

## 高潔淨制御雰囲気を利用した高耐熱急速凝固粉末冶金アルミニウム合金の開発

衝撃・極限環境研究センター（マテリアル工学科） 山崎倫昭

### 1. 緒言

近年、自動車をはじめとする輸送機器の排ガス規制が年々厳しくなりつつある。これらの問題の解決策の一つとして輸送機器の軽量化による燃費向上が挙げられる。アルミニウム合金はその軽量性から、輸送機器用素材として重要であり、より高強度かつ高延性な耐熱合金の開発が求められている。これまでに多くの高強度急速凝固アルミニウム合金が開発されているが、中でも Al-Ti-Fe-Cr 合金<sup>[1]</sup>は高い耐熱性を有することから応用が期待されている。しかしながらその強度発現に寄与する合金添加元素の役割等の詳細は明らかではない。本研究では、これまでの結果から高強度と高延性を示している  $\text{Al}_{93.1}\text{Ti}_{2.3}\text{Fe}_{2.3}\text{Cr}_{2.3}$  (at. %) 急速凝固粉末冶金合金の合金成分元素である Ti, Fe, Cr の添加量を若干量増加させた合金 ( $\text{Al}_{93}\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{Cr}_2$ ,  $\text{Al}_{93}\text{Ti}_2\text{Fe}_3\text{Cr}_2$ ,  $\text{Al}_{93}\text{Ti}_2\text{Fe}_2\text{Cr}_3$ )<sup>[2]</sup>をそれぞれ実際に作製し、それらの機械的性質の調査及び組織観察を行うことで、添加元素の影響を検討した。また、本合金で観察される金属組織の特徴として準結晶 (Icosahedral 相) の存在が挙げられるが、その強度発現への寄与についても検討した。

### 2. 実施概要

Al-Ti-Fe-Cr 母合金はアーク溶解炉を用いて Ar ガス雰囲気中で溶製した。急速凝固粉末は高圧アルゴンガスアトマイズ装置を用いて作製し、粉末粒径 38  $\mu\text{m}$  以下に分級後、銅製ピレットに充填し、加熱脱ガス処理、押出固化成形を行うことにより RS P/M 合金を作製した。押出固化条件は、脱ガス温度 623–773 K、押出温度 623–773 K、押出比 5 で行った。これらの一連の工程を、粉末を一度も大気に曝すことなく酸素と水分濃度が 0.5 ppm 以下の高潔淨な真空あるいは不活性ガス雰囲気中で連続して行えるクローズド P/M プロセッシングシステム<sup>[3]</sup>を用いて PS P/M 合金を作製した。RS P/M 合金の機械的性質は、引張試験によって評価した。相の同定および組織観察は X 線回折、走査型電子顕微鏡 (SEM) および透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて行った。

### 3. 結果：合金組成と機械的性質の調査

図 1 に  $\text{Al}_{93.1}\text{Ti}_{2.3}\text{Fe}_{2.3}\text{Cr}_{2.3}$  RS P/M 合金と Ti 添加量を増やした  $\text{Al}_{93}\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{Cr}_2$  RS P/M 合金の引張試験結果を示す。Ti 添加量を増加させたことにより室温、高温共に引張強度が上昇していることがわかり、Ti 添加は高強度化に寄与していると言える。一方、伸びは Ti の添加量増加により減少する。

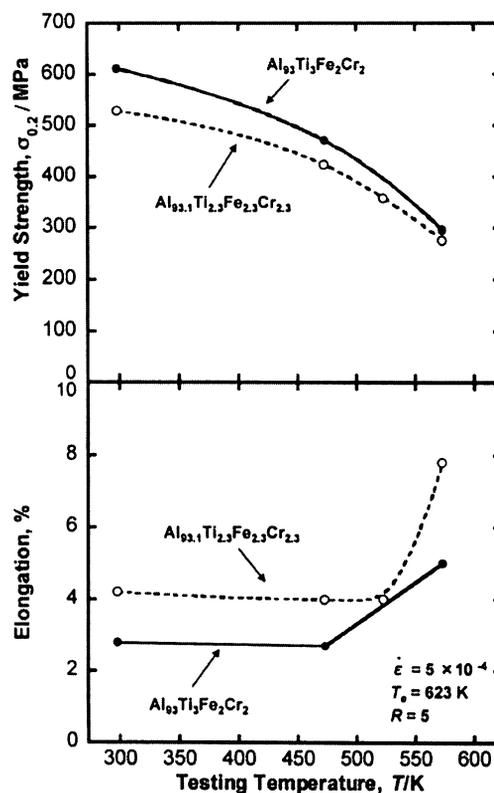


図1 RS P/M  $\text{Al}_{93}\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{Cr}_2$ 合金とRS P/M  $\text{Al}_{93.1}\text{Ti}_{2.3}\text{Fe}_{2.3}\text{Cr}_{2.3}$ 合金の引張特性

図 2 に  $\text{Al}_{93.1}\text{Ti}_{2.3}\text{Fe}_{2.3}\text{Cr}_{2.3}$  RS P/M 合金と  $\text{Al}_{93}\text{Ti}_3\text{Fe}_2\text{Cr}_2$  RS P/M 合金の X 線回折図形を示す。両合金とも  $\alpha$ -Al、 $\text{L}_{12}$ - $\text{Al}_3\text{Ti}$ 、 $\text{D}_{022}$ - $\text{Al}_3\text{Ti}$ 、準結晶 (Icosahedral 相)、 $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$  から構成されていることがわかり、Ti 添加量の増加は、 $\text{L}_{12}$ - $\text{Al}_3\text{Ti}$  相に由来する回折ピークを強くさせている。 $\text{L}_{12}$ - $\text{Al}_3\text{Ti}$  相の形成量の増加は TEM 観察 (図 4) からも確認され、それら化合物相の結晶粒径 150–200 nm 程度であった。

TEM 観察からは、両合金ともに等軸晶組織 (図 3) を呈しており、結晶粒径は 100-200 nm 程度であった。また、図 5 に示す通り、本合金の特徴として、球状の準結晶化合物が多く存在しその体積分率は約 8% にまで達していることが明らかとなった。この準結晶は電子線回折の結果から正二十面体準結晶 (Icosahedral 相) であることがわかり、また Cr 添加量増加とともに形成量が増大することから Al-Cr 系 I 相であると考えられる。しかしながら、Cr 添加量を増やした  $Al_{93}Ti_2Fe_2Cr_3$  RS P/M 合金は強度低下を招いたことから、Icosahedral 相の合金室温強度への直接的な寄与は高くないことが示唆される。

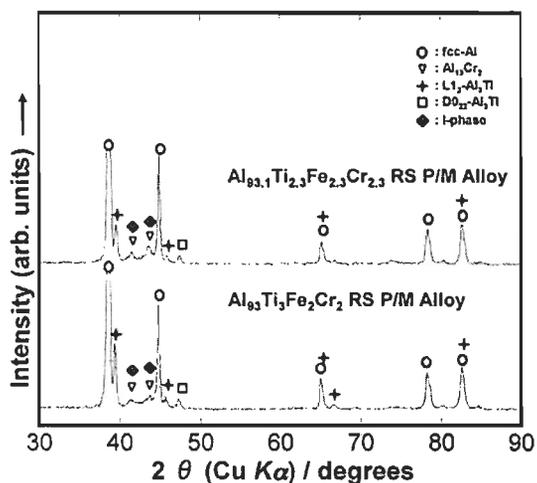


図2 RS P/M  $Al_{93}Ti_3Fe_2Cr_2$ 合金とRS P/M  $Al_{93.1}Ti_{2.3}Fe_{2.3}Cr_{2.3}$ 合金のX線回折図形

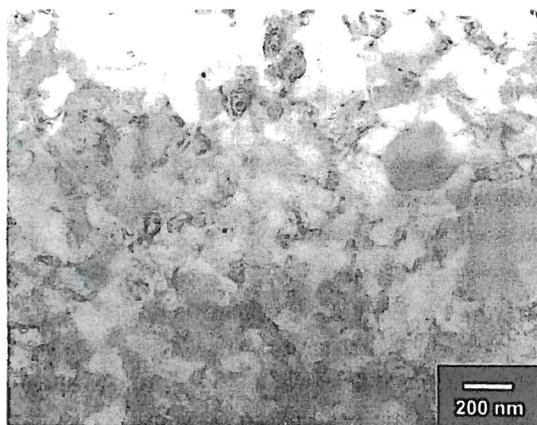


図3 RS P/M  $Al_{93}Ti_3Fe_2Cr_2$ 合金のTEM像

以上の結果から、Al-Ti-Fe-Cr RS P/M 合金における Ti 添加量の増加は  $L1_2-Al_3Ti$  相形成を促進し、合金の高強度化が達成されたと考えられる。

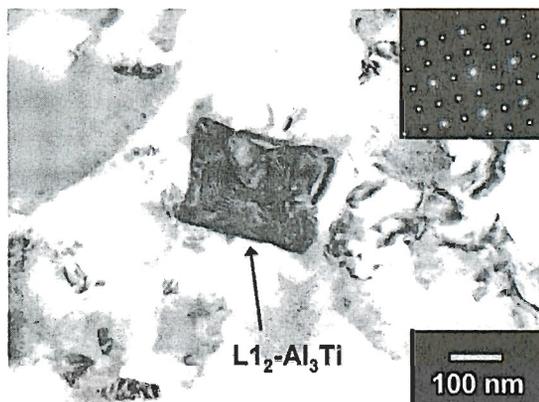


図4  $L1_2-Al_3Ti$ 化合物の明視野像及び電子回折図形

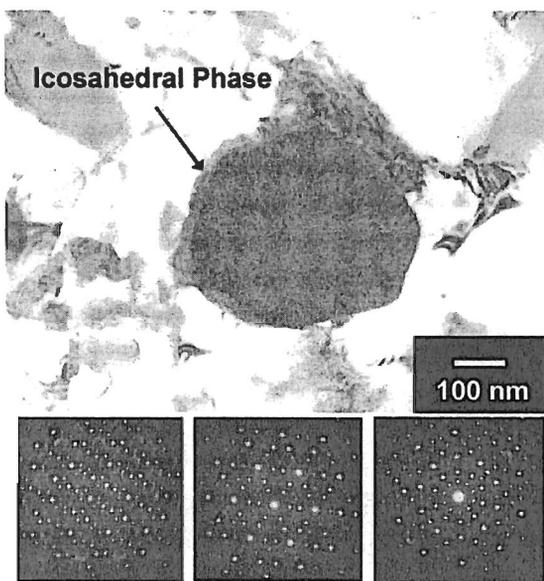


図5 Al-Cr系準結晶化合物の明視野像及び電子回折図形

#### 4. 結果：耐熱性発現のメカニズム

本研究において、室温強度に対する Icosahedral 相の寄与は小さいものの、耐熱性向上への寄与は極めて大きいことがわかったため、透過型電子顕微鏡観察により合金組織中の Icosahedral 相の分布形態について詳細に検討した。結果、図 6 に示す通り、母相 fcc-Al と Icosahedral 相には結晶方位関係があり、その方位

関係は 573 K という高温に 1000 時間以上曝しても保持されることがわかった。

fcc-Al と Icosahedral 相の結晶方位関係は、三つの主要な関係が良く知られている。第一の結晶方位関係は、Icosahedral 相の 2 回対称軸 (以下  $i2$  と表記) と

すなわち、 $i2//[111]_{fcc}$ 、 $i2//[1\bar{1}0]_{fcc}$ 、そして  $i2//[11\bar{2}]_{fcc}$  と記述される。第二の結晶方位関係は、 $i2//[001]_{fcc}$ 、 $i2//[110]_{fc}$  そして  $i2//[1\bar{1}0]_{fcc}$  と記述される。第三の結晶方位関係は、 $i5//[110]_{fcc}$ 、 $i2//[1\bar{1}0]_{fc}$ 、そして  $i2//[1\bar{1}1]_{fcc}$  と記述される。こ

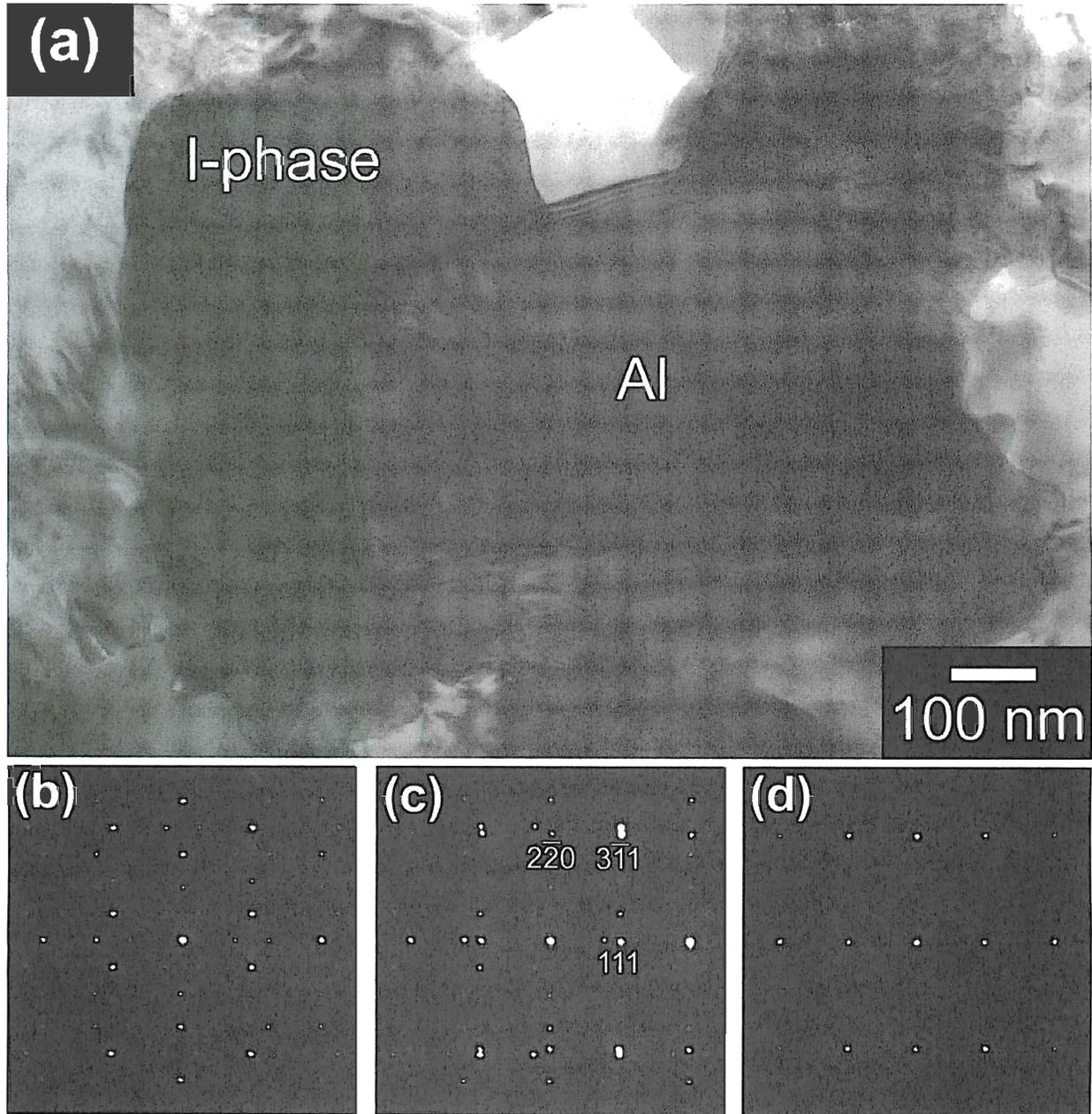


図 6 (a)  $Al_{92.5}Ti_{2.5}Fe_{2.5}Cr_{2.5}$  RS P/M 合金を 573 K で 1000 時間熱処理を施した試料の TEM 写真。制限視野電子線回折図形は、(b) Icosahedral 相、(c) Icosahedral 相と  $\alpha$ -Al 相、そして (d)  $\alpha$ -Al 相の各領域から得た。図形中の指数は fcc-Al 結晶に対応している。

fcc-Al の  $[111]$ 、 $[1\bar{1}0]$ 、 $[11\bar{2}]$  が平行となる関係、ここで  $i5$  は Icosahedral 相の 5 回対称軸を意味する。

今回の実験で観察された結晶方位関係は、 $i2//[11\bar{2}]_{fcc}$ であった。

本合金の優れた耐熱性は、この強固な結晶方位関係により急速凝固プロセスで実現したナノメートルスケールの微細 $\alpha$ -Al母相結晶の結晶粒粗大化が抑制されているためと考えられる。

## 5. 参考文献

- [1] Y. Kawamura, A. Inoue, M. Takagi and T. Imura: Mater. Trans., JIM, 40 (1999) 392.
- [2] 永石裕介、山崎倫昭、河村能人：軽金属学会第108回春期大会講演概要 (2005) p.261
- [3] Y. Kawamura, A. Inoue, T. Masumoto: Scr. Metall. 29 (1993) 25.

## 6. まとめに代えて：成果の公表

本助成に関連した研究成果は、積極的に国内外へ公表し、学術雑誌への論文投稿・掲載は2007年3月1日時点で、4報であった。また国際会議での発表は、本学大学院生（博士前期課程1年生）による発表を含め2件、国内学会発表2件、受賞1件であった。特に、韓国釜山で行なわれた「Powder Metallurgy World Congress and Exhibition 2006」での大学院生による国際会議での発表（学会発表リスト[4]）は、研究教育の国際化を推進する本学の方針と一致し、学生の成長および成果発表に対する反響を含め、本研究助成（学専攻公募創造融合研究プロジェクト）が有効に活用されたと考える。

### 学術論文発表

- [1] Inhibition of Al grain coarsening by quasicrystalline icosahedral phase in the rapidly solidified powder metallurgy Al-Fe-Ti-Cr alloy: M. Yamasaki, Y. Nagaishi, Y. Kawamura: Scripta Materialia 56 (2007) 785-788.
- [2] (大学院生が第一著者として発表した学術論文) Effect of process atmosphere on the mechanical properties of rapidly solidified powder metallurgy Al-Ti-Fe-Cr alloys: Y. Nagaishi, M. Yamasaki, Y. Kawamura: Materials Science & Engineering A, 449-451 (2007) 794-798.
- [3] Changes in the Surface Characteristics of Gas-Atomized Pure Aluminum Powder during

Vacuum Degassing: M. Yamasaki, Y. Kawamura: Materials Transactions, Vol.47, No.8 (2006) 1902-1905.

- [4] Oxidation and vacuum degassing behavior of rapidly solidified Al alloy powders: M. Yamasaki, K. Iwamoto, Y. Kawamura: ECS Transactions Vol.1, No.4 (2006) 43-48.

### 学会発表

- [1] 軽金属学会第110回春期大会：等軸晶組織を有する耐熱急速凝固Al-Ti-Fe-Cr合金の組織と機械的性質：山崎倫昭、永石裕介、河村能人
- [2] 日本金属学会 2006年度秋期大会：等軸晶組織を有する耐熱急速凝固粉末冶金Al-Ti-Fe-Cr合金の組織と機械的性質：山崎倫昭、永石裕介、河村能人
- [3] Powder Metallurgy World Congress and Exhibition 2006 (PM2006): Changes in the surface characteristics of gas-atomized pure aluminum powder during vacuum degassing: M. Yamasaki, Y. Kawamura
- [4] (大学院生による国際会議発表) Powder Metallurgy World Congress and Exhibition 2006 (PM2006): Microstructure and Mechanical Properties of Rapidly Solidified Powder Metallurgy Al-Fe-V-Si-X Alloys: T. Genkawa, M. Yamasaki Y. Kawamura

### 国際会議プロシーディングス

- [1] M. Yamasaki, Y. Kawamura: Extended Abstracts of 2006 Powder Metallurgy World Congress, Part 2, Eds. by K. Y. Eun, Y. S. Kim, Korean Powder Metallurgy Institute, 2006, pp. 1039-1040.
- [2] (大学院生による国際会議プロシーディングス発表) T. Genkawa, M. Yamasaki Y. Kawamura: Extended Abstracts of 2006 Powder Metallurgy World Congress, Part 2, Eds. by K. Y. Eun, Y. S. Kim, Korean Powder Metallurgy Institute, 2006, pp. 1041-1042.

### 受賞

- [1] 日本金属学会論文賞、第6回「若手講演論文」(受賞論文: Materials Transactions, Vol.47, No.8 (2006) 1902-1905.): 山崎倫昭、河村能人、2007年3月27日(内定)、(社)日本金属学会