

メスパワー効果による鉄アルミニウム合金の“K”状態の研究

Mössbauer Analysis on the K-state of Fe-Al Alloys

三島良治*・石田洋一*・加藤正夫*

Ryoji MISHIMA, Yoichi ISHIDA and Masao KATO

メスパワー効果の金属組織学的応用の第一歩として、鉄-アルミニウム系合金の規則-不規則変態付近の組織変化の検出を試みてみた。K状態とは Thomas によって名づけられたもので¹⁾、15-20 at.% Al 組成付近で時効に伴って物理的性質の変化、特に電気抵抗の急増がみられる現象を指す言葉である。電気抵抗以外にも機械的強度や磁気的性質にも変化がみられ、Fe-Al 系のみならず遷移元素を含んだ合金系において、規則-不規則境界の近傍に見いだされる現象とされている²⁾。おもだった説は Fe_3Al または $FeAl$ 型の短範囲規則格子または微細な規則格子相が形成するためとする説²⁾、³⁾ であるが、ほかに K 状態が $Fe_{13}Al_3$ 組成付近で最も著しいことから $Fe_{13}Al_3$ という規則格子が形成するという説⁴⁾ もある。

すでに Fe_3Al や $FeAl$ 規則格子形成に関しては、 Fe^{57} によるメスパワー効果を利用した解析が行なわれている⁵⁾ が短範囲規則格子形成領域での解析はない。本来メスパワー法の利点の一つは個々の原子の結合状態の変化を検出するところにあるのだから、短範囲規則格子の検出には有利なはずで、この手法でどこまで精度よく検出できるかにまず興味がある。次に、この合金系固有の問題として K 状態がはたして短範囲規則格子形成によるものかどうかという問題がある。たとえば齊藤ら⁶⁾ によれば電気抵抗値は時効によって増大するがピーク値をへて下降する。齊藤らはこれをこの組成では Fe_3Al 規則格子が生成したため、Al 組成を下げると電気抵抗値が飽和して低下しないと説明しているが、他方 K 状態全体を微細な規則格子として説明する説⁷⁾ もあり、あるいは K 状態の原因が別のものであることも考えられる。この点を明らかにすることを当面の目的として実験を行なった。

Fig. 1 はこの Fe-Al 合金系の状態図として Davies ら²⁾ により発表されたものである。Thomas¹⁾ によれば K 状態は 10at.% Al 付近から 20at.% Al 付近まで観察されているが、著しい効果のあるのは 20 at.% Al 付近である。この現象はまた 400~450°C 以上で消失することも知られている。

試料は 99.99% Fe と 99.99% Al を真空アーク溶解して作成。熱間圧延し 0.4 mm 厚の薄板にした。この板を 1,000°C で数時間焼鈍した後、メスパワー、電気

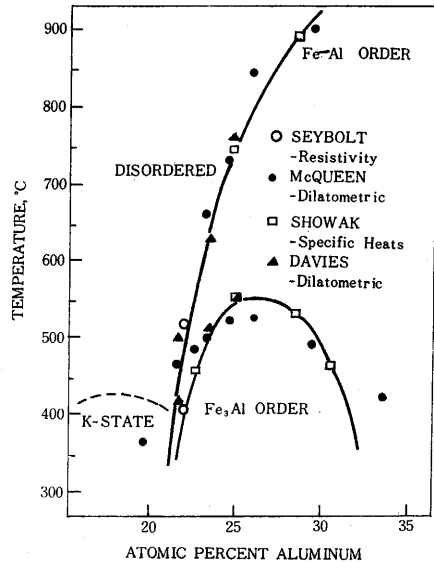


Fig. 1 Proposed equilibrium diagram for the solid solution of aluminum in iron.

Table 1 Al composition of the specimens

specimen		nominal (%)	chemical analysis (%)
I		9.8	8.9
II		10.4	9.6
III		11.9	—

抵抗および磁気測定用試片を作成した。Table 1 はこうしてできた試料の組成である。メスパワー試料はさらに化学研磨により 20~40 μ の厚さにして使用した。熱処理は 850°C で 2 時間焼鈍後水中に焼入れた試料につき 230~300°C の温度でおこない、同一試料につきそれぞれ 10 分、100 分、1,000 分、10,000 分時効した時点で、メスパワースペクトル、電気抵抗、硬度を測定した。別に 850°C から 20°C/hr で非常にゆっくりと冷却した試料をつくりこれと比較した。

Fig. 2 はメスパワースペクトルの時効による変化の 1 例である。一見分離不可能であるが、おのおののスペクトルから焼入れた不規則状態のものスペクトルを差引き、この値と規則化した際に期待される吸収線の位置とを比較したのが Fig. 3 である。この図のたて軸で正に

* 東京大学生産技術研究所第 4 部

研究速報

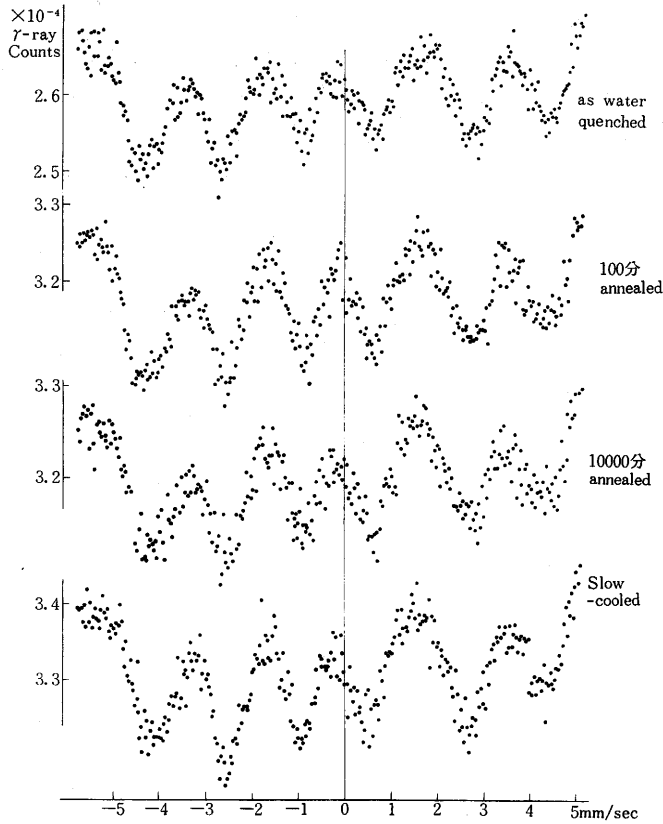


Fig. 2 Mössbauer spectra of Fe-10.4%Al alloy —effect of heat treatments.—

なった領域では徐冷した試料の方が急冷した不規則状態のものに比し吸収量が大きかったことを示す。横軸の純鉄〔1〕とは純鉄における六本の吸収ピークのうち左端のピーク的位置を意味し、 5_{nn} とは体心立方晶において、鉄原子のまわりの最近接原子（8個）のうち5個が鉄原子であった場合に期待される吸収ピーク的位置を示す。以下同様である。最近接原子の影響にくらべて2次近接以降の原子の影響は無視している。 Fe_3Al 規則構造では純鉄と 4_{nn} とに吸収ピークがあらわれ、完全な $Fe_{13}Al_3$ 規則格子なら純鉄と 5_{nn} にピークがあらわれることが期待される⁸⁾。事実この図では焼鈍にともない不規則状態で期待される 7_{nn} あたりのスペクトルが $5_{nn} \sim 4_{nn}$ 付近に移る傾向がみられる。しかし現在の分析精度が不十分でそれが 5_{nn} か 4_{nn} か判然としない。この傾向は時効とともに連続的に進行していることは確かであるが、K状態として電気抵抗値や硬度に最大値を与えるような時点での規則化の程度はスペクトルの誤差にうもれるほど小さく、規則化とK状態との直接的関係に疑問をなげかける。むしろK状態は規則化への途中におこる状態といえよう。少なくとも試料組成に近い $Fe_{13}Al_3$ のような規則相は生成しなかったと考えるのが妥当であろう。

Fig. 4, 5 はそれぞれ電気抵抗値および硬度の

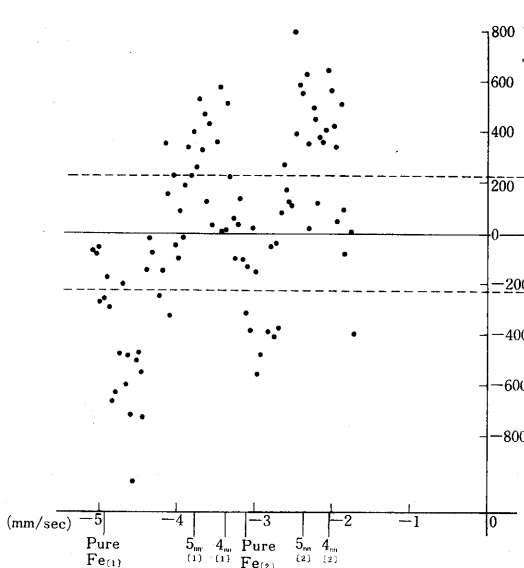


Fig. 3 Reduced Mössbauer spectra of slowly cooled specimen with respect to those of quenched specimen

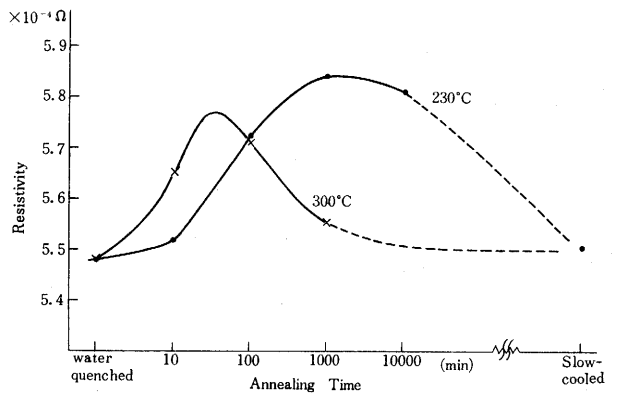


Fig. 4 Electrical Resistivity(Fe-10.4% Al)

時効による変化の例である。ピーク的位置はくいちがうがいずれもピークをもっている点で齊藤らの結果と異なる。齊藤らは10.7%Alを境として二つの領域を見だしこれよりアルミニウムの多い領域では Fe_3Al 規則格子が成長するためにピークが存在し、これより低アルミニウムの領域ではK状態が平衡状態として存在すると考えたのであるが、このように低アルミニウム (p. 39 へつづく)

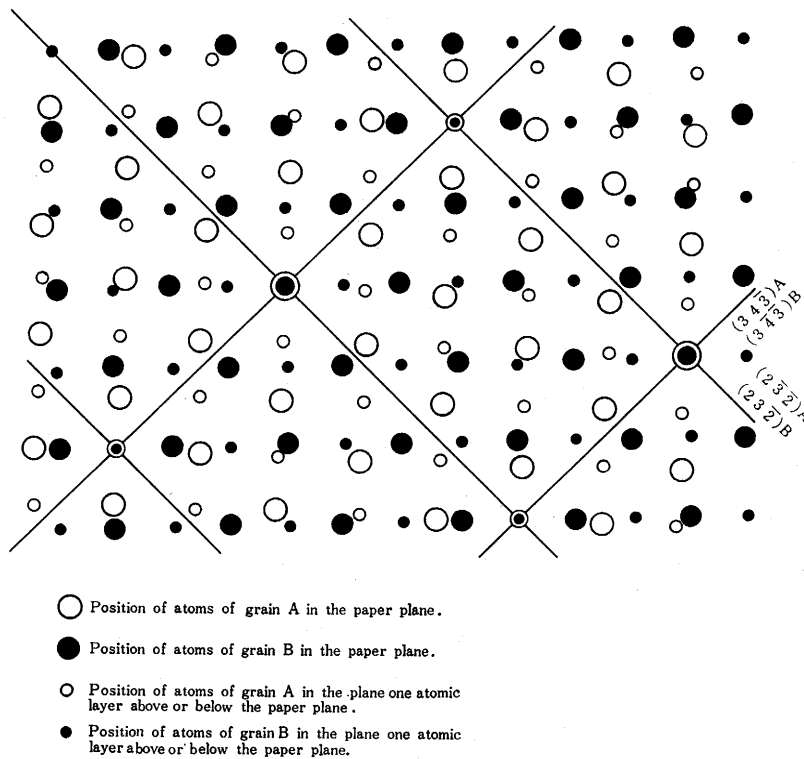


Fig. 5 Atomic arrangements in the $\Sigma 17$ b coincidence system in (101) plane.

同様な解析を Fig. 1 の粒界についても試みたが $\Sigma 15$ 符合粒界の回転軸はいずれも高指数であり、したがって原子面として多数の面を考慮せねばならぬため成功していない。このように一般に方位解析は複雑なのでこれからは方位関係をあらかじめ定めた双結晶を作って観察することにより構造解析を進めてゆくことを考えている。

電算にあたって協力していただいた東大工学部冶金科の堀内繁氏に感謝する。本実験はおもに東大物性研究所 500 kV 電顕を使用しておこなわれた。

(1968年 8月 15日 受理)

文 献

- 1) 石田, 長谷川, 永田, 生産研究 V 20, 140 (1968).
- 2) D. G. Brandon et al, Acta Met. V 12, 813 (1964).

(p. 36 よりつづく)

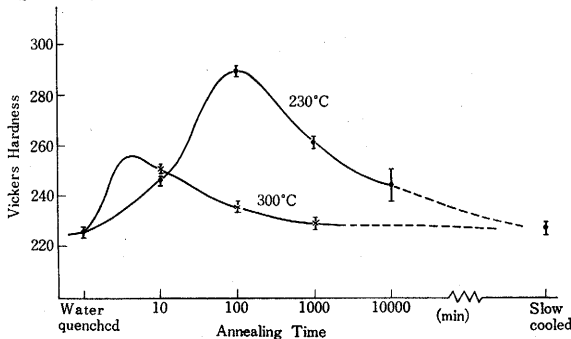


Fig. 5 Hardness Value (Fe-10.4% Al)

領域のものも時効時間を斎藤ら⁶⁾のものより長くとして観察するとやはりピークをもつことがわかる。したがってこの組成領域においても短範囲規則格子をK状態の原因と考えることは無理だと思われる。他方電顕観察によると徐冷の試料でもこの組成領域では domain は見いだ

されなかった。それゆえ規則格子であるとしても非常に小さなものでなければならない。これは森田ら⁹⁾の観察結果と一致する。

本実験にあたりメスパワー装置を使わせていただいた八幡製鉄東京研究所, 南雲, 飯野両氏に感謝する。

(1968年 8月 22日 受理)

文 献

- 1) H. Thomas: Z. Phys. V 129, 219 (1951).
- 2) R. G. Davies: J. Phys. Chem. Solids, V 24, 985 (1963).
- 3) 斎藤: 日本金属学会誌, B-14, No. 5, 1, 6 (1950).
- 4) A. Taylor and R. M. Jones: J. Phys. Chem. Solids, V 6, 16 (1958).
- 5) 藤田他: 日本物理学会第23回講演予稿集, 格子欠陥 107 (1967).
- 6) 斎藤, 森田: 日本金属学会誌, V 30, 930 (1966).
- 7) G. Lutzering and H. Warlimont: Z. Metallk, V 56, 1 (1965).
- 8) M. B. Stearns, Phys. Rev. V 129, 1136 (1963).
- 9) 森田他: 日本金属学会第60回講演概要, 51 (1967).