

高分解能観察を利用した Al-Fe 系金属間化合物の晶出挙動の解明 Clarification of Precipitation Behavior of Al-Fe Intermetallic Compounds with Use of Direct Observation Technique

中塚 憲章^a, 山口 勝弘^a, 堀口 元宏^a, 稲葉 雅之^b, 福田 一徳^b, 森 拓弥^b, 安田 秀幸^c
Noriaki Nakatsuka^a, Katsuhiko Yamaguchi^a, Motohiro Horiguchi^a, Masayuki Inaba^b, Kazunori Fukuda^b,
Takuya Mori^b, Hideyuki Yasuda^c

^a(株)神戸製鋼所, ^b(株)コベルコ科研, ^c京都大学

^aKobe Steel. Ltd, ^bKobelco Research Institute. Inc., ^cKyoto University

自動車材、キャン材等に広く用いられる 5000 系 (Al-Mg 系) アルミニウム合金の強度と延性に影響する Al-Fe 系化合物の形態制御技術を確認するため、生成過程のその場観察を行った。高真空下で溶解した試料を等降温速度で冷却し、等時間間隔で凝固挙動を撮影する方法で、Al-Fe 系化合物の成長速度に及ぼす Mg 濃度、冷却速度の影響を調べた。結果、Mg 濃度が Al-Fe 系化合物の成長速度に大きく影響し、凝固時における Mg の偏析低減が Al-Fe 系化合物の粗大化抑制につながることを明らかにした。

キーワード： Al-Mg 系合金、X 線イメージング、Al-Fe 系化合物、晶出

背景と研究目的：

近年、炭酸ガス排出抑制に対する産業界への要求が高まる中、輸送機の軽量化を目的としたアルミニウムの積極活用が推進されており、アルミニウム板の需要増加が見込まれている。一方、異種金属と組み合わせられたアルミニウム製品のスクラップには品質に悪影響を及ぼす元素が混入しており分離が困難であることから、これらのスクラップは不純物濃度の基準が緩い製品にカスケードリサイクルされることが一般的である。アルミニウム業界の将来的なマテリアルフロー適正化のために、スクラップ利用技術の高度化は不可欠である。本課題では、自動車材、キャン材等に広く用いられる 5000 系合金、および容易に混入し、品質に悪影響を及ぼす Fe に着目し、凝固時に生成する Al-Fe 系化合物の形態制御技術の獲得を目指している。これまでに、凝固末期に晶出する Al-Fe 系化合物の成長挙動を調査し、冷却速度に対する Al-Fe 系化合物の成長速度の変化を掴むことができたが、凝固末期では母相 Al の凝固に伴う溶質の排出や凝固収縮流の影響など、複数の因子の影響を分離することができなかった。今回の課題では、Al-Fe 系化合物の成長に及ぼす各因子の影響を明確にすることを目的に、初晶として生成・成長する Al-Fe 系化合物を対象として、実際の合金系においては最終凝固部に濃化する Mg が成長速度に及ぼす影響を調べた。

実験：

実験は、BL20XU で実施した。X 線の上流側から、光源、モノクロメーター、X 線シャッター・スリット、溶解炉・試料、検出器 (可視光変換型 C-MOS カメラ、空間分解能：0.5 μm/pixel、時間分解能：1-10 fps) を配置した。溶解炉および試料はチャンバー内に配置されており、雰囲気制御が可能となっている。また、本実験では X 線が試料を通過する際の元素や密度に依存する吸収量の差をコントラストして利用したイメージングを行っており、チャンバーおよび溶解炉には X 線の光路上に窓 (穴) を設け、入射した X 線は主に試料ならびにそれを保持するセルで吸収された後、検出器に到達するよう設計されている [1]。なお、X 線エネルギーは 15-30 keV 程度の範囲で Al 合金の固相と液相のコントラストが明瞭に見られる値を選択した。

試料は Al-0, 4, 20 %Mg-5 %Fe (mass%, 以下同様) 組成の合金を用いた。試料サイズは 7 mm 角 × 厚さ 0.1 mm とし、BN および Al₂O₃ から成る観察用セル内に装入し、厚さ方向が入射 X 線と平行になるように設置した。ターボ分子ポンプを利用し 0.1 Pa 程度まで減圧した後、昇温を開始した。試料溶解後は冷却速度 10 ~ 60°C/min の範囲で降温し、凝固過程を観察した。なお、温度測定は R 熱電対を用い、観察セルに極力近づけた状態で測定した。

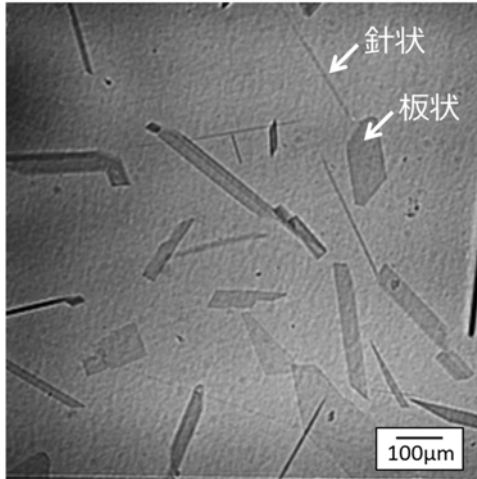


図 1. Al-5%Fe 系における液相中 Al-Fe 系化合物の生成

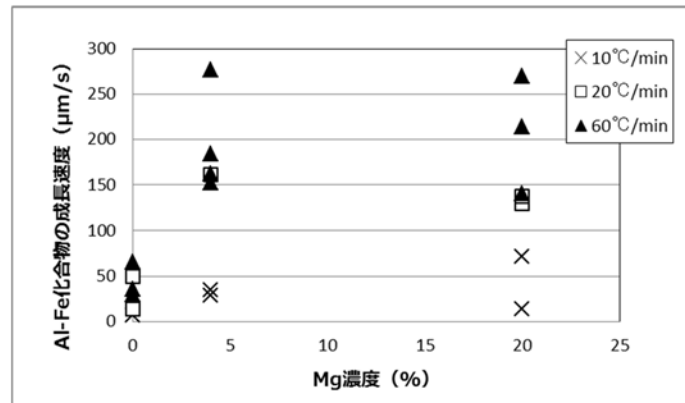


図 2. Mg 濃度と Al-Fe 系化合物の成長速度の関係

結果および考察：

観察された Al-Fe 系化合物の晶出過程の例を図 1 に示す (Al-5%Fe、冷却速度：60°C/min)。今回の観察では、針状または板状に成長する 2 種類の Al-Fe 系化合物が存在し、針状の Al-Fe 系化合物の方が成長速度が大きい傾向にあった。そこで、成長速度の測定では、粗大な化合物になり易いと考えられる針状の化合物を対象とし、晶出後の数秒～十数秒間における成長速度を求めた。

Mg 濃度に対する Al-Fe 系化合物の成長速度の関係を、冷却速度毎に整理し図 2 に示す。ある Mg 濃度における冷却速度の影響に着目すると、Mg 濃度が 4、20% の場合、冷却速度の増加に伴い Al-Fe 系化合物の成長速度が増加し、Mg 濃度が 0% では他の組成と比較して冷却速度の増加に対する晶出物の成長速度の増加量が、冷却速度 20°C/min と 60°C/min で明確な差は見られなかった。次に、ある冷却速度における Mg 濃度の影響に着目すると、いずれの冷却速度においても Mg 添加により、成長速度が増加する傾向にあったが、今回の結果からは Mg 濃度 4% と 20% との比較においては明確な差は見られなかった。

Mg 濃度 0% 合金では、冷却速度 20°C/min 以上で Al-Fe 系化合物の成長速度に差が見られなかったことから、この組成における Al-Fe 系化合物の成長は溶湯中の Fe の拡散が律速していると考えられる。また、Mg 添加合金にて化合物の成長速度が著しく増加したのは、Mg が Fe の活量係数を増加させ、晶出物近傍の Fe の化学ポテンシャル勾配が大きくなった結果、Fe の拡散が促進したと考えられる。同様の考えに基づけば、Mg 濃度を増加すると、その分拡散速度が大きくなると予想されるが、今回の測定では、Mg 濃度 4% 以上における Al-Fe 系化合物の成長挙動に大きな差は無かった。この理由については今後追検証を行う予定である。

以上のように、Mg は Al-Fe 系化合物の成長速度に大きく影響するため、5000 系アルミニウムにおいては凝固過程の Mg の偏析抑制が粗大化を防止するポイントであることが分かった。

今後の課題：

本課題実験を通して、Al-Mg 系合金の Al-Fe 系化合物の生成・成長過程の影響因子として Mg 濃度が大きく影響することを掴んだ。今後は、Fe 濃度を変更した観察を行い律速段階の違いを調査することで、成長の支配因子の特定を目指す。

参考文献：

[1] 安田秀幸ら, SPring-8/SACLA 利用者情報, 16-1(2011).10-16.