし P/M 材では、Mg の固溶強化の効果が現れることを示している。

1. 結言

- 1) I/M 材, P/M 材ともに化合物として FeNiAl_9 および $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ が同定された。どちらの材料においても Mg を含む化合物のピークは見られないことから、Mg は Al 中にすべて固溶していると判断された。
- 2) 押出したままの P/M 材の室温における引張強さは、Fe, Ni および Mg 添加量の増加に伴い上昇し、Fe および Ni 化合物粒子による分散強化と、Mg の固溶強化が加算的に作用した。
- 3) 押出したままの P/M 材では、Mg 添加量の増加に伴う高温強度の低下が見られたが、I/M 材および焼なましした P/M 材では、このような引張強さの低下現象は見られなかった。Mg を添加することにより高温強度が低下する原因には、転位密度および分散粒子のサイズと分布密度が影響を及ぼすと考えられる。

参考文献：

- 1) 高見浩輔, 金子純一, 菅又 信, 久保田正広：軽金属学会第 110 回春期大会講演概要集 (2006 年, 5 月), 115.
- 2) 菅又 信, 磯村裕臣, 金子純一, 堀内 良：