Study of γ' phase at early aging stages in Ni-15at%Al alloy by electron microscope

Ni-15at%合金の時効初期における γ' 相の電子顕微鏡による観察

Chie Murai, Tadae Morishita and Tsunenori Suzuki

Department of Physics, Faculty of Science, Tokai University

Department of Production Engineering, School of Engineering,

Tokai University, 1117 Kitakaname, Hiratsuka, Kanagawa, 259-12 Japan

(Accepted for publication 17 November 1994)

1. 緒言

Ni-15at%Al合金の過飽和固溶体を時効すると、2相に分離し、 γ' 相が析出される。従来の研究の多くは長時間時効した γ' 相の生長過程であり、時効初期の γ' 粒子については、あまり研究されていない。それは固体急冷法で作成されたため、時効前の試料には大きな濃度ゆらぎが存在し、時効前の試料の条件が一定にならなかったためである¹。そこで液体急冷法を用いて溶質濃度ゆらぎの少ない時効前の試料を作成した¹。本研究は時効初期について γ' 析出粒子の成長過程を透過型電子顕微鏡で観測し、研究を行った。

2. 実験方法

Ni-15at%Al合金の母合金より、ピストン・アンビル型液体急冷法で厚さ200 μ mの時効前の試料を作成した。試料は873KでArガス中において時効し、 γ' 相を析出させた。電子顕微鏡に用いる試料は厚さ約50 μ mまでエメリー紙を用いて薄くした。その後、試料に陽極を接続し、陰極にステンレスを用いて、最初は酢酸15対過塩素酸1のエッチング液で、次に硫酸55%水溶液で電解研磨した。電子顕微鏡の加速電圧は、100kVと120kVで、(100)暗視野で観測した。

母相のAl濃度を測定するため、磁気天秤を用いて、キュリー温度を、窒素温度から室温までの温度範囲で測定した。 γ' 相のAl濃度 $C(\text{Al})$ とキュリー温度 T_c の関係は、W.O.Gentryらにより次式で表される²。

$$C(\text{Al}) = 20.0 \times (1 - T_c / 631)$$

3. 結果および考察

Figure 1(A)~1(C)はNi-15at%Alを873Kで時効し、 γ' 相を析出させた試料の透過型電子顕微鏡の暗視野像である。Fig.1(A)および1(B)に示した873Kの時効初期の試料には、球状のL12規則相が出現している。球状 γ' 粒子の暗視野像はあまり明確になっていないが、時効時間が増加しても、 γ' 相の大きさは増加していない。また、暗視野像の不明確さは、L12規則相の規則度が低いことを示している。この段階では γ' 粒子がまだ25at%Alに達していないと思われる。

Figure2にキュリー温度測定で得られた母相の溶質濃度を示す。時効時間 3.5×10^4 sの時の母相のAl濃度は、大きく減少している。これは析出した γ' 相が安定な大きさへの成長と γ' 相のAl濃度の上昇に母相のAl原子を取り込んでいるものであると考えられる(Fig.3)。

Figure1(C)に示すように、長時間時効では、立方体

状の γ' 粒子が観測された。この γ' 粒子の成長は大きな粒子が小さい粒子を消滅させつつ、粗大化する過程である。この過程は立方体の辺の3乗が時間に比例して増加するオストワルド成長である。

Fig. 1 873Kで時効した試料の透過型電子顕微鏡写真(暗視野像)

Fig. 2 キュリー温度の時効時間変化

Fig. 3 γ' 粒子の成長と母相の溶質濃度変化の模式図

参考文献

- 1 A.Tachikake, T.Suzuki, Y.Nishi and E.Yajima, 日本金属学会誌 49(1985)818
- 2 W.O.Gentry and M.E.Fine, Acta Met.20(1972)181

'94 SAS Intelligent Symposium