

## 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<sup>a</sup>, 山口 勝弘<sup>a</sup>, 堀口 元宏<sup>a</sup>, 稲葉 雅之<sup>b</sup>, 福田 一徳<sup>b</sup>, 安田 秀幸<sup>c</sup>  
Noriaki Nakatsuka<sup>a</sup>, Katsuhiko Yamaguchi<sup>a</sup>, Motohiro Horiguchi<sup>a</sup>, Masayuki Inaba<sup>b</sup>, Kazunori Fukuda<sup>b</sup>,  
Hideyuki Yasuda<sup>c</sup>

<sup>a</sup>(株)神戸製鋼所, <sup>b</sup>(株)コベルコ科研, <sup>c</sup>京都大学

<sup>a</sup>Kobe Steel. Ltd, <sup>b</sup>Kobelco Research Institute. Inc., <sup>c</sup>Kyoto 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した. その結果, Al-Fe 系化合物の形状の時間変化を捉えることができ, 微量添加元素の B の有無によらず冷却速度が大きいかほど Al-Fe 系化合物の晶出開始温度が低下し, 成長速度が大きくな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 に着目した. 2016A 期にて凝固時に生成する Al-Fe 系化合物の生成を観察できることを明らかにしており [1], 2017A 期では Al-Fe 系化合物の成長挙動, 及び微量元素 (B) の影響を定量的に評価した.

### 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  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ , 時間分解能: 1-15 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に設計されている [2]. 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-4%Mg-0.1%Fe (mass%, 以下同様), Al-4%Mg-0.1%Fe-0.01%B 組成の合金を用いた. なお, 工業用純 Al, Al-20%Mg 合金, Al-4%B 合金を組み合わせ溶製した. 試料サイズは 7 mm 角×厚さ 0.1 mm とし, BN および Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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 6 ~ 80 °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.

### 結果および考察:

晶出物の生成挙動を明らかにするためには, 生成温度を正確に把握する必要があるが, 本実験においては, 熱電対を出来るだけ試料に近づけているものの, チャンバー内を 0.1 Pa 程度まで減

圧しているため、熱電対の温度と試料内部温度には差があると考えられる。そこで、観察視野内

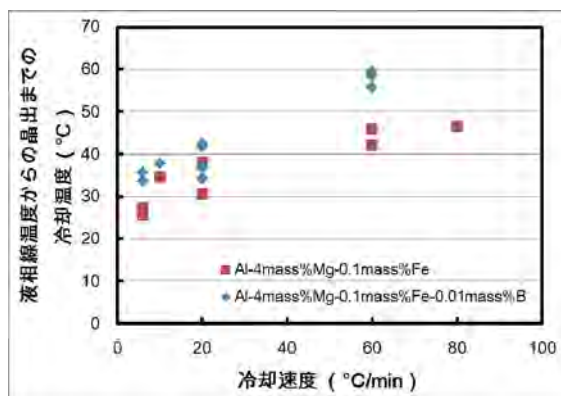


図 1. 冷却速度と Al-Fe 系化合物生成時点での液相線温度からの過冷度の関係

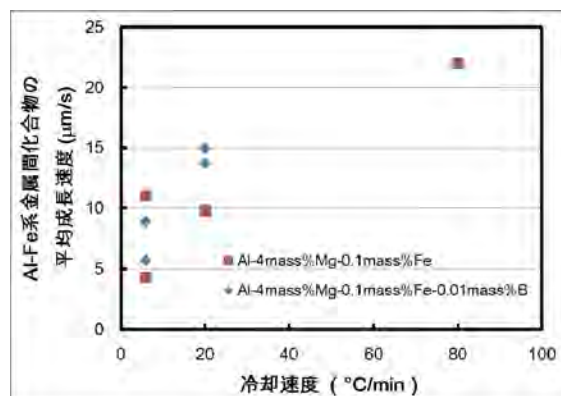


図 2. 冷却速度と Al-Fe 系化合物の成長速度の関係

に  $\alpha$ -Al デンドライトが観察された時点で試料内部温度が液相線温度に達したと仮定し、その時点での温度から Al-Fe 系化合物の生成開始温度までの冷却温度を過冷度の指標とした。

図 1 に Al-4%Mg-0.1%Fe および Al-4%Mg-0.1%Fe-0.01%B 合金を冷却速度 6 ~80 °C/min で降温した場合の各冷却速度における Al-Fe 系化合物の晶出温度を示す。図 1 より B 添加の有無によらず、冷却速度が大きくなるほど Al-Fe 系化合物生成の過冷度は大きく、すなわちより低温で Al-Fe 系化合物が晶出することが分かった。また、図 1 に示した結果のうち、いくつかの実験にて測定した Al-Fe 系化合物の成長速度を、冷却速度に対して示した結果を図 2 に示す。成長速度は Al-Fe 系化合物が生成してから数秒間における化合物の最大長の変化より求め、各実験で観察した複数の Al-Fe 系化合物の平均成長速度を示した。一つの実験での Al-Fe 系化合物の成長速度はばらつきが大きかったが(標準偏差: 4~10  $\mu\text{m/s}$ )、各実験間の成長速度を比較すると B 添加の有無によらず冷却速度が大きいほど Al-Fe 系化合物の成長速度が大きくなる傾向が見られた。

今回の実験で添加した B は凝固過程で  $\text{AlB}_2$  として晶出し、Al-Fe 系化合物の核生成サイトとして機能するか確認するために添加した。その結果として Al-Fe 系化合物の晶出温度が高温化(過冷度の低下)すると予想していたが、今回の結果からは Al-Fe 系化合物の生成温度(過冷度)における B 添加の影響は見られなかった。冷却速度の増加に対しても同様の傾向を示していることから、Al-Fe 系化合物の核生成促進に B 添加は影響しなかったと考えられる。また、Al-Fe 系化合物の成長は液相中の Fe の拡散が律速段階となり、冷却速度に依らず成長速度は一定になると予想していた。しかし結果は Al-Fe 系化合物の成長速度が冷却速度に応じて増加しており、Fe の拡散律速のみでは本系の Al-Fe 系化合物の成長挙動を説明できないことが分かった。以上のことから、今回の実験結果からは凝固時における Al-Fe 系化合物の生成、成長挙動を明確に説明することはできなかったが、凝固時のその場観察により、凝固組織の観察のみでは推定困難な現象を明示することができた。

#### 今後の課題：

本課題実験を通して、Al-Mg 系合金の凝固過程で晶出する Al-Fe 系化合物の生成・成長過程が定量評価できることが分かった。今後は、マトリックスの凝固と Al-Fe 系化合物の晶出を切り分けた状態での観察を行い、成長を支配する因子の特定を目指す。

#### 参考文献：

- [1] 山口勝弘 他、平成 28 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2016A)、2016A1534.
- [2] 安田秀幸 他、まてりあ、53-10(2014)、467-470.