研究ノート

金属間化合物の抽出分離分析法の工業用 アルミニウム合金への応用

佐藤 健*・泉 巖*

Application of the technique for isolating and analyzing intermetallic compounds to commercial aluminum alloys

Ken SATO** and Iwao IZUMI**

Keywords: intermetallic compound, second phase constituent, chemical isolation, chemical analysis

1. 緒 言

アルミニウム材料のキャラクタリゼーションにおいて、存在する金属間化合物の種類と量の把握は重要な意味を持つとしてその分析の要求が強い。しかしながら、これまでの金属間化合物の分析は、X線回折、X線マイクロアナライザー、分析電子顕微鏡等による定性的取扱いが主体であり、定量的分析は殆ど行われていない。この最大の原因は工業用アルミニウム材料においてマトリックスからの金属間化合物の定量的分離が困難なことである。

筆者らは、先に工業純度のアルミニウムからAl-Fe系、Al-Fe-Si系の金属間化合物を定量的に抽出分離する化学的方法を確立し、報告した¹⁾。

その後この方法を各種の工業用合金に適用し、金属間化合物の種類と量の把握を行つた。特に、合金組成は類似であっても、鑄造や加工の条件が異なると思われる材料について金属間化合物に違いがないかどうかを追求した。

2. 分析方法

アルミニウム合金試料からの金属間化合物の抽出分離操作は、前報¹⁾と同様に行つた。

即ち、フラスコ中の沸騰しているフェノールに、試料片を加え、加熱溶解した。次に、ベンジルアルコールを加えフェノール溶液を希釈し、冷却後、遠心分離した。その後、メンブランフィルターによりろ過し、メタノールで洗浄、乾燥して抽出物を得た。

抽出物の化学組成は、これを酸に溶解し、ICP（誘導結合プラズマ発光分析）等により定量分析して求めた。

また、抽出物のX線回折を行い、化合物を同定した。

3. 分析結果および考察

3.1 1050合金鑄塊

鑄塊より凝固時の冷却速度の異なる部分を切出し、X線回折により単一の金属間化合物が含まれることを確認後、化合物を分析した。結果をTable 1に示す。マトリックスに殆ど固溶しない鉄の収率から、分離は定量的と

Table 1 Composition of residue isolated from 1050 alloy castings

Sample No.	Bulk content, %		Second phase (bulk)	Amount recovered, %*			Atomic ratio Al/Fe
	Fe	Si		Fe	Si	Al	
A1	0.28	0.08	Al _m Fe	0.25	0.01	0.52	4.4
B1	0.30	0.08	Al ₆ Fe	0.27	<0.01	0.75	5.7
C1	0.28	0.08	Al ₃ Fe	0.26	<0.01	0.44	3.4

*Percentage with respect to original sample weight.

* (株)日軽技研 (蒲原町)。Nikkei Techno-Research Company, Ltd. (Kanbara).

受理日：昭和60年7月15日。

みなしてよい。

Al/Fe 原子比は, Al_mFe については H. Westengen²⁾ の EDX による値 4.4 と, Al_3Fe については P. J. Black³⁾ による値 3.25 と, ほぼ一致しており, 化合物が抽出時に変質していないことが確かめられた。 Al_6Fe に関しては低めであるが, 抽出物の X 線回折により, 少量の Al_3Fe の混在が確認された。これは本法が X 線回折の検出感度向上に有効であることを示している。

3.2 3004合金板

3004合金板の製造工程の途中, すなわち, 鋳造後, 均質化熱処理後, 熱間圧延後, および冷間圧延/フラッシュ焼鈍後の4点で採取した試料の分析結果をまとめて Fig. 1 に示す。これから, 均質化熱処理時に晶出 Mg_2Si の固溶とマンガン化合物の析出, 熱間圧延時 (おそらく圧延後の徐冷過程で) Mg_2Si とマンガン化合物の析出, 冷間圧延後のフラッシュ焼鈍時に Mg_2Si の固溶の起っていることがわかる。このような各元素の固溶, 析出等の挙動が量的に把握できる。

次に異なるメーカーの 3004-H19 板の分析結果を Table 2 に示す。これらの化学組成は類似しており, 存在する化合物の種類も, $\alpha\text{-Al}(\text{MnFe})\text{Si}$, $\text{Al}_6(\text{MnFe})$, Mg_2Si で同じであるが, 化合物として存在するマンガとマグネシウムの量に差が認められる。これは板製造条件の違いによるものであろうが, 材料特性に影響を及ぼしていることが推察される。

3.3 6063合金ビレット

異なるメーカーの 6063 合金ビレットの分析結果を

Fig. 1 Dissolution/precipitation behaviour of alloying and impurity elements in 3004 alloy during sheet fabrication.

1. sheet ingot, as cast
2. sheet ingot, after homogenizing
3. reroll stock after hot rolling
4. sheet after cold rolling and flash annealing

Table 3 に示す。これらの化学組成はほぼ同じであるが, 存在する化合物 $\alpha\text{-AlFeSi}$ の種類の違うことが, 抽出物の X 線回折により判明した。すなわち, 試料 A6

Table 2 Composition of residue isolated from 3004-H19 alloy sheet samples

Sample No.	Bulk content, %					Amount recovered, %*					
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Al
A3	0.17	0.40	0.15	1.1	0.95	0.09	0.38	0.02	0.57	0.06	2.5
B3	0.18	0.37	0.14	1.1	1.0	0.08	0.35	0.02	0.65	0.01	2.5
C3	0.17	0.38	0.10	1.1	1.1	0.08	0.38	0.02	0.74	0.03	3.0

*Percentage with respect to original sample weight.

Table 3 Composition of residue isolated from 6063 alloy billets

Sample No.	Bulk content, %			Amount recovered, %*				Atomic ratio				Second phase (isolated)
	Si	Fe	Mg	Si	Fe	Mg	Al	Si	Fe	Mg	Al	
A6	0.38	0.19	0.52	0.062	0.18	0.016	0.38	1.0 1.0	1.7	2.0	7.4	Mg_2Si bcc $\alpha\text{-AlFeSi}$
B6	0.40	0.19	0.55	0.087	0.16	0.069	0.34	1.0 1.0	1.8	2.0	7.5	Mg_2Si bcc $\alpha\text{-AlFeSi}$
C6	0.42	0.20	0.53	0.12	0.19	0.15	0.40	1.0 1.0	2.8	2.0	12	Mg_2Si hexa $\alpha\text{-AlFeSi}$

*Percentage with respect to original sample weight.

と B6 は b.c.c., 試料 C6 は hexagonal であった。

抽出物の定量分析値から α -AlFeSi 相の化学組成を計算した。まずマグネシウムを Mg_2Si とみなし, これにみあうけい素量を求めてけい素定量値より差引き, 残りのけい素量を 1 として鉄とアルミニウムの原子比を求めた。結果は Table 3 に併記したように, b.c.c. 相と hexagonal 相とでは組成も明らかに異なることが確認された。

このような違いは, ビレットの押出性や, 材形の表面処理性に影響する可能性があると思われる。

4. 結 論

アルミニウム合金中の金属間化合物を熱フェノールにより抽出分離し分析する方法を, いくつかの工業用合金に適用した。

その結果, Al-Fe 系, Al-Mn-Mg 系および Al-Mg-Si 系の合金材料中の金属間化合物を変質させずに定量的に分離できることが確認され, 材料のキャラクタリゼーションに極めて有用な方法であることが判明した。

またこの方法は金属間化合物の分析や観察を, マトリックスに煩わされずに行うのに有用であることが示された。すなわち, 化合物組成が化学分析により正確に決定できるし, また X 線回折での検出感度がバルク試料の場合にくらべ著しく向上する。

参 考 文 献

- 1) K. Sato, I. Izumi: *Bunseki Kagaku*, **33** (1984), E495.
- 2) H. Westengen: *Z. Metallkde.*, **73** (1982), 360.
- 3) P. J. Black: *Acta. Cryst.*, **8** (1955), 43.