

Fe-Al 基合金の室温引張特性に及ぼす Zr 添加の影響

町田 隼一*・小林 寛^{*2}・金野 泰幸^{*3}・高杉 隆幸^{*3}

Effect of Zr Addition on Tensile Property of Fe-Al Based Alloys at Room Temperature

Jun-ichi MACHIDA, Satoru KOBAYASHI, Yasuyuki KANENO and Takayuki TAKASUGI

Synopsis : Mechanical properties of thermomechanically processed Fe-33at%Al and -38at%Al intermetallic alloys containing Zr (0.2–1.0 at%) were investigated by means of room-temperature tensile test and hardness test. The Zr-added ternary alloys showed fine-grained microstructure containing large $(\text{Fe, Al})_{12}\text{Zr}$ τ_1 phase particles, whereas the binary Fe-Al alloys showed a single phase microstructure consisted of coarse recrystallized grains. Yield stress was controlled by Hall-Petch rule and increased with decreasing grain size. Tensile elongation was controlled by the second-phase particles and decreased with increasing the volume fraction of the second-phase particles. Ultimate tensile stress was affected by the second-phase particles when the alloys were composed of fine grain size while it was affected by the grain size when alloys were composed of large grain size. Vacancy hardening which was significant in the alloys with high Al contents (*i.e.*, Fe-38Al) was reduced by introducing the large τ_1 phase particles.

Key words: intermetallic compound; Fe-Al based alloys; microstructure; second phase particle.

1. 緒言

Fe-rich の Fe-Al 系金属間化合物 (Fe_3Al , FeAl) は耐酸化性、耐硫化性に優れており、素材が安価であることからステンレス鋼に代わる高温構造材料として期待されている。しかしながら、Fe-Al 系金属間化合物の高温強度は必ずしも十分でなく、また、室温域で低延靱性であるという問題がある^{1,2)}。一般に、Fe-Al 系金属間化合物の室温引張特性に影響を及ぼす因子として、結晶粒径や結晶粒形状といった材料組織学的な基本因子に加えて、熱空孔や環境脆化が重要な因子であることが知られている³⁻⁸⁾。このうち、熱空孔の影響は B2 型 FeAl 基合金に特徴的に現れ、高温熱処理時に導入された多量の熱空孔が冷却中にそのまま材料中に留まり、空孔硬化 (Vacancy Hardening) を引き起こすと同時に延性の低下をもたらす。

合金元素添加による Fe-Al 系金属間化合物の機械的性質改善に関する研究はこれまでも数多くなされてきたが、第 2 相粒子が晶出あるいは析出する場合、上記の結晶粒径等の因子と第 2 相粒子との影響が重畳するために、現象が複雑となり、未だ十分な理解が得られていない。

以前、著者らは D_{03} 結晶構造の Fe-28at%Al に対し少量の Zr および Nb を添加し、Laves 第 2 相粒子を導入することで、室温引張強度が向上すると共に、Zr 添加材では高い室温引張伸びを示すことを報告したが⁹⁾、機械的性質に及ぼす第 2 相粒子の効果に関するメカニズムの詳細は明らかにさ

れていない。一方、Stein らは Zr を主要構成元素とする Laves 相および $(\text{Fe, Al})_{12}\text{Zr}$ の τ_1 相を第 2 相粒子として多量に含む Fe-(1~42.5at%)Al casting 材について、圧縮強度、組織、空孔との相関ならびに酸化挙動を調査した¹⁰⁾。しかし、加工・熱処理による粒径の制御が施されておらず、再結晶粒径と機械的性質との相関は明らかにされなかった。

そこで、本研究では Fe-28at%Al に比べて耐酸化性および軽量性で有利になると考えられる Fe-33at%Al と Fe-38at%Al について加工・熱処理を施した試料について、室温引張特性に及ぼす第 2 相粒子、結晶粒径さらには熱空孔の影響を詳細に調査した。また、本合金系で問題となってきた環境脆性に及ぼす空孔や組織 (結晶粒界、マトリックス/第 2 相界面) の影響についても調査した。

2. 実験方法

Fe-33at%Al および Fe-38at%Al を基本組成として、0.2~1.0 at% Zr を添加した 3 元系合金を準備した (Table 1 参照)。全ての合金はアルゴン雰囲気中アーク溶解により 50 mm × 25 mm × 13 mm のサイズの角型に熔製した。得られた鋳塊に対し、1373K-24h の均質化熱処理を施した後、板厚が 10 mm になるように切断し、熱間圧延を施した。熱間圧延は試料の温度低下を防ぐ目的でステンレスシーすを用いて、1273K で総圧下率 60%、その後 973K で総圧下率 60% の圧延を行った。いずれの圧延も 1 パスごとに試料を所定

平成 19 年 10 月 24 日受付 平成 19 年 12 月 13 日受理 (Received on Oct. 24, 2007; Accepted on Dec. 13, 2007)

* 大阪府立大学大学院生 (Graduate Student, Osaka Prefecture University, 1-1 Gakuen-cho Naka-ku Sakai 599-8531)

* 2 東北大学金属材料研究所附属研究施設大阪センター (Osaka Center for Industrial Materials Research, Institute for Materials Research, Tohoku University)

* 3 大阪府立大学大学院工学研究科マテリアル工学分野 (Department of Materials Science, Graduate School of Engineering, Osaka Prefecture University)

の温度まで過熱した。両圧延を通しての総圧延率はおよそ 90% であった。

上記で得られた圧延材に対して 1073~1373K の焼鈍を真空雰囲気下にて行い、炉冷した。また空孔除去熱処理として、石英管に真空封入した試料を 673K-120h の熱処理を施し、その後、冷却速度 50K/h で室温まで炉冷した。

組織観察は光学顕微鏡 (OM) および走査型電子顕微鏡 (SEM) にて行い、組成分析は Electron Probe Micro Analyzer (EPMA) を用いた。組織観察の際の試料には、エタノール 95%、過塩素酸 5% の混合溶液を用いて電解研磨した後、純水 80%、フッ化水素 15%、硝酸 5% の混合溶液を用いてエッチングを施した。粒径は切片法で、また第二相体積率は点算法にて算出した。

種々の温度で焼鈍を施した試料を用いて、引張試験を室温で真空中ならびに大気中にてひずみ速度約 $1.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ にて行った。引張試験片は圧延に直角な (板幅) 方向が引張方向となるように、ゲージ部長さ 10 mm、幅 2 mm、厚さ 1 mm のサイズに放電加工機で切り出した。また破断後の試料破面を SEM にて観察した。

3. 結果と考察

3.1 微細組織

アーク溶解により作製したボタンは、いずれの合金組成でも数百 μ から数 mm の結晶粒径を持つ粗大な柱状晶組織を呈していた。Fe-Al 系金属間化合物は難塑性加工材料であるが、以前の研究で、B2 型 2 元系 Fe-48Al 合金を 1273K で圧延後、973K で圧延すると良好な圧延板が得られるとの知見を得ている¹¹⁾。本実験では、Zr 添加試料で圧延加工性の低下が懸念されたが、微小なエッジ割れが生じたものの、全ての試料で健全な圧延板の作製が可能であった。また、組織観察の結果、973K 熱間圧延後はいずれの試料も圧延方向に伸張した粒からなる変形 (回復) 組織を呈していた。

Fig. 1 に熱間圧延材を 1073K で 1h 焼鈍後、673K-120h の空孔除去熱処理を施した試料の組織の一例を示す。その他の組成からなる試料の結果もあわせて、完全再結晶組織を示した焼鈍材における第 2 相粒子体積率と再結晶粒径を Table 1 にまとめた。なお、1373K 焼鈍については熱処理時間を 2h とし、Fe-33Al, Fe-33Al-0.2Zr, Fe-33Al-0.5Zr の 3 合金にのみ行った。

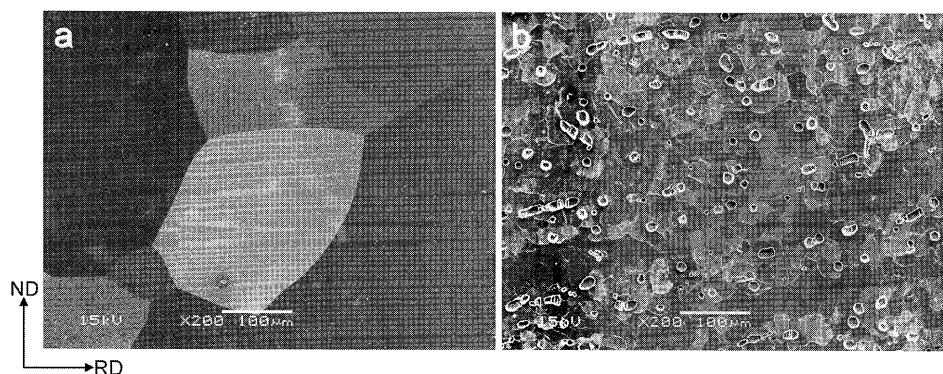


Fig. 1. SEM images of (a) Fe-33Al and (b) Fe-33Al-0.5Zr alloys recrystallized at 1273K for 1h and then vacancy-eliminated at 673K for 120h after hot rolling at 973K.

Table 1. Volume fraction of the second phase particles (%) and the average grain sizes (μm) of the Fe-Al intermetallic alloys used in this study.

Alloys	Volume fraction of second phase particles (%)	Grain size (μm)		
		1073K-1h	1273K-1h	1373K-2h
Fe-33Al	0	— ^(*)	718	850
Fe-33Al-0.2Zr	2.1	— ^(*)	73	91
Fe-33Al-0.5Zr	6.5	30	47	88
Fe-33Al-1.0Zr	12.0	18	35	— ^(**)
Fe-38Al	0	— ^(*)	536	— ^(**)
Fe-38Al-0.5Zr	6.8	18	37	— ^(**)
Fe-38Al-1.0Zr	12.3	19	26	— ^(**)

—^(*): Not determined due to partially-recrystallized microstructure.

—^(**): No data.

Fe-Al合金に対するZrの固溶限は小さく、0.2at% Zrの添加でも約2%の体積率の第2相粒子が確認された。近年構築されたFe-Al-Zr状態図¹²⁾およびEPMAの結果から、この第2相粒子は $(\text{Fe, Al})_{12}\text{Zr}$ 組成をもつ τ_1 相であると同定された。 τ_1 相粒子サイズは10~30 μm で、その形状は概ね球状であるが、圧延方向に伸長したものと観察された。したがって、圧延時にはマトリックスだけでなく τ_1 相粒子も変形しているものと考えられるが、その変形能はマトリックスに比べて低いため所々分断されていた。なお、空孔除去熱処理によって、 τ_1 相粒子の体積率および粒径には変化がなく、また、新たな第2相粒子の析出も確認されなかった。

全ての合金において、圧延後の1273K-1hの焼鈍により等軸再結晶組織の形成が観察された。2元系Fe-Al合金における再結晶粒径はおおよそ数百マイクロオーダーと粗大であるのに対し、Zr添加により第2相粒子を導入すると、粒径は数十マイクロオーダーにまで小さくなった。また、同一の焼鈍条件で比較すると、第2相粒子である τ_1 相の体積率が増加するにつれて粒径は小さくなっていった。

粗大な第2相粒子による再結晶のメカニズムとして、PSN (Particle Stimulated Nucleation) が考えられる¹³⁾。一般に、PSNはアルミニウムや銅合金などの軟質マトリックス中に

粗大で硬質な第2相粒子が存在する合金を塑性変形後、焼鈍したときに再結晶が促進され、かつ、再結晶粒径が小さくなる現象として知られている¹³⁾。Fe-Al系金属間化合物においても、TiC¹⁴⁾やFeAlC^{15,16)}等の第2相粒子の導入によってPSNが生じ、結晶粒が小さくなることが報告されている。以前、著者らがFe-28Al合金に Fe_2Zr や Fe_2Nb のLaves相分散物を導入した際にも結晶粒が小さくなっていった⁹⁾。本合金の1073K焼鈍状態では、 τ_1 相粒子を含まない2元系合金(Fe-33Al, Fe-38Al)と含んでもその体積率が低いFe-33Al-0.2Zrでは部分再結晶しか起こっていなかった(Table 1)。一方、第2相の体積率が高い合金では、完全再結晶組織となり、粒径も小さくなっている。したがって、本合金においてもPSNが生じているのは明白である。また、1273K以上の焼鈍では2元系合金ならびに0.2Zr添加合金でも完全再結晶組織となるが、この場合も第2相粒子を含む合金の粒径の方が小さい。高温焼鈍材においては、第2相粒子はPSN効果と粒成長抑制のピンニング効果の両方をもたらす、微細粒形成に作用したものと考えられる。

3・2 強度特性

Fig. 2およびFig. 3に室温・真空中引張試験により得られた降伏応力(0.2%耐力)と最大引張応力を、おのこの、粒径($d^{-1/2}$)と第2相体積率(%)でプロットした図を示す。

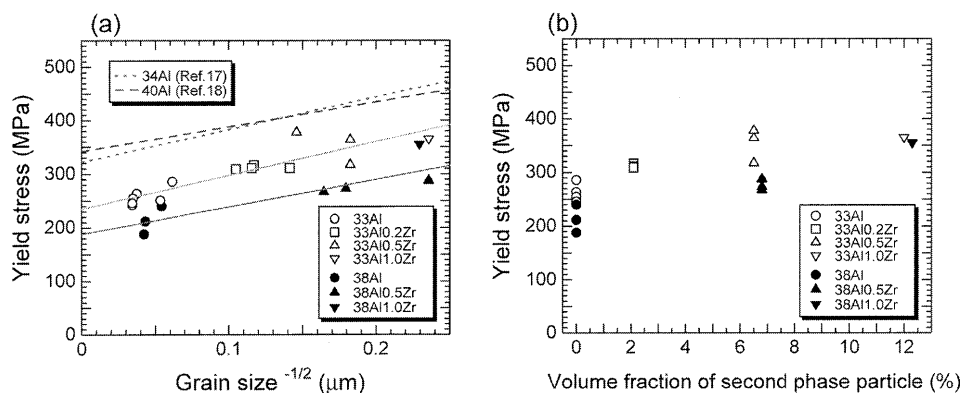


Fig. 2. Yield stress (0.2% proof stress) as functions of (a) $(\text{grain size})^{-1/2}$ and (b) volume fraction of the second phase particles for the specimens that were annealed at various temperatures and subsequently vacancy-eliminated at 673K for 120 h.

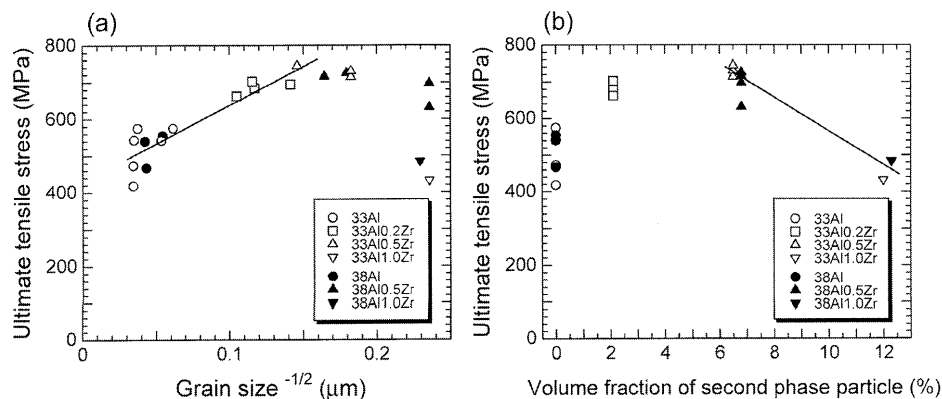


Fig. 3. Ultimate tensile stress (UTS) as functions of (a) $(\text{grain size})^{-1/2}$ and (b) volume fraction of the second phase particles for the specimens that were annealed at various temperatures and subsequently vacancy-eliminated at 673K for 120 h.

引張試験には、973K 熱延板を 1073~1373K の種々の温度で焼鈍後、673K-120h の空孔除去焼鈍した試料を用いた。また、Fig. 2 には比較のため、Fe-34Al¹⁷⁾ と Fe-40Al¹⁸⁾ のデータも掲載した。

まず、降伏応力の組成依存性についてみると、Fig. 2(a), (b) のいずれから Al 量の少ない Fe-33Al 系合金が Al 量の多い Fe-38Al 系合金よりも高い値を示していることが分かる。この降伏応力レベルの差異は、(1) マトリックスの結晶構造の相異、すなわち、Fe-33Al は室温域で D0₃ 構造であるのに対し、Fe-38Al は B2 構造であり、D0₃ 構造と B2 構造では活動転位の構造など変形の様式が異なること、さらに、(2) 両合金とも非化学量論組成であるが、D0₃ 構造と B2 構造とでは化学量論組成からのずれに伴う構造欠陥に相異がある、等の原因が考えられる。

降伏応力に対しては、結晶粒径のみならず第 2 相にも同じような依存性が認められる。しかし、詳細に見ると、Fe-33Al 系合金では、第 2 相体積率(%) とに明瞭な相関性が見い出せないことが分かる。粒径($d^{-1/2}$) 依存性では、Fe-33Al 系合金および Fe-38Al 系合金共に結晶粒微細化に伴って降伏応力の直線状の増加が明瞭に示された。既述の通り、Fe-Al 合金に対する Zr の固溶限は小さく、Zr はほとんど第 2 相粒子として存在している。そこで、Zr 添加量に関わらず Al 量が等しい合金をすべて同系列試料としてホール・ペッチプロットしてその傾き(係数)を算出すると、Fe-33Al 系合金が 626 (MPa $\mu\text{m}^{-1/2}$)、また Fe-38Al 系合金が 509 (MPa $\mu\text{m}^{-1/2}$) の値が得られた。Baker らは単相組織の 2 元系 Fe-34Al におけるホール・ペッチ係数を 609 (MPa $\mu\text{m}^{-1/2}$)¹⁷⁾、また、Gaydos らは同じく単相組織の 2 元系 Fe-40Al について 462 (MPa $\mu\text{m}^{-1/2}$)¹⁸⁾ と報告している。本実験で得られたホール・ペッチ係数が τ_1 相粒子が分散した組織の試料も含んだものであるにも関わらず、単相組織の 2 元系 Fe-Al 合金の値に近い値を示した。したがって、本実験で用いた合金のホール・ペッチ係数に対して τ_1 相粒子はほとんど影響を及ぼしていないものと解され、Zr 添加合金での降伏応力の増加は第 2 相粒子による分散強化よりも、第 2 相粒

子導入による細粒化効果の寄与が大きいものと考えられる。なお、比較データの Fe-34Al、Fe-40Al に比べて、本実験での Fe-33Al と Fe-38Al で降伏応力が低い理由は、空孔除去焼鈍の条件の違いに起因しているものと考えられる。すなわち、既報告の Fe-34Al と Fe-40Al では十分な空孔除去が行われなかったため、高い降伏応力を示したのと考えられる。

次に、最大引張応力に関しては (Fig. 3)、粒径($d^{-1/2}$) と第 2 相の体積率(%) の二つのパラメータについて、測定範囲で単一の相関性を見い出すことができない。しかしながら、結晶粒径の大きな(すなわち、第 2 相体積率の小さな)領域では粒径依存性(ホール・ペッチ則)が働き、結晶粒の微細化に伴い引張応力が増大しているとみることができる。一方、結晶粒径の小さな(すなわち、第 2 相体積率の大きな)領域では、第 2 相粒子が支配し、その体積率の増大と共に引張応力が減少していると捉えることができる。これらの特徴は Fe-33Al 及び Fe-38Al に共通して現れていた。また、これらの特徴は、後述する伸びや破壊とこれら二つのパラメータとの相関に関する結果とも整合している。

3.3 伸びおよび破壊特性

室温・真空中の引張試験で得られた引張伸びの粒径依存性と第 2 相粒子の体積率依存性を Fig. 4(a), (b) におのの示す。Fig. 3 の最大引張応力と同様、Fe-33Al 系合金と Fe-38Al 系合金で顕著な引張伸びの組成依存性は認められなかった。結晶粒径と第 2 相体積率との依存性については、いずれにも見かけ上負の依存性が見える。ところで、単相もしくは微小かつ少量の第 2 相粒子を含む Fe-Al 合金について、Morris^{6,19)} と Gaydos¹⁸⁾ は、他の多くの金属・合金で観察されている結果、すなわち、「細粒になるほど引張伸びが増加する」ことを報告している。Fig. 4(a) は明らかにこの報告と異なる。しかし、既報告研究^{6,18,19)} では、粉末法(Mechanical alloying)や急冷法により作製した試料、また、空孔除去熱処理を施さない試料を用いているため、加工熱処理により作製した試料を用いた本研究と異なることに留意しなければならない。

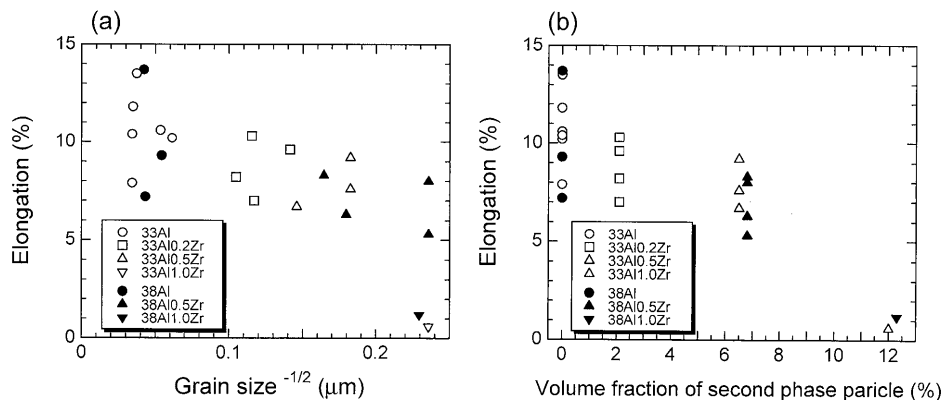


Fig. 4. Tensile elongation as functions of (a) (grain size)^{-1/2} and (b) volume fraction of the second phase particles for the specimens that were annealed at various temperatures and subsequently vacancy-eliminated at 673K for 120 h.

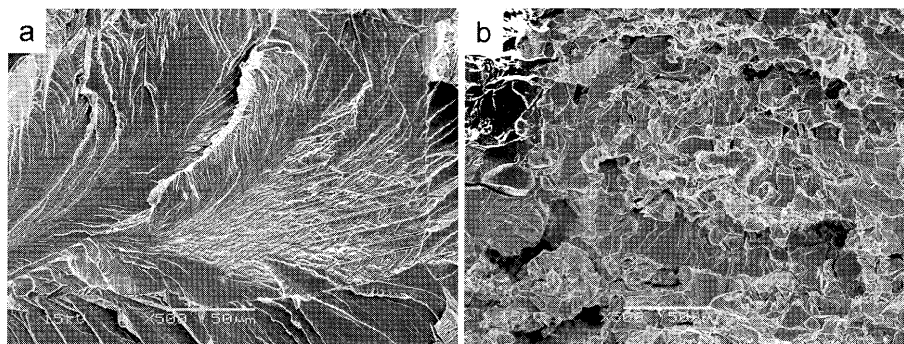


Fig. 5. SEM fractographs of the specimens that were annealed at 1073K for 1 h and subsequently vacancy-eliminated at 673K for 120 h; (a) Fe-33Al, (b) Fe-33Al-0.5Zr. Observation was carried out on the specimens that were tensile-tested at room temperature in vacuum.

本来、本合金系の常温伸びについても、結晶粒径($d^{-1/2}$)とは正の相関性が発現していると仮定するのが妥当である。Fig. 4(a)は、粒径に関する正の依存性が第2相粒子の体積率に関する圧倒的に大きな負の依存性に埋没した挙動と解釈すべきである。このように本実験では、伸びを支配している主パラメータは第2相粒子であり、その体積率が增大するにつれ伸びが低下する(すなわちFig. 4(b))、と考えるのが自然である。

Fig. 5に引張試験後の破面の一例を示す。粒径に関わらず全ての試料において、第2相粒子の有無によって破面形態に著しい違いが観察された。すなわち、単相2元系Fe-Al合金は擬へき開破面を呈するのに対し(Fig. 5a), 第2相粒子を含む試料では粒界破面の割合が増加した(Fig. 5b)。この違いの原因については、マトリックスに比べて変形能が低いと考えられる τ_1 相粒子内、もしくは、 τ_1 相粒子とマトリックスの界面で割れが発生し、その割れが(第2相粒子の導入によって増加した)粒界に沿って急速に伝播し破壊に至ったからと解釈出来る。その結果、 τ_1 相の導入によって伸び値の低下(既出)がもたらされたと考えられる。

3・4 空孔強化(Vacancy hardening)

Table 2に973K熱延板を焼鈍した試料のビッカース硬さに及ぼす673K-120hの空孔除去熱処理の効果を示す。なお、熱空孔濃度は高温からの冷却速度に依存するため²⁰⁾、高温焼鈍後の冷却速度は全ての試料で同一条件となるようにした。

空孔除去熱処理前の試料の硬さは総じて高く、Al量の違いならびにZr添加の有無にかかわらず全ての試料でVacancy Hardening(残留熱空孔による硬化)が生じていた。しかし、Vacancy Hardeningの程度はAl量の違いとZr添加の有無(すなわち、第2相粒子の有無)によって異なっている。Fe-33Al系合金では、1073Kと1273Kで焼鈍した試料の硬さはほとんど変化無いが、Fe-38Al系合金では1073K焼鈍材に比べて1273K焼鈍材の硬度が高くなっている。また、Fe-33Al系合金ではZr添加によって硬さは変化

Table 2. Micro-Vickers hardness for the specimens annealed at 1073K and 1273K, and at 1073K followed by vacancy-elimination-treatment at 673K for 120 h.

Alloy	Annealed		Vacancy eliminated
	1073K-1h	1273K-1h	1073K-1h + 673K-120h
Fe-33Al	282	281	264
Fe-33Al-0.5Zr	290	291	275
Fe-33Al-1.0Zr	292	295	288
Fe-38Al	334	375	247
Fe-38Al-0.5Zr	289	326	272
Fe-38Al-1.0Zr	296	347	284

しないが、Fe-38Al系合金ではZr添加により硬さが低下している。すなわち、Fe-33Al系合金でもVacancy Hardeningは生じるが、硬化の程度は焼鈍温度や第2相粒子の有無に対しては鈍感であるのに対して、Fe-38Al系合金では、焼鈍温度と第2相粒子の有無によって硬化の程度は敏感に変化していた。ここで、注目すべきはFe-38Al系合金では、第2相粒子の導入によって硬化が低減(抑制)されている点である。この第2相粒子によるVacancy Hardening抑制現象は後述の引張特性においても確認された。

Fig. 6に1073K-1hの焼鈍材の真空・室温引張特性に及ぼす空孔除去熱処理(+673K-120h)の効果を降伏応力と伸びについて示す。Fe-33Al系合金の場合、単相試料(Fe-33Al)に空孔除去熱処理を施すと降伏応力は減少し、逆に伸びは増加するが、第2相粒子を含む試料(Fe-33Al-0.5Zr, Fe-33Al-1.0Zr)では、空孔除去熱処理を施しても降伏応力、伸び共にほとんど変化がない。一方、Fe-38Al系合金の場合は、第2相粒子の有無に関わらず、空孔熱処理を施すことにより降伏応力の減少と伸びの増加が生じていた。この時の変化量は第2相粒子体積率の増大と共に小さくなっていた。以上より、Fe-38Al系合金では残留熱空孔の影響が強く現れていること、さらに、第2相粒子量の増加に伴い

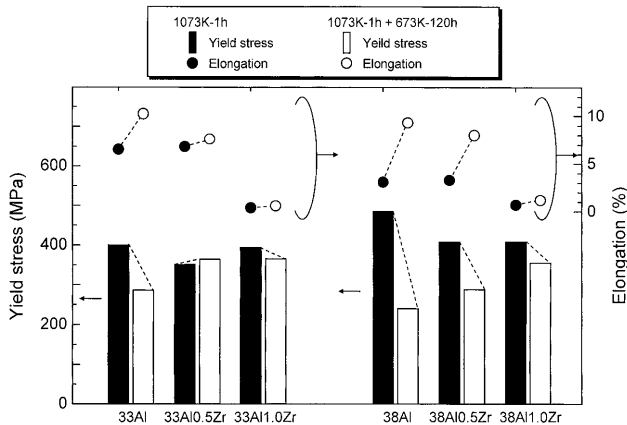


Fig. 6. Changes in yield stress and elongation of Fe-33Al and Fe-33Al-0.5Zr alloys by vacancy elimination. The specimens were annealed at 1073K for 1 h and then vacancy-eliminated at 673K for 120 h. Tensile tests were conducted at room temperature in vacuum.

Vacancy Hardening を抑制する効果が発現している事実を見て取れる。第2相粒子による Vacancy Hardening 抑制の理由としては、第2相粒子が存在する合金では、高温での焼鈍時、さらには低温での空孔除去熱処理時に熱空孔が消滅しやすいと考えられる。本合金系では PSN による粒径の微細化、すなわち、粒界面積の増加と第2相粒子導入によるマトリックス-第2相粒子界面の増加が生じ、これら界面が空孔の消滅場所を与えたと考えられる。他の可能性としては、固溶限度内にある Zr 溶質原子が Vacancy と結びつき残留空孔濃度を上昇させる^{21,22)}といったメカニズムが考えられる。

3・5 環境脆化

Fig. 7 は室温・大気中における引張伸びを第2相粒子の体積率依存性として示した図で、比較のために室温・真空中の結果も再掲してある。第2相粒子の有無（体積率）に関わらず、真空中での伸びに比べて大気中の伸びは全ての試料において大きく低下していた。大気引張試験での単相2成分系試料では擬へき開破面が、第2相粒子を含む試料では粒界割れが多い破面を示し、Fig. 5 に示された真空中での結果と同じであった。ここで、試験雰囲気により破面形態（破壊様式）は変化しないものの、伸び値は大きく異なる特徴は、TiAl 系金属間化合物や B2 型金属間化合物でも多く観察²³⁾されており大変興味ある結果である。

金属間化合物の環境脆化は、環境中に存在する水蒸気や酸素によって生じたすべり線等の活性な表面箇所において分解され、原子状水素が材料内部に侵入し、粒界等に凝集することで破壊が生じる動的な水素脆化現象である²⁴⁾。したがって、環境脆化は材料中での水素原子の拡散・凝集が起こりうる比較的変形速度が遅い（小さなひずみ速度）場合に顕著に現れる。金属間化合物の環境脆化抑止法はいくつか提案されているが、このうち元来結晶粒界が脆弱な L1₂ 型 Ni₃(Si, Ti) や Co₃Ti の場合、細粒化ならびに第2相粒

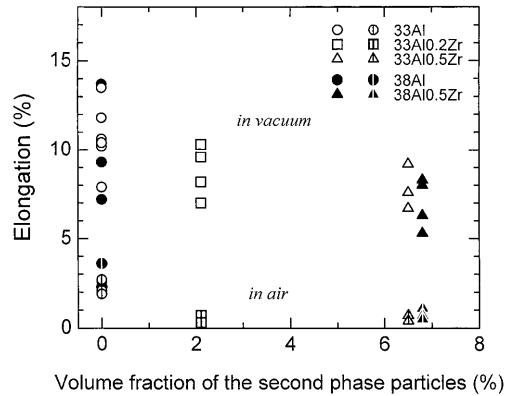


Fig. 7. Tensile elongation of the specimens that were annealed at various temperatures and then vacancy-eliminated at 673K for 120 h. Tensile tests were conducted at room temperature in air and in vacuum, respectively.

子の導入が環境脆化抑制に効果的であることが明らかにされている²⁵⁻²⁹⁾。これは細粒化による粒界面積の増加や、第2相粒子あるいはマトリックスと第2相粒子との界面に水素原子がトラップされることにより、粒界上に凝集する水素原子濃度が低下し、粒界破壊が抑制され延性的な粒内破壊に変化するためと考えられている。Fe-Al 系金属間化合物での環境脆化抑制に同じようなメカニズムが働かなかった理由は現状では不明であるが、脆性破壊が結晶粒破壊をとる L1₂ 型金属間化合物と粒内擬へき開破壊をとる B2 型あるいは D0₃ 型金属間化合物の本質的な違いに根ざしているともいえる。いずれにしても、Fe-Al 系金属間化合物の環境脆化は激烈であり (Fig. 7)、今後は環境脆化抑制を実現できる合金組成ならびに組織の探索が重要な課題となる。

4. 結言

本研究では 0.2~1.0 at% の Zr を添加した Fe-33at%Al と Fe-38at%Al 合金铸塊を 1273~973K の 2 段階で熱間圧延した後、焼鈍し、室温引張特性を評価した。本実験で得られた主たる結果を以下に示す。

(1) Zr 添加により、粒子径が 10~30 μm 程度の粗大な (Fe, Al)₁₂Zr (τ_1 相) 粒子が分散する組織を呈した。第2相粒子を導入することにより、PSN 現象により再結晶粒径が単相材に比べて小さくなった。

(2) 両合金において、降伏応力は結晶粒径、すなわち、ホールペッチ則に従い、粒径の減少に伴い増大する傾向を示した。

(3) 両合金において、引張伸びは第2相粒子の体積率に依存し、体積率の増加と共に低下する傾向を示した。それに伴い、擬へき開破壊から結晶粒界を多く含む破壊へ遷移する傾向を示した。

(4) 両合金において、最大引張応力は、結晶粒が大き

い（第2相体積率が小さい）領域では結晶粒径が支配し、結晶粒が小さい（第2相体積率が大きい）領域では第2相粒子の体積率が支配していた。

（5）Vacancy Hardeningが両合金の焼鈍材で観察されたが、硬化の程度はFe-38Al系合金で顕著であった。さらに、Fe-38Al系合金では第2相粒子の導入により Vacancy Hardeningの抑制現象が示された。

（6）第2相粒子を導入しても本合金系の環境脆化は改善されなかった。

文 献

- 1) C.G.McKamey: Physical Metallurgy and Processing of Intermetallics Compounds, ed. by N.S.Stoloff and V.K.Sikka, Chapman & Hall, New York, (1996), 351.
- 2) N.S.Stoloff: *Mater. Sci. Eng. A*, **A258** (1998), 1.
- 3) N.S.Stoloff and C.T.Liu: *Intermetallics*, **2** (1994), 75.
- 4) I.Baker and P.R.Munroe: *Int. Mater. Rev.*, **42** (1997), 181.
- 5) C.T.Liu, E.P.George, P.J.Maziasz and J.H.Schneibel: *Mater. Sci. Eng. A*, **A258** (1998), 84.
- 6) D.G.Morris and M.A.Morris-Muñoz: *Intermetallics*, **7** (1999), 1121.
- 7) J.L.Jordan and S.C.Deevi: *Intermetallics*, **11** (2003), 507.
- 8) C.T.Liu, E.H.Lee and C.G.McKamey: *Scr. Metall.*, **23** (1989), 875.
- 9) N.Matsumoto, Y.Kaneno and T.Takasugi: *Tetsu-to-Hagané*, **93** (2007), 400.
- 10) F.Stein, M.Palm and G.Sauthoff: *Intermetallics*, **13** (2005), 1275.
- 11) Y.Kaneno, T.Yamaguchi and T.Takasugi: *J. Mater. Sci.*, **41** (2006), 6871.
- 12) F.Stein, G.Sauthoff and M.Palm: *Z. Metallkd.*, **95** (2004), 469.
- 13) F.J.Humphreys and M.Hatherly: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd ed., Elsevier, Amsterdam, (2004), 293.
- 14) S.Kobayashi, S.Zaefferer, A.Schneider, D.Raabe and G.Frommeyer: *Intermetallics*, **13** (2005), 1296.
- 15) S.Kobayashi and S.Zaefferer: *Intermetallics*, **14** (2006), 1252.
- 16) S.Kobayashi and T.Takasugi: *Intermetallics*, **15** (2007), 1659.
- 17) I.Baker, P.Nagpal, F.Liu and P.R.Munroe: *Acta Metall. Mater.*, **39** (1991), 1637.
- 18) D.J.Gaydosh, S.L.Draper, R.D.Noel and M.V.Nathal: *Mater. Sci. Eng. A*, **A150** (1992), 7.
- 19) Chao, D.G.Morris, Morris-Muñoz and J.L.Gonzalez-Carrasco: *Intermetallics*, **9** (2001), 299.
- 20) P.Nagpal and I.Baker: *Metall. Trans. A*, **21A** (1990), 2281.
- 21) C.H.Kong and P.R.Munroe: *Scr. Metall. Mater.*, **30** (1994), 1079.
- 22) P.R.Munroe and C.H.Kong: *Intermetallics*, **4** (1996), 403.
- 23) T.Takasugi: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **30** (1991), 31.
- 24) T.Takasugi: *Met. Technol. (Jpn.)*, **10** (1992), 46.
- 25) Y.Kaneno, M.Wada, H.Inoue and T.Takasugi: *Mater. Trans.*, **42** (2001), 418.
- 26) T.Takasugi, M.Wada, Y.Kaneno and H.Inoue: *Mater. Sci. Eng. A*, **A239-331** (2002), 523.
- 27) T.Nakamura, Y.Kaneno, H.Inoue and T.Takasugi: *Mater. Sci. Eng. A*, **A383** (2004), 259.
- 28) T.Takasugi and S.Hanada: *Scr. Mater.*, **41** (1999), 175.
- 29) Y.Kaneno, T.Nakamura, H.Inoue and T.Takasugi: *Acta Mater.*, **51** (2003), 2113.