

2019B1715

BL20XU

時間分解 X 線イメージングを利用した Al-Fe-Si 系金属間化合物の
晶出挙動の解明
Clarification of Crystallization Behavior of Al-Fe-Si System Intermetallic
Compounds with Use of Time-resolved X-ray Imaging

北村 智之^a, 堀口 元宏^a, 西村 友宏^a, 桂 翔生^a,福田 一徳^b, 森 拓弥^b, 安田 秀幸^cTomoyuki Kitamura^a, Motohiro Horiguchi^a, Tomohiro Nishimura^a,Sho Katsura^a, 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

展伸用 Al-Mg-Si 系合金における AlFeSi 系晶出相の成長形態を実証的に理解するため、時間分解透過 X 線イメージングを用いて組織形成過程をその場観察した。測定には、観察試料を高真空中で溶解後に 6 °C/min で冷却、その間の組織変化を時間分解能 5 fps で撮影した。結果、観察対象である AlFeSi 系化合物は、凝固末期に発生・成長しており、大半が棒状に成長した後に板状へ変化している様子を本合金系において初めてその場観察することができた。

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

背景と研究目的：

6000 系アルミニウム合金は、リサイクルの過程で金属粉や異材混入によって Fe 含有量が増加する。展伸用 Al-Mg-Si 系合金における過度な Fe 含有は、鑄造時に粗大で板状な β -AlFeSi 相を発生させてプレス成形性を劣化させる。対策として、Mn、Cr、Co などの遷移元素を添加して β -AlFeSi 相から α -AlFeSi 相化する方法が有名であり、板状の化合物を抑制できる[1]。しかしながら、これら化合物の形態改質がどのタイミングで生じ、どのように変化していくか十分に解明されていない。要因として、凝固過程が不可視な鑄型内で進行すること、また熔融した金属自体も不可視なため、従来通りの組織観察手法のみでは動的な凝固現象の解明は困難だったことが挙げられる。

本実験では、Al-Mg-Si 系合金における AlFeSi 系晶出相の成長形態を実証的に理解するため、透過 X 線による時間分解イメージングを用いて組織形成過程をその場観察した。

実験：

試料の目標組成は、Al-0.6 %Mg-1.0 %Si-0.5 %Fe (mass%) であり、大気溶製した鑄塊を本実験で用いた。その場観察は、イメージングビームライン BL20XU にて行い、以下で述べる機器類は京都大学の安田研究室が保有[2]するものを使用した。観察に使用した機器は、光源側からモノクロメーター、X 線シャッター・スリット、溶解炉を有する真空チャンバー（観察時は 10^{-1} Pa 程度）、検出器（可視光変換型 CMOS イメージセンサ、ピクセルサイズ 0.5 μm 角、フレームレート 5 fps）である。鑄型となる観察用セルは、約 100 μm 厚の試料を囲うように Al_2O_3 プレートで挟み込んだ状態で真空チャンバー内の溶解炉に設置した。観察用セルの加熱保持と冷却は、いずれも PID (Proportional-Integral-Differential) 制御による昇温速度 20 °C/min、保持 680 °C、冷却速度 6 °C/min で行い、凝固過程をその場観察した。なお、観察時の X 線には 16 keV の単色光を用いている。

上記の昇温・冷却方法では試料の温度を直接測定していないため、観察領域内の温度と測定値で数～十数°Cのズレが生じる可能性がある。このズレを補正して化合物の正確な晶出温度を割り出すため、同一組成試料で別途示差走査熱量 (DSC) 分析を行い、凝固開始ポイント (648 °C) を基準点として温度の絶対値を補正した。

結果および考察：

Fig. 1 に凝固過程の一例を示す。左上の見出し表記は冷却開始からの経過時間と DSC からの推定温度を示す。試料の完全溶解後のスナップショットを Fig. 1 (a) に示す。冷却開始温度は、DSC での合わせ込みから 683 °C であり、設定 680 °C に対して概ね狙い通りの温度に制御できていることを確認した。Fig. 1 (b) は α -Al 相の晶出直後のスナップショットであり、観察面に対してデンドライトの 1 次、2 次アームが放射状に成長する様子が得られた。Fig. 1 (c), (d) で示す 624 °C 前後で発生した黒色のコントラストは、Fig. 1 (b) の中央右寄りにみられたデンドライトやスナップショットの枠外で核生成、成長したデンドライトを避けるように凝固末期の残存液相から発生していた。これら黒色のコントラストは、発生温度域や色調から母相の Al に比べて密度の高い Fe を構成元素として含む AlFe 系もしくは AlFeSi 系の金属間化合物相と推定した。また、これら Fe 系化合物相の発生から成長までを動的観察した結果、大半の化合物が Fig. 1 (c) でみられるような一旦棒状に成長した後に Fig. 1 (d) の矢印で示す化合物のようにデンドライト間隙を縫いつつ裾野を広げるように板状へと変化していく様子が確認できた。

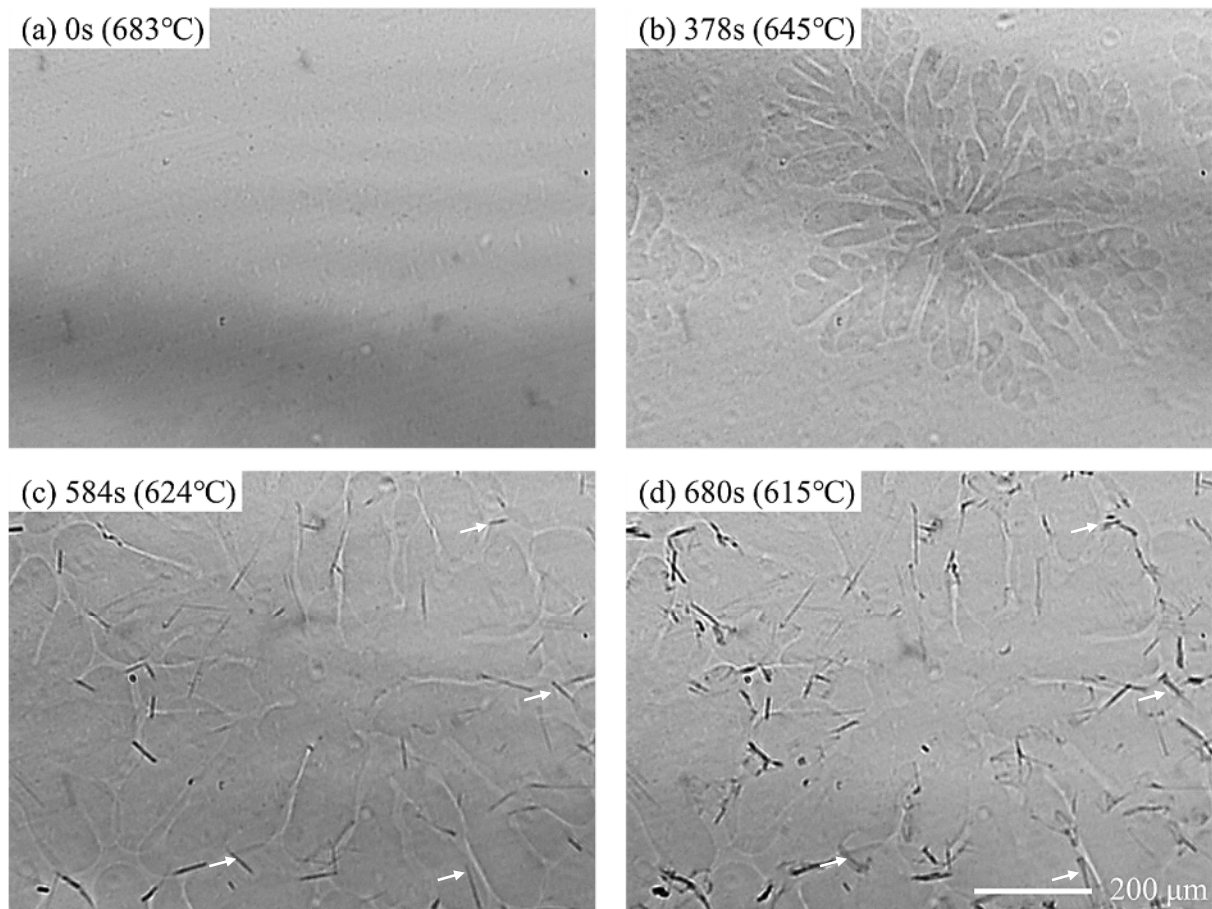


Fig 1. Al-Mg-Si 系合金における凝固過程のスナップショット

今後の課題：

Al-Mg-Si 系合金における凝固その場観察は今回が初の試みであり、観察対象であった AlFeSi 系化合物相の成長過程を動的に視認できることが判った。今後は、これら板状化合物の形態変化を促す元素を添加させた合金でその場観察を行い、化合物の発生温度、発生個所そして成長形態の観点で比較して改質メカニズムの糸口をつかむ。

参考文献：

- [1] 齊藤学, 高木航, 吉田誠：*鑄造工学*, **83**, 47 (2011).
- [2] 柳楽知也, 安田秀幸, 吉矢真人：*まてりあ*, **53**, 467 (2014).