研 究

メカニカルアロイングを応用した NbC 分散強化鉄粉の作製

兵庫県立工業技術センター 高橋 輝男
(株)神戸鉄所 大長 浩

Teruo Takahashi and Hiroshi Daichoh : Preparation of the NbC-Dispersion-Strengthened Iron Powder by the Application of Mechanical Alloying.

Mechanical alloying was carried out using pure iron, pure niobium and graphite powders. The very fine homogeneous alloy powder was obtained after the mechanical alloying for 144.0 ks. The very fine NbC particles were precipitated in this alloy powder by the heat-treatment in the temperature range of 873-1273 K. The mean particle size of the NbC was decreased with decreasing the heat-treatment temperature, resulting in about 8.5 nm by the heat-treatment at 873 K for 3.6 ks. The mean particle size of the NbC precipitated by the present method was finer than that of the NbC powder using as starting materials crushed and dispersed by mechanical alloying. The micro-Vickers hardness values were very high in the lower temperature range, however they were decreased with increasing the heat-treatment temperature.

(Received June 25, 1990)

I 緒言

著者らは、出発材料に純 Fe 粉、純 Ti 粉および黒鉛粉を用いて Fe-Ti-C 系¹⁾のメカニカルアロイング(MA)を行い、得られたMA粉を熱処理することにより、非常に微細な TiC 粒子が析出し、合金添加量が少ないにもかかわらず高硬度の合金粉が得られることを明らかにした。今回は炭化物分散強化に関する研究の一環として、出発材料に純鉄粉、純 Nb 粉および黒鉛粉を用いて Fe-Nb-C 系のMAについて検討する。また比較のために出発材料に NbC 粉を用いた場合についても検討する。

II 実験方法

出発材料は純 Fe 粉(Fisher Sub-sieve Sizer(F.S.S)径 27.0 μm)、純 Nb 粉(同 36.0 μm)、黒鉛粉(同 2.0 μm)および NbC 粉(同 5.8 μm)である。これらの粉末を Table 1 に示すようにそれぞれ NbC 体積率が 5.0、10.0 および 30.0 vol% になるように配合した。MAに用いた装置は、

Table 1 Chemical composition and NbC volume percentage of Fe-Nb-C system.

Alloy No.	Nb (mass%)	C (mass%)	Volume percentage of NbC(vol%)
1	4.39	0.57	5.0
2	8.80	1.14	10.0
3	26.44	3.42	30.0
4	9.94 NbC*		10.0

* NbC powder was used as starting material.

Spex 8000 粉碎/混合ミル(Spex Co.)であり、ステンレス鋼製容器を用いてアルゴン雰囲気中で最長 216.0 ks まで MA 処理を行った。MA の状態を把握するため、所定の時間毎に少量の粉末をサンプリングした。得られたMA粉を 873~1373 K で熱処理し、X線回折、EPMA 分析および硬度測定などを行った。

III 結果および考察

III-1 混合粉のMA処理による変化

Fig.1 に Fe-Nb-C 系混合粉のMA処理に伴う F.S.S 径変化を示す。いずれの系においても平均粒径は、14.4 ks までは粉碎により減少し、その後いったん造粒により増大した後再び粉碎により減少した。この傾向は、Benjamin と Volin²⁾ の Fe-Cr 系のMA処理の傾向と同様であった。純

Fig.1 Change in the mean particle size of Fe-Nb-C system alloy powder with mechanical alloying.

元素粉末を用いた場合は合金添加量が増大するにともない F.S.S 径は減少した。純元素粉末を用いた場合 144.0 ks の MA 処理により、合金 No.1 および 2 の場合、5.0 および 6.5 μm の合金粉が得られた。

Fig. 2 は、合金 No. 2 (10.0 vol% NbC 相当) の MA 処理による合金粉の形態変化を示す。3.6 ks では主に粉末の偏平化が生じていた。7.2 ks の MA 処理では粉砕により微細な粉末が生じ始めた。さらに MA 処理を行うと微細な粒状を呈する合金粉が得られた。

Fig.2 Change in the morphology of the powder (Alloy No.2) with mechanical alloying. (a)as-mixed (b)3.6ks (c)7.2ks (d)43.2ks (e)72.0ks (f)108.0ks

Fig. 3 は、EPMA による合金粉断面微細組織と Nb $L\alpha_1$ X 線像の MA 処理による変化を示す。7.2 ks の MA 処理では (a)に示すように Nb 粉末が Fe 粉末に取り込まれた状態になり、さらに MA 処理を行うと (b)のように塑性変形により層状組織が発達し、43.2 ks では (c)のように層状組織も次第に細くなった。144.0 ks では (d)に示すように層状組織は消滅した。Nb の分布もほぼ均一になり、ほとんど合金化しているものと推定された。

Fig. 4 は、合金 No. 2 (10.0 vol% NbC 相当) の MA 処理による合金粉の X 線回折図形変化を示す。黒鉛の回折線は

3.6 ks の MA 処理により消滅した。72.0 ks までの MA 処理では Fe および Nb の回折線はブロード化するのみであったが、108.0 および 144.0 ks 後では明らかに Nb の回折線位置は低角度側に移動し、何等かの反応が生じていることが明らかになった。この回折線位置の移動は、C が Nb へ侵入型で固溶していると考えたと説明可能であるが、この点については今後詳細な検討が必要である。

Fig.3 Change in the microstructure and distribution of Nb with mechanical alloying. (a)7.2ks (b)28.8ks (c)43.2ks (d)144.0ks (a)-(d):SEM images (a')-(d'):Nb $L\alpha_1$ X-ray images

III-2 熱処理によるMA粉の変化

144.0 ks MA処理により得られたMA粉末を873~1373 Kで熱処理した。Fig. 5 は、144.0 ks MA処理した Fe-Nb-C 系合金粉 (合金 No.3, 30.0 vol% NbC 相当) を 873~1273 K で熱処理した場合のX線回折図形を示す。873 K、3.6 ks の熱処理では NbC が析出したが、未反応 Nb もわずかに存在していた。それ以上の処理温度では Nb は存在しなかった。Fig. 5 のX線回折図形の NbC(220)回折線から Scherrer の式³⁾を用いて NbC の結晶子の大きさを求めた。その結果を Fig. 6 に示す。熱処理により析出する NbC 粒子径は、処理温度の低下にともない減少し、873 K では約 8.5 nm となった。

一方、上述の純元素粉を用いる方法と比較するために、出発材料に純 Fe 粉と NbC 粉を用いてMA処理を行った。Fig. 7 に合金 No.4 (10.0 vol% NbC) のMA処理によるX線回折図形の変化を示す。このX線回折図形からScherrerの式³⁾を用いて NbC の結晶子の大きさを求めた結果、144.0 ks のMA処理により 13.0 nm まで粉砕されたことが明らかになった。これらの結果、出発材料に純元素粉を用いて得られたMA粉を熱処理する本法は、出発材料に純 Fe 粉と NbC 粉を用いてMA処理を行う方法より、より微細な NbC 粒子を分散させることが可能である。

Fig. 8 は、合金 No.1 および 2 を 144.0 ks MA処理し、各温度で 3.6 ks 熱処理した後の合金粉の常温硬さを示す。熱処理温度の上昇にともない硬さは低下したが、1273 K での熱処理でも Hv 400~500 を保持していた。熱処理温度の上昇による硬さの低下の傾向は合金濃度が高いものでより

Fig.6 Crystallite sizes of the NbC particles precipitated Fe-Nb-C system powder(Alloy No.3) with heat-treatment at various temperature for 3.6 ks.

著しく、1173~1273 K では硬さが逆転した。この原因については現在検討中である。

Fig.4 Change in the X-ray diffraction pattern of Fe-Nb-C system powder(Alloy No.2) with mechanical alloying.

Fig.5 Change in the X-ray diffraction pattern of the mechanically alloyed Fe-Nb-C system powder(Alloy No.3) with heat-treatment at 873, 1073 and 1273 K for 3.6 ks.

Fig.7 Change in the X-ray diffraction pattern of Fe-Nb-C system powder(Alloy No.4) with mechanical alloying.

Fig.8 Micro-Vickers hardness of the Fe-Nb-C system powder with heat-treatment at various temperature for 3.6 ks.

IV 結言

以上の結果を要約すると、次のようになる。

- (1) 144.0 ks の MA 処理により均一微細な合金粉が得られた。
- (2) 得られた MA 粉を熱処理することにより NbC が析出し、それらの粒子の平均粒径は熱処理温度の低下とともに減少した。
- (3) 熱処理後の合金粉の硬さは、熱処理温度の上昇とともに低下した。この低下は、熱処理による歪の除去あるいは析出粒子の粗大化などに起因するものと考えられる。
- (4) 出発材料に純 Fe 粉、純 Nb 粉および黒鉛粉を用いる本方法は、最初から NbC 粉末を用いる方法より析出分散する NbC 粒子が微細であった。

文献

- 1) 柚木山誠、高橋輝男、橋本雅彦：日本金属学会講演概要、(1989・4月), 95.
- 2) J. S. Benjamin and T. E. Volin : Met. Trans., 5 (1974), 1929.
- 3) B. D. Cullity : Elements of X-ray Diffraction, second edition, Addison-Wesley Publishing Company, Reading, (1978), 99.