研 究

射出成形法による FeAl 焼結体の高温引張特性

加藤 清隆^{☆1}, 増井 孝実^{☆2}^{☆1} 名古屋工業技術研究所, 〒462-8510 名古屋市北区平手町 1-1.^{☆2} 三重県工業技術総合研究所, 〒514-0819 三重県津市高茶屋 5 丁目 5-45.

Tensile Properties at High Temperature of Sintered FeAl Compacts by Injection Molding

Kiyotaka Kato^{☆1} And Takami Masui^{☆2}^{☆1}National Industrial Research Institute of Nagoya, 1-1 Hirate-cho Kita-ku, Nagoya 462-8510.^{☆2}Mie Prefecture Industrial Research Institute, 5-5-45 Takachaya, Tsu 514-0819.

Received January 26, 2000

SYNOPSIS

The B2 FeAl (Fe-40Al and Fe-48Al (at.%)) sintered compacts were prepared by metal injection molding (MIM) process. Then, tensile tests were performed in air at room temperature, 400 °C, 600 °C and 800 °C. The results obtained were summarized as follows.

- (1) The Fe-48Al compact had the good 0.2 % proof stress and tensile strength more than 600 MPa at room temperature. However, they rapidly decreased with increasing test temperature. On the other hand, the 0.2 % proof stress of Fe-40Al compact at 400 °C and 600 °C were almost equal to that at room temperature (~300 MPa). The tensile strength of this compact showed the maximum (680 MPa) at 400 °C. The tensile strength of both compacts went down to less than 100 MPa at 800 °C.
- (2) At room temperature, the Fe-40Al compact showed the substantial elongation of 2.3 %, while that of Fe-48Al compact was only 0.3 %. The elongation of both compacts at 600 °C showed high value of 25 ~ 30 %. Both compacts changed the fracture mode from brittle to ductile at the temperature range from 400 °C to 600 °C.

KEY WORDS

FeAl, metal injection molding, tensile properties, fracture mode, temperature dependence

1 はじめに

Fe-Al 二元系においては Fe_3Al , FeAl , FeAl_2 , Fe_2Al_3 及び FeAl_3 の 5 種類の金属間化合物が存在するが¹⁾, このなかで, 耐酸化性, 耐食性, 高温強度の面で構造材料として有望であるのは Fe_3Al と FeAl である. 特に, B2 型規則構造をもつ FeAl は室温で 36~50at% の広い組成幅を有し²⁾, Fe_3Al よりも Al 濃度が高いため, 耐酸化性, 耐食性に一層優れ, 加えて低比重という利点もある. また, 他のアルミナイド系金属間化合物と比べても, 比較的延性を発現しやすく, 原材料が安価であることから, 高温構造材料のみならず, 他の分野でも実用可能性の高い材料と考えられる.

前報^{2,3)}においては, FeAl (Fe-40at%Al, 以下「at%」を省略する) 粉末を原料として金属粉末射出成形法(以後, 射出成形法と略す)による Fe-40Al 焼結体を作製を試みた. その結果, 十分緻密な焼結体の作製が可能であること及び溶製材に匹敵する優れた室温引張特性を示すこと, が明らかになった. 本

研究では, 前報と同一組成の Fe-40Al に加え, これより Al 比率の高い Fe-48Al を対象として同じく粉末射出成形法により焼結体を作製し, 室温から 800 °C までの高温引張強度特性を調査した結果を報告する.

2 実験方法

本研究では燃焼合成法により製造された二元系 Fe-40Al 及び Fe-48Al 相当の合金粉末 (共立窯業原料(株)製造) を原料として使用した. Table 1 にこれらの化学分析値及び平均粒径を示す. どちらの粉末も FeAl (B2 相) 単相領域であるが, 実際の原料粉末は未反応の Fe を含み, $\alpha\text{-Fe}$, Fe_2Al_3 , FeAl の混合相となっていた^{2,3)}.

射出成形用有機バインダーとしては, ワックス及びアクリル系樹脂を 50:50 (重量比) に配合したもの⁴⁾ を使用した. 粉末原料に対する有機バインダーの添加割合は, Fe-48Al 粉末では 12.4mass%, Fe-40Al 粉末では 11.4mass% とし, 110~120 °C

で加熱混練して射出成形用コンパウンドを作製した。射出成形は、射出温度 120°C、射出圧力 120MPa、保持圧 60MPa (20sec 保持)、射出速度 60cm³/sec の条件で行い、板状引張試験片 (長さ 110mm×幅 7.5mm×厚さ 4mm) を作製した。

射出成形体の脱脂は加熱法により行い、脱脂雰囲気は真空 (Ar ガス気流中、1×10³Pa 程度) とした。昇温速度はバインダーの分解温度域で 5°C/hr として、脱脂率が 90% 以上となるように 380°C まで脱脂した。

Fe-48Al についてはまず適正な焼結温度を調べるために、焼結温度を変化させて焼結体を作製し、緻密化の程度を調べた。Fe-40Al については、前報の結果^{2,3)}より、焼結温度を 1250°C に設定した。焼結は 10⁻³Pa オーダーの真空中で行い、200°C/hr で昇温し、所定の焼結温度において 2hr 保持した後、真空を保ったまま炉冷した。

Fig.1 に 1225°C で焼結した試料断面の X 線回折曲線を示す。いずれも FeAl (B2) の回折ピークのみが認められ、大勢的には FeAl 単相組織であると考えられる。ただし前報^{2,3)}で報告したように、少量の酸化物及び炭化物は存在する。焼結体の相対密度算出のための真密度は、原料粉末をホットプレス (100MPa, 1150°C・2hr) して、空孔のないことを確認した試料の値 (Fe-48Al: 5.60Mg/m³, Fe-40Al: 5.99Mg/m³) を採用した。

焼結体の引張試験は大気中において行い、試験温度は室温、

400°C、600°C 及び 800°C とした。試験片寸法が幅 4.5mm、厚さ 約 3mm となるように、若干の機械加工とワイヤカット放電加工を行った。評点間距離は 25mm、初期ひずみ速度は 7×10⁻⁴/sec、とした。引張試験は原則として、同一温度で 2 試料行い、引張強さの高い方の試料の値を採択した。さらに、試験後の破断面を SEM により観察し、試験温度及び焼結体組成による破断面形態の相違を調べた。

3 実験結果及び考察

3.1 Fe-48Al における焼結温度と密度及び室温引張特性の関係

Fig.2 に Fe-48Al 焼結体の焼結温度と相対密度の関係を示す。焼結温度が 1225°C では 82% であるが、焼結温度 1245°C では 96% まで緻密化した。わずか、焼結温度が 20°C 上がっただけで 14% も密度が上昇したことになる。この様に、材料の融点近くになって急激に緻密化するのは、焼結時に液相が発生し、これが焼結を促進するため⁵⁾と推測される。Fig.3 は様々な温度で焼結した試料の外観を示したものである。1235°C 以上の

Fig.2 Relation between relative density and sintering temperature of Fe-48Al compacts.

Table 1 Chemical compositions and mean particle sizes of FeAl powders.

	Chemical Comp. (mass%)					Mean particle size
	Fe	Al	Si	O	C	
Fe-48Al	68.5	31.2	0.20	0.24	0.04	5.07 μm
Fe-40Al	74.8	25.0	0.20	0.59	0.03	4.74 μm

Fig.1 X-ray diffraction patterns of compacts sintered at 1225°C.

Fig.3 Appearances of sintered Fe-48Al compacts. Sintering temperature: (a) 1235°C, (b) 1245°C, (c) 1250°C

焼結では寸法変化は小さいが、表面性状は異なる。1250°C焼結体は表面が溶融したため荒れており、しかも中央が窪んだ様になっている。1245°C焼結体も表面は若干溶融気味であるが、形状の崩れは観察されなかった。この様に、Fe-48Alは高温になって急激に緻密化し、溶融に至るため、焼結温度の制御は難しい。

Fig.4にFe-48Alにおける焼結温度と室温引張特性との関係を示す。焼結温度1245°Cまでは、焼結温度の上昇、すなわち密度向上により引張強さは向上する。1245°C焼結では656MPaの高強度を示した。しかしながら、さらに高温の1250°Cで焼結すると552MPaまで引張強さが低下している。前述のように1250°Cで焼結すると液相が顕著に出現するため、組織が粗大化したためと推察される。破断伸びは全体的に1%未満の低い値となっているが、焼結温度の上昇とともに幾分向上し、1250°C焼結で0.75%となった。1240°C未満の焼結では破断伸びが低く0.2%耐力が計測できなかった。

3.2 Fe-40Al 及び Fe-48Al の高温引張特性

Fig.5にFe-48Al 及び Fe-40Al 焼結体における引張特性の温度依存性を示す。ここで、Fe-48Alの焼結温度は、焼結後の表面溶融が顕著に観察されない温度域で、最も高強度を示した1245°Cを選択した。Fe-48Al 及び Fe-40Al の相対密度は個体間で幾分ばらつきはあるが、96~97%の範囲で収まった。

室温の破断伸びは、Fe-48Alが0.3%、Fe-40Alが2.3%で、Fe-40Alの方が高い。400°Cでは、Fe-48Alはまだ3.6%と低いが、Fe-40Alは10.8%まで伸びが向上した。600°Cと800°Cでは、両

者とも20~30%の伸びを示し、はっきりと延性的傾向を示すようになった。

0.2%耐力については、両者に差異が認められる。Fe-48Alは室温では620MPと高い値であるが、温度の上昇とともに単調に低下している。これに対して、Fe-40Alは600°C付近までは室温と同程度(300MPa強)を維持しており、耐力の低下は認められなかった。しかしながら、最も高温の800°Cでは両者とも100MPa以下まで低下している。

Fe-48Alの引張強さに関しては、0.2%耐力と同様に室温では680MPaと高強度であるが温度の上昇とともに単調に低下し、800°Cではわずか75MPaとなった。しかし、400°Cまでは、500MPa以上の強度を維持している。一方、Fe-40Alの引張強さは、室温では530MPaであるのに対して、400°Cでは680MPaと上昇しており、この付近に引張強さの極大値があるものと

Fig.4 Relation between tensile properties at room temperature and sintering temperature of Fe-48Al compacts.

Fig.5 Temperature dependence of tensile properties of sintered FeAl compacts.

考えられる。前述したように、0.2%耐力は室温と400°Cでは、ともに300MPa強でほとんど変化がないことから、400°Cにおける引張強さの上昇は塑性変形能の向上による加工硬化が原因であると考えられる。しかし、600°C以上の温度では強度は急激に低下した。

なお、Fe-40Alの室温引張特性に関しては、強度、伸びとも前報^{3,4)}の値よりやや低い結果となっている。この原因は明らかではないが、前報とは粉末のロットが異なるため、粉末の粒度分布や不純物成分が微妙に変動したためと推察される。

Fig.6に室温、400°C及び600°Cにおける引張破断面のSEM

Fig.6 SEM images of fracture surfaces of sintered FeAl compacts after tensile test.
(a) Fe-48Al, R.T. (b) Fe-40Al, R.T. (c) Fe-48Al, 400°C (d) Fe-40Al, 400°C (e) Fe-48Al, 600°C (f) Fe-40Al, 600°C

観察結果を示す。室温のFe-48Al破断面においては, 10 μ m 前後の粒子界面がよく観察され, 脆性的な粒界破壊が支配的である。1 μ m 程度の微細な球状粒子はAl酸化物である。一方, Fe-40Al破断面は, 粒界はさほど顕著ではなく, Fe-48Alよりも粒内破壊の割合が高くなっている。400°C破断面については, Fe-48Alは室温破断面と比べてほとんど変化が見られない。Fe-40Alは室温破断面と比べると, 局所的にディンプルパターンが観察されるようになるが, やはり顕著な変化ではない。600°C破断面になると, 様相は一変する。両者ともディンプルパターンが顕著に観察され, 延性的な破断面となっている。

B2型FeAl溶製材の室温及び高温での引張破壊様式を調査した研究^{6,7)}によると, ①FeAlの破壊様式は温度の上昇とともに, 粒界破壊から粒内破壊に移行し, さらに高温になるとディンプルパターンが観察される延性破壊に移行すること, ②低温(脆性破壊温度域)では, FeAlの粒界強度は本質的に小さく, 粒界破壊を起こしやすいが, Fe量が増加するほど降伏応力が低下するため, 塑性変形能が向上し, 粒内破壊の割合が増加すること, ③脆性破壊から延性破壊への遷移温度(BDTT)はおおよそ400~500°Cの間にあり, Fe量が増加するほど低温に移行すること, を報告している。本射出成形法による焼結体もほぼ①から③までの傾向に準じており, 強度レベルも溶製材と同程度である(例えば, Fe-40Al・400°Cにおいて, $\sigma_{0.2}$ =320MPa⁸⁾)。ただし, 溶製材は600°C以上になると, 50%以上の高い破断伸びを示す傾向があるが^{6,7)}, 本焼結体は30%以下であり, 低い傾向にある。この原因については, Fig.6の破断面に観察される微細な酸化物の存在が考えられるが, 引張試験時の雰囲気の影響もあるかもしれない。先に挙げた報告^{6,7)}はすべて真空中での結果であり, 本研究とは試験雰囲気が異なる。FeAlの室温延性に及ぼす試験雰囲気の影響を調べた報告^{8,9)}によると, FeAlの延性は大気中より, 酸素雰囲気や真空中の方が高くなるが, その原因は大気中の水蒸気が原因であるとしている。高温域における試験雰囲気の影響について体系的にまとめた報告は今のところはなく, 今後の検討課題といえよう。

4 結 言

金属粉末射出成形法により, Fe-48AlおよびFe-40Al焼結体を作製し, 室温から800°Cまでの引張強度特性を調査した結果, 次の知見が得られた。

(1) Fe-40Alは, 600°C付近までは室温と同程度(300MPa強)の

0.2%耐力を維持しており, 優れた高温強度特性を示した。引張強さは400°C付近に極大値(680MPa)が見られた。破断伸びは, 室温では2.3%であるが, 400°Cで10.8%, 600°Cで28%まで増加した。

(2) Fe-48Alは, 0.2%耐力, 引張強さとも, 室温では600MPa以上の高強度を示したが, 温度の上昇とともに単調に低下した。破断伸びは, 室温では0.3%と極めて小さいが, 400°Cで3.6%, 600°Cで24%まで増加した。

(3) Fe-40Al, Fe-48Alとも400°Cから600°Cの間に脆性的破壊から延性的破壊へ移行した。

(4) 800°Cになると, Fe-40Al, Fe-48Alとも強度が著しく低下(100MPa以下)した。

文 献

- 1) T.B.Massalski: "Binary Alloy Phase Diagrams", The Materials Information Society, (1990).
- 2) 加藤清隆, 松本章宏, 安藤国輔, 家城梯: "射出成形法による金属間化合物FeAl (Fe-40at%Al) の特性", 粉体および粉末冶金, 44(1997)288-293.
- 3) 加藤清隆, 松本章宏, 家城梯, 加藤誠: "射出成形法のFeAl金属間化合物への適用", 名古屋工業技術研究所報告, 47(1998)207-216.
- 4) 加藤清隆, 松本章宏: "TiAlの射出成形法", 金属間化合物—新高温構造材料としての可能性—, 金属間化合物共同研究会(日本金属学会, 他), (1996)340-346.
- 5) R.Tandon and R.M.German: "Sintering and Mechanical properties of A Boron-doped Austenitic stainless Steel", The Intern. J. Powder Met., 34, No.1(1998)40-49.
- 6) I.Baker, H.Xiao, O.Klein, C.Nelson and J.D.Whittenberger: "The Effect of Temperature and Fe:Al Ratio on The Flow and Fracture of FeAl", Acta metall. mater., 43(1995)1723-1730.
- 7) K.Yoshimi, S.Hanada and H.Tokuno: "Effect of Frozen Vacancies on Hardness and Tensile Properties of Polycrystalline B2 FeAl", Mater. Trans. JIM, 35(1994)51-57.
- 8) C.T.Liu, E.H.Lee and C.G.McKamey: "An Environmental Effect as the Major Cause for Room-temperature Embrittlement in FeAl", Scripta Metall. Mater., 23(1989)875-890.
- 9) D.J.Gaydosch and M.V.Nathal: "Influence of Testing Environment on the Room Temperature Ductility of FeAl Alloys", Scripta Metall. Mater., 24(1990)1281-1284.