

アルミニウム合金粉末の硬さと半価幅の関係

日大生産工(院) ○水口 賢人 日大生産工 久保田 正広
日本軽金属(株) 塩田 正彦

1. 緒言

粉末の強度特性を評価する方法として硬さ試験が利用されている。しかし、粉末の硬さ試験をするためには粉末を樹脂に埋め込み、その後埋め込んだ面を研磨する必要がある、多くの作業工程を経なければならない。今回、これらの作業工程を経ずに簡易的に粉末の硬さを評価する試みとして、X線回折法から得られる半価幅に着目した。半価幅とはX線回折法で得られるX線回折ピークの半分の強度値における幅のことを指す。これは焼鈍組織では狭く、焼入れ組織や高炭素鋼鋼材では広がる傾向にあり、材料内部のひずみ量を反映することが知られている¹⁾。

本研究では、先ずアルミニウム(Al)合金粉末にメカニカルミリング(MM)を行い、どの程度ひずみが導入されるかを半価幅の測定から検討した。次に対応する硬さを調べ、MM前後のAl合金粉末の硬さと半価幅の関係について調査した。さらにそのひずみが結晶面ごとにどの程度導入されているのか半価幅から推測した。最後にMMを行った粉末を加熱し、硬さと半価幅におよぼす加熱の影響について調査した。

2. 実験方法

Pure Al, Al-2.0mass%Fe, Al-2.5mass%Fe の各粉末に 0h, 6h, 12h, 18h, 24h の MM を実施し、マイクロビッカース硬さと半価幅を測定し、MM 前後の各粉末の硬さと半価幅の関係について調査した。マイクロビッカース硬さ試験は、マイクロビッカース硬度計(MVK-H100)を用いて荷重 10g, 保持時間 15 秒の条件で 12 点測定し、その最大値と最小値を除いた 10 個のデータから平均値を求めた。次に X 線回折装置(RINT/2100)を用いて半価幅を測定した。測定は 40kV, 40mA の CuK α 線を用いて回折速度 1.66×10^{-2} °/s および回折角度 20° ~ 80° の条件で行った。半価幅は最も回折強度が大きく、結晶構造が fcc である Al のすべり面である α -Al(111)の $2\theta = 38.472^\circ$ と他の結晶面の α -Al(200)の $2\theta = 44.738^\circ$, α -Al(220)の $2\theta = 65.133^\circ$, α -

Al(311)の $2\theta = 78.227^\circ$ の計 4 つで測定した。

次に MM6h を行った各粉末に空気炉で 573K, 673K, 773K で 15min 加熱を行った。その後、加熱後の各粉末に対してマイクロビッカース硬さ試験および X 線回折を行い、各粉末の硬さと半価幅の関係におよぼす加熱の影響について調査した。マイクロビッカース硬さ試験と X 線回折は前述と同様の条件で実施した。

3. 実験結果および考察

3.1 硬さと各結晶面の半価幅の関係

Fig. 1にPure Al粉末のMM前後のマイクロビッカース硬さと結晶面 α -Al(111)の回折角度 $2\theta = 38.472^\circ$ での半価幅の関係を示す。Pure Al粉末はMM6hすることによって半価幅が 0.141° 増加し、マイクロビッカース硬さが 68.1HV増加した。半価幅の増加とマイクロビッカース硬さの増加が対応していたことから、マイクロビッカース硬さの増加にはひずみの導入による影響が考えられる。しかし、MM6h以降は半価幅とマイクロビッカース硬さともに増加しなかったことから、ひずみの導入によるマイクロビッカース硬さの増加には限界があり、MM6hで粉末内部に導入できるひずみ量がほぼ飽和状態にあると考えられる。

Fig. 2にPure Al粉末の各結晶面の半価幅の増加率について示す。各結晶面のMM前の半価幅 B とMM後の半価幅 b の比 b/B を用いて各結晶面の半価幅の増加率についてまとめた。Alのすべり面 α -Al(111)での半価幅の増加率はどのMM時間でも変わらず、増加率の最大値はMM18hの1.9だった。一方で、Alのすべり面以外の結晶面 α -Al(200), α -Al(220), α -Al(311)での半価幅の増加率はどのMM時間でも変わらず、最大値は α -Al(200)ではMM18hで最大の2.4, α -Al(220)ではMM24hで最大の3.1, α -Al(311)ではMM18hで3.3となった。本来、すべり面の半価幅は広がる傾向にあり、すべり面以外の半価幅は広がる程度が少ないことが知られている²⁾。しかし、今回は結晶構造がfccであるAlのすべり面 α -Al(111)での半価幅の増加率が最も小さく、 α -Al(311)での半価幅の増加率が最も大きくなったことから、MM

Relationship between full width at half maximum and
Vickers microhardness of Al alloy powder.

Kento MIZUGUCHI, Masahiro KUBOTA and Masahiko SHIODA

によって α -Al(311)の結晶面に最も多くのひずみが導入されたと考えられる。

Fig. 3にAl-2.0Fe粉末のマイクロビッカース硬さと結晶面 α -Al(111)の回折角度 $2\theta = 38.472^\circ$ での半価幅の関係を示す。MM0h時のマイクロビッカース硬さと半価幅はMM6hの時は、マイクロビッカース硬さは124.4HV上昇し、半価幅は 0.251° 広がった。半価幅が広がるにつれてマイクロビッカース硬さも上昇したことから、MMによってAl-2.0Fe粉末内部にひずみが導入され、加工硬化によりマイクロビッカース硬さが上昇したと考えられる。Pure Alと比較すると、Al-2.0Feの方が $\Delta FWHM$ が拡大していることからAl-2.0Feの方が導入できるひずみ量が大いと考えられる。その後、MM時間を伸ばすと半価幅は変化しなかったが、マイクロビッカース硬さは上昇した。半価幅が変化していないことから、Al-Fe系金属間化合物が微細に分散することによってマイクロビッカース硬さが増加したと考えられる。

Fig. 4にAl-2.0Fe粉末の各結晶面の半価幅の増加率について示す。各結晶面のMM前の半価幅BとMM後の半価幅bの比b/Bを用いて各結晶面の半価幅の増加率についてまとめた。Alのすべり面 α -Al(111)の回折角度 $2\theta = 38.472^\circ$ での半価幅の増加率はどのMM時間でも変わらず、MM12hで最大の3.2だった。一方でAlのすべり面以外の結晶面 α -Al(200)、 α -Al(220)、 α -Al(311)での半価幅の増加率はどのMM時間でも変わらず、最大値は α -Al(200)ではMM24hで最大の3.6、 α -Al(220)ではMM24hで最大の4.5、 α -Al(311)ではMM18hで4.6となった。これらの結果はFig. 2に示したPure Alと同様だった。どの結晶面でもMM時間を増加させても半価幅の増加率は変化せず、硬さが上昇した。よってAl-2.0Fe粉末ではMM6h以降は加工硬化によるひずみの導入ではなく、Al-Fe系金属間化合物の微細化による分散強化によって硬さが増加したと考えられる。

Fig. 5にAl-2.5Fe粉末のマイクロビッカース硬さと結晶面 α -Al(111)の回折角度 $2\theta = 38.472^\circ$ での半価幅の関係を示す。MM0h時のマイクロビッカース硬さと半価幅はMM6hの時は、マイクロビッカース硬さは137.5HV上昇し、半価幅は 0.246° 広がった。半価幅が広がるにつれマイクロビッカース硬さも上昇したことから、MMによってAl-2.5Fe粉末内部にひずみが導入され、加工硬化によりマイクロビッカース硬さが上昇したと考えられる。その後、MM時間を長くすると半価幅は変化しなかったが、マイクロビッカース硬さは上昇した。半価幅が変化していないことから、微細化したAl-Fe系金属間化合物の分散によってマイクロビッカース硬さが増加したと考えられる。Al-2.5Feの方がAl-2.0Feよりも鉄の添加量が

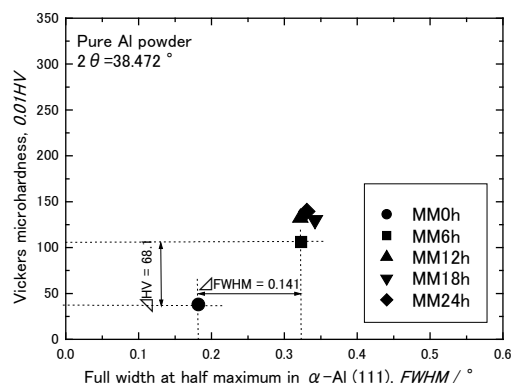


Fig. 1 Relationship between full width at half maximum in α -Al(111) and Vickers microhardness of as-MMed Pure Al powder.

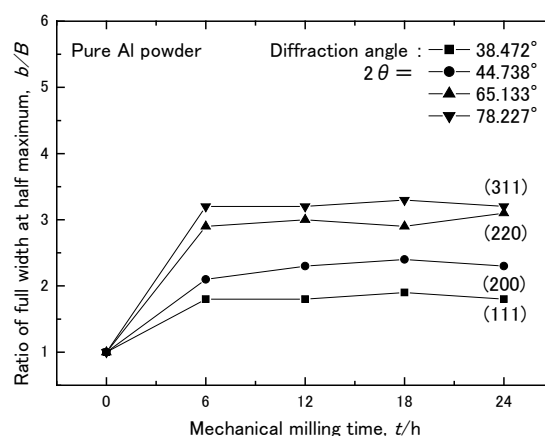


Fig. 2 Ratio of full width at half maximum for every crystal plane of Pure Al powder.

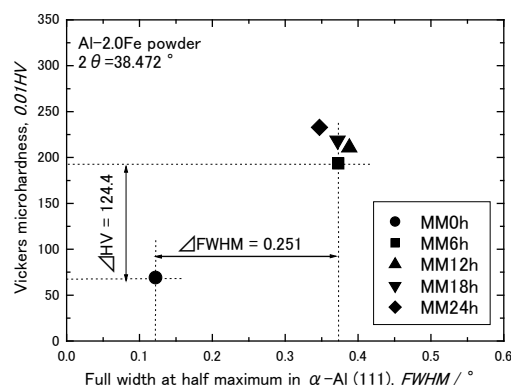


Fig. 3 Relationship between full width at half maximum in α -Al(111) and Vickers microhardness of as-MMed Al-2.0Fe powder.

多いため、金属間化合物が多く生成し、Al-2.0Feよりもマイクロビッカース硬さの上昇量が大きかったと考えられる。

Fig. 6にAl-2.5Fe粉末の各結晶面の半価幅の増加率について示す。各結晶面のMM前の半価幅 B とMM後の半価幅 b の比 b/B を用いて各結晶面の半価幅の増加率についてまとめた。Alのすべり面 α -Al(111)の回折角度 $2\theta = 38.472^\circ$ での半価幅の増加率はどのMM時間でも変わらず、MM18hで最大の3.4だった。一方で、Alのすべり面以外の結晶面 α -Al(200)、 α -Al(220)、 α -Al(311)での半価幅の増加率はどのMM時間でも変わらず、最大値は α -Al(200)ではMM24hで3.4、 α -Al(220)ではMM24hで4.0、 α -Al(311)ではMM24hで4.6となった。MMによって α -Al(311)の結晶面に最も多くのひずみが導入されたと考えられる。どの結晶面でもMM時間を増加させても半価幅の増加率は変化しなかったが、硬さが上昇したことから、Al-2.5Fe粉末もAl-2.0Fe粉末と同様にMM6h以降は加工硬化によるひずみの導入より、微細なAl-Fe系金属間化合物の分散によって硬さが増加したと考えられる。

3.2 硬さと半価幅の関係におよぼす加熱の影響

Fig. 7にMM6hしたPure Al粉末の α -Al(111)の回折角度 $2\theta = 38.472^\circ$ での加熱前後のマイクロビッカース硬さと半価幅の関係を示す。MM6hの粉末を空気炉で各温度で加熱後にマイクロビッカース硬さおよび半価幅を測定した結果、共に低下した。これは加熱によってMM時に導入されたひずみが除去されたことが原因と考えられる。加熱温度が高いほどマイクロビッカース硬さおよび半価幅の低下量は大きく、加熱温度が773Kの時、最も低下量が大きかった。しかし、加熱温度が773Kの時のマイクロビッカース硬さおよび半価幅をMM0h時のマイクロビッカース硬さおよび半価幅と比較すると、マイクロビッカース硬さは41.1HV高く、半価幅は 0.046° 大きかった。よって、加熱後もPure Al粉末内部にMMで導入したひずみが残存していると考えられる。

Fig. 8にMM6hしたAl-2.0Fe粉末の α -Al(111)での回折角度 $2\theta = 38.472^\circ$ での加熱前後のマイクロビッカース硬さと半価幅の関係を示す。加熱後のマイクロビッカース硬さと半価幅は共に低下した。これは加熱によってMM時に導入されたひずみが除去されたことが原因と考えられる。加熱温度が高いほどマイクロビッカース硬さおよび半価幅の低下量は大きく、加熱温度が773Kの時最も低下量が大きかった。しかし、加熱温度が773Kの時とマイクロビッカース硬さおよび半価幅をMM0h時と比較すると、マイクロビッカース

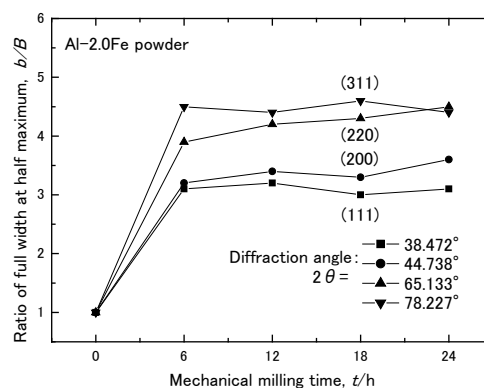


Fig. 4 Ratio of full width at half maximum for every crystal plane of Al-2.0Fe powder.

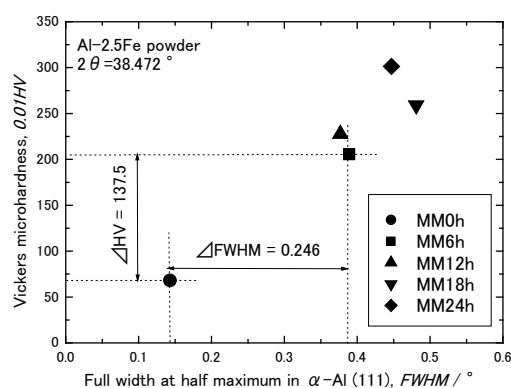


Fig. 5 Relationship between full width at half maximum in α -Al(111) and Vickers microhardness of as-MMed Al-2.5Fe powder.

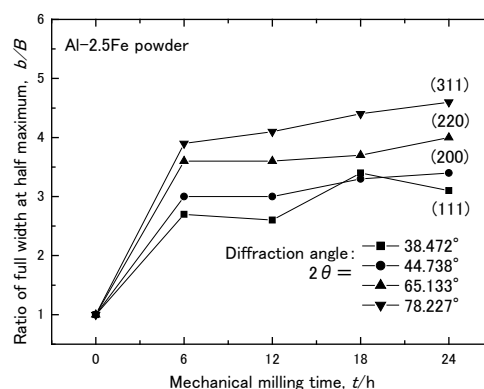


Fig. 6 Ratio of full width at half maximum for every crystal plane of Al-2.5Fe powder.

硬さは38.6HV高く、半価幅は0.110° 大きかった。よって、Pure Al粉末と同様に加熱後もAl-2.0Fe粉末内部にMMで導入したひずみが残存していると考えられる。

Fig. 9にMM6hしたAl-2.5Fe粉末の α -Al(111)の回折角度 $2\theta = 38.472^\circ$ での加熱前後のマイクロビッカース硬さと半価幅の関係を示す。他の粉末と同様に加熱後のマイクロビッカース硬さと半価幅は共に低下した。これは加熱によってMM時に導入されたひずみが除去されたことが原因と考えられる。加熱温度が高いほどマイクロビッカース硬さおよび半価幅の低下量は大きく、加熱温度が773Kの時に最も低下量が大きかった。しかし、加熱温度が773Kの時とMM0h時のマイクロビッカース硬さおよび半価幅と比較すると、マイクロビッカース硬さは44.4HV高く、半価幅は0.056° 大きかった。よって、他の粉末と同様に加熱後もAl-2.5Fe粉末内部にMMで導入したひずみが残存していると考えられる。

4. 結言

- (1) 硬さと半価幅には相関性が認められ、半価幅からMMで粉末に導入されたひずみ量が推定できた。
- (2) Pure Al粉末、Al-2.0Fe粉末およびAl-2.5Fe粉末の硬さは加工硬化による影響がMM6hまで認められた。
- (3) Al-2.0Fe粉末とAl-2.5Fe粉末の硬さはMM6h以降は加工硬化による影響より、金属間化合物の分散強化による影響が大きい。
- (4) Pure Al粉末、Al-2.0Fe粉末およびAl-2.5Fe粉末へのMMによる加工硬化の影響は結晶構造がfccであるAlのすべり面 α -Al(111)の結晶面よりも α -Al(311)の結晶面への影響が大きい。
- (5) Pure Al粉末、Al-2.0Fe粉末およびAl-2.5Fe粉末は573K、673K、773Kで15min加熱後は硬さおよび半価幅は減少したが、MMで導入されたひずみの影響が残っており、それが硬さに影響をおよぼしていた。

参考文献

- 1) 片岡 泰弘, X線回折法を利用した金属材料の硬さ評価について, あいち産業科学技術総合センターニュース3月号, (2014), p4.
- 2) 平修二, 本田和男, 阿部武治, X線による金属材料の疲労破壊に関する研究(回折線半価幅の変化の回折面依存性に対する一解釈について), 「材料」第13巻 第135号, (1964), p993-994.

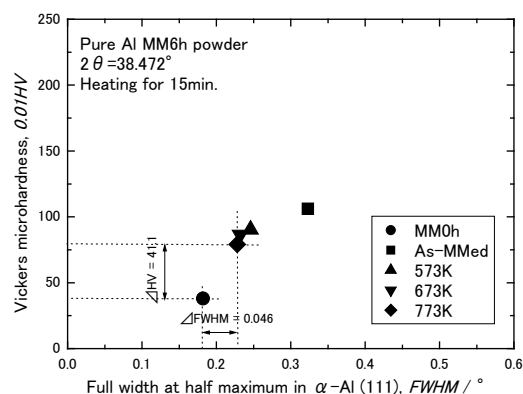


Fig. 7 Influence of heating at various temperatures for 15min on full width at half maximum in α -Al(111) and Vickers microhardness of MM6h Pure Al powder.

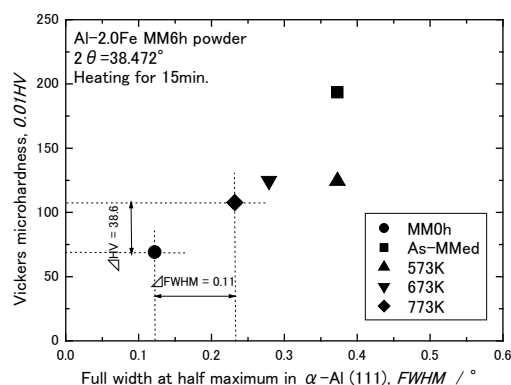


Fig. 8 Influence of heating at various temperatures for 15min on full width at half maximum in α -Al(111) and Vickers microhardness of MM6h Al-2.0Fe powder.

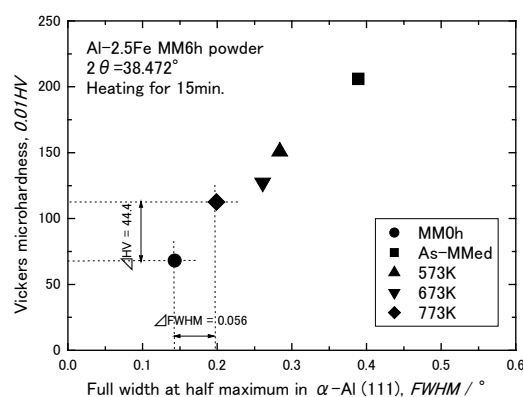


Fig. 9 Influence of heating at various temperatures for 15min on full width at half maximum in α -Al(111) and Vickers microhardness of MM6h Al-2.5Fe powder.