

Fe-Si-Al合金の熱間圧縮加工性

柳谷 彰彦*・国脇 嘉春*²・村上 雅英*²・田中 義和*²

Hot Deformability of Fe-Si-Al Alloy Made by Powder Metallurgy Process

Akihiko Yanagitani, Yoshiharu Kuniwaki, Masahide Murakami and Yoshikazu Tanaka

Synopsis : Fe-9.6%Si-5.4%Al (Sendust type) alloy is well-known as the material suitable for magnetic heads because of its high permeability, high magnetization and high resistivity. The alloy has poor workability and has been limited in their applications. A new process by powder metallurgy to produce excellent properties for the alloy has been developed. Excellent deformability for the alloy by this process has been found in the compressive test.

Key words : powder metallurgy; gas atomization; compressive test; deformability.

1. 緒言

近年、磁気記録技術の分野において、ハードディスクドライブ (HDD)、フロッピーディスクドライブ (FDD)、ビデオテープレコーダ (VTR) などの機器の発達に伴い、記録密度の高密度化がいつそう盛んに進み、使用される軟質磁性材料に関して、磁気ヘッド材料^{1)~3)}としては磁束密度が高く、高透磁率を有しかつ耐摩耗性に優れたFe-Si-Al系の通称センダスト合金が欠くことのできない材料として位置づけられてきている。このFe-Si-Al合金は、従来、主として鑄造法により作製されており、結晶粒が粗大化しやすく、成分偏析を避けることができず、その名(仙台のダスト)のとおり非常に脆く、この欠点を改善するために、成分の検討や粉末冶金法による方法など様々な試みが行われてきたが、十分な改善がされたとは言えない。著者らはこのFe-Si-Al合金について結晶粒が微細均一で偏析のない高充填密度の成形材が得られれば、塑性加工性を大幅に改善することができると考え、ガスアトマイズ粉末を作製し、これを高充填密度に固化成形する方法を開発した。脆性材料といわれていたこのFe-Si-Al合金について、本方法により作製した微細均一組織を有する粉末成形材は熱間での優れた圧縮加工性を有していることを新たに見いだしたので報告する。

2. 実験方法

Fe-Si-Al合金はFe-9.6%Si-5.4%Alの組成で最高の軟質磁気特性⁴⁾を示す。本研究で作製したFe-Si-Al合金ガスアトマイズ粉末および比較鑄造材の組成をTable 1に示す。ガスアトマイズ法により上記組成のFe-Si-Al合金粉末を作製し、金属製の容器に充填、封入後加熱し、熱間押し装置を使

用した外周拘束据込み法⁵⁾により 2.0×10^7 N負荷して固化成形を行い成形材を作製した。

成形材の密度をアルキメデス法により測定した。また成分偏析をEPMAにより測定し組成均一性を評価した。成形材から $8\text{mm} \times 12\text{mm}^2$ の試験片を切り出し、熱間加工再現性試験機 (THERMEC MASTOR Z) により真空中、種々の温度およびひずみ速度で圧縮試験を行い、割れの有無を確認するとともに、試験片を圧縮方向に平行に切り出し、その断面の組織を光学顕微鏡により観察した。

Table 1 Chemical composition of Fe-Si-Al alloys.

(mass%)

Composition	Fe	Si	Al	C	Mn	P	S
P/M	bal.	9.64	5.47	0.010	0.02	0.003	0.001
Cast	bal.	9.67	5.56	0.018	0.02	0.003	0.001

P/M: Powder metallurgy process

3. 実験結果

3・1 粉末の形態および粒度

本研究で作製したガスアトマイズ粉末の外観形状をFig. 1に示す。不活性ガスを用いてアトマイズした粉末特有の球状を示しており、また粉末表面には数 μm の大きさの凝固組織が観察された。ガスアトマイズ法において作製される粉末の粒度は、アトマイズ時の溶湯の温度、ガス流量、ガス圧力およびノズル径などのパラメータにより変化する。本研究で作製したFe-Si-Al合金ガスアトマイズ粉末の平均粒度は約 $130\mu\text{m}$ であった。

* 技術研究所新材料研究室, 工博

* 2 技術研究所新材料研究室

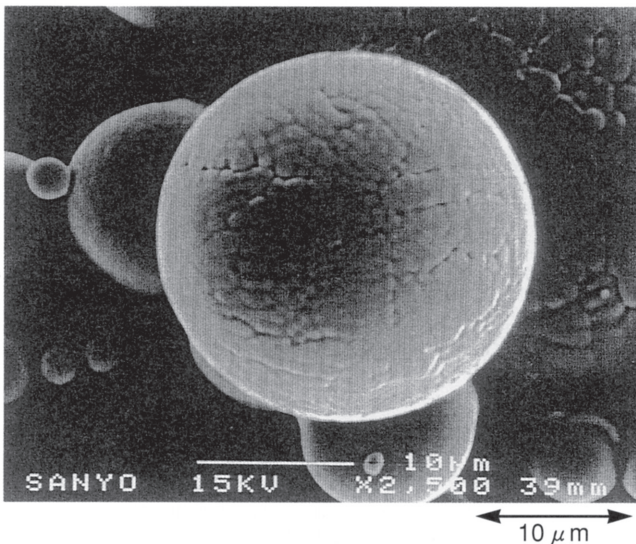
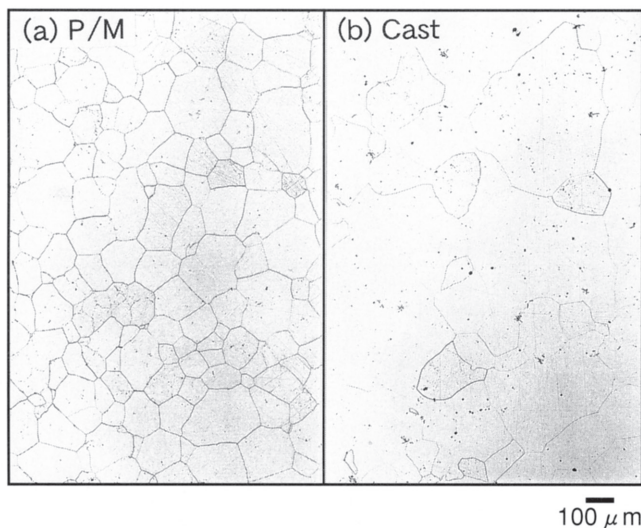


Fig.1 SEM image of Fe-Si-Al gas atomized powder.

3・2 成形材の組織

粉末からの固化成形材および鋳造材の光学顕微鏡組織をFig. 2に示す。粉末からの固化成形材は約100 μmの大きさの結晶組織を有しており、鋳造材の結晶組織よりも非常に微細かつ均一である。また粉末からの成形材には鋳造欠陥などのマクロ的な欠陥は認められなかった。

アルキメデス法により測定した密度は6.94Mg/m³であり、粉末X線回折により測定した格子定数から算出した密度と一致し、粉末成形材は100%の充填密度に達していることが明らかになった。

Fig.2 Optical micrographs of the Fe-Si-Al alloy.
(a) P/M (b) Cast

3・3 組成均一性

粉末からの固化成形材および鋳造材について、EPMAによる成分偏析の測定結果をFig. 3に示す。鋳造材においてはSiとAlの偏析の程度は約1%と測定され、Si濃度の高い部分はAl濃度が低く、Si濃度の低い部分はAl濃度が高いという

挙動が認められた。この鋳造材と比較して粉末からの固化成形材は組成均一性が非常に優れていることがわかった。

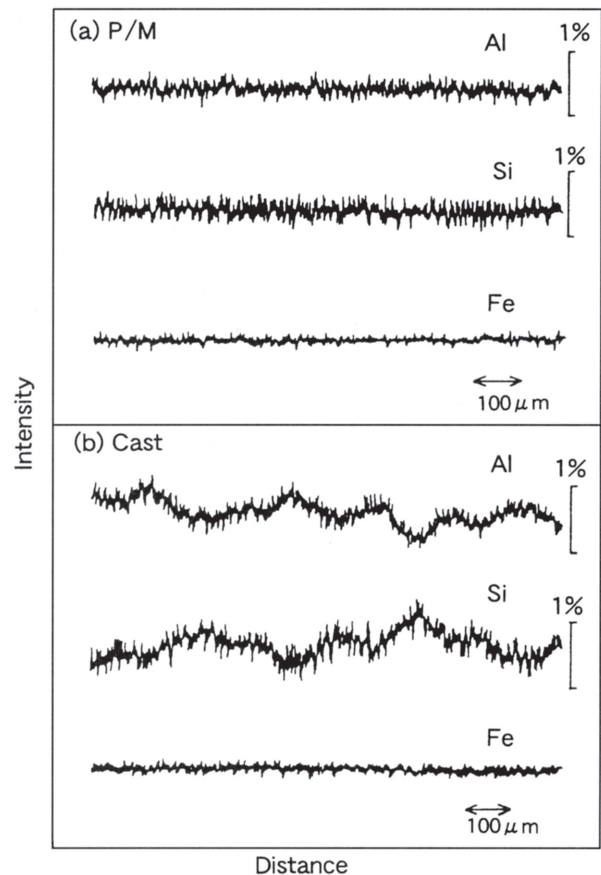


Fig.3 Profiles of Kα radiation intensity of each constituent element for the Fe-Si-Al alloy obtained by EPMA.

3・4 熱間圧縮加工性

定常変形に関するDornの式⁶⁾は(1)式で表される。

$$\dot{\epsilon} = \frac{AGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \dots (1)$$

$\dot{\epsilon}$: ひずみ速度, A: 無次元の定数,
 G: 剛性率, b: バーガースベクトル,
 k: ボルツマン定数, d: 結晶粒径,
 p: 結晶粒度指数 (2~3),
 σ : 流動応力, n: 応力指数,
 D_0 : 頻度因子, Q: 活性化エネルギー,
 T: 絶対温度, R: ガス定数

この式より、結晶粒度指数は2~3であるので、結晶粒径を1桁小さくすると、2~3桁大きなひずみ速度でも塑性加工が可能になることが期待されている⁷⁾。また応力指数は1~2であり、小さな流動応力での塑性加工が期待でき、微細組織の利用および粒成長の抑制が重要である。このことから先に示したように、脆性材料とされていたFe-Si-Al合金についても微細均一な結晶組織を有し、組成的にも均一性に優れた粉末からの固化成形材は、塑性加工性が大幅に改善していると考えられる。

Fe-Si-Al合金ガスアトマイズ粉末の固化成形材より、8

mm^φ×12mm^ℓの試料を切り出し、真空中で種々の温度およびひずみ速度で熱間圧縮加工試験を行った⁹⁾。粉末固化成形材および鑄造材の熱間圧縮加工試験における応力-ひずみ曲線をFig.4に示す。粉末成形材の圧縮加工時の降伏応力は鑄造材と比較して低いことがわかった。その圧縮加工試験における種々のひずみ速度での降伏応力の温度依存性をFig.5に示す。熱間圧縮加工試験においては、加工温度の上昇に伴い、降伏応力は急激に減少し、また同一の温度ではひずみ速度が大きくなるに伴い、降伏応力は増大した。Fe-Si-Al合金の熱間圧縮加工特性に関しては、花田らの単結晶および多結晶の鑄造材を用いた研究^{9)~11)}があり、ひずみ速度が $1.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1} \sim 1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の低ひずみ速度領域で熱間圧縮加工が可能であることが示されているが高ひずみ速度領域で加工できたという報告例はない。本研究での熱間圧縮加工性における降伏応力のひずみ速度ならびに温度依存性は鑄造材に関する花田らの報告と同様の挙動を示した。

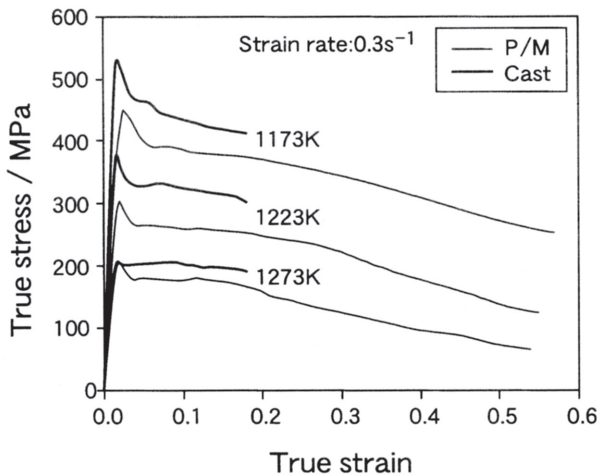


Fig.4 Compressive stress-strain curves for the Fe-Si-Al alloy tested at various temperatures.

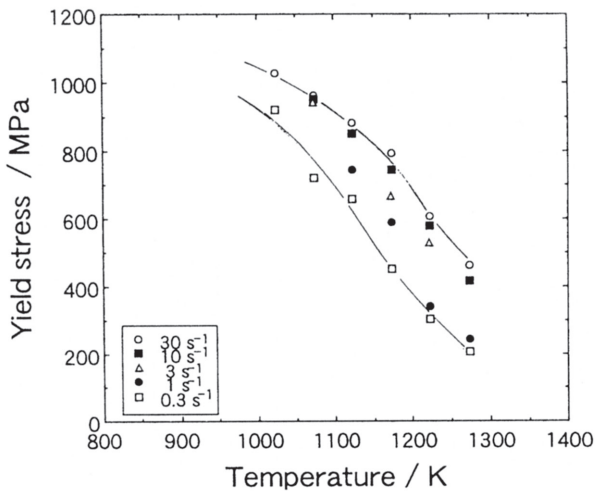


Fig.5 Temperature dependence of compressive yield stress for the Fe-Si-Al alloy tested at various strain rates.

本研究で作製した固化成形材について、ひずみ速度 $3.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 、加工量40%の条件で973K~1273Kの範囲で熱間

圧縮加工試験を行ない、圧縮加工試験後の試料の中央部を圧縮方向に切断し、その組織を光学顕微鏡により観察した。その光学顕微鏡組織をFig.6に示す。973K~1173Kの範囲では圧縮応力の方向に垂直な方向に変形した組織が観察された。結晶粒界には微細結晶の再結晶粒が現われており、温度の上昇に伴い再結晶粒は粗大化していた。さらに1223K以上の温度では粒界および粒内全体が再結晶し、粒の粗大化が生じているが、その粒径は加工前の結晶粒径よりも小さな状態にある。またこの圧縮加工時に粗大化した再結晶粒は等方的であった。

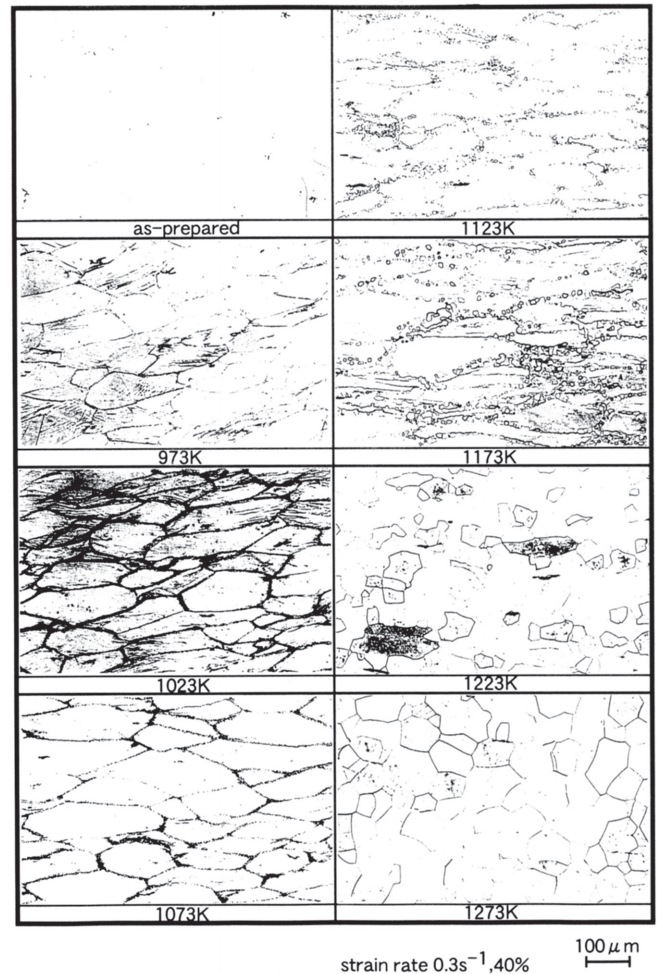


Fig.6 Optical micrographs of the Fe-Si-Al alloy subjected to compressive test at various temperatures.

比較のために鑄造法により作製した試料についても熱間圧縮加工試験を行った。ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 、加工量20%の条件で温度1073K~1273Kの範囲で行った。加工後の試験片の中央部を圧縮方向に切断し、その組織を光学顕微鏡で観察した結果をFig.7に示す。1073K~1173Kの温度範囲では圧縮応力の方向に垂直な方向に伸びた組織が観察された。また固化成形材の場合に観察されたのと同様に、粒界には微細結晶の再結晶粒が観察された。さらに高温の1223Kおよび1273Kの圧縮加工では粒界のみならず粒内全体が等方的な再結晶粒に変化していることが確認された。

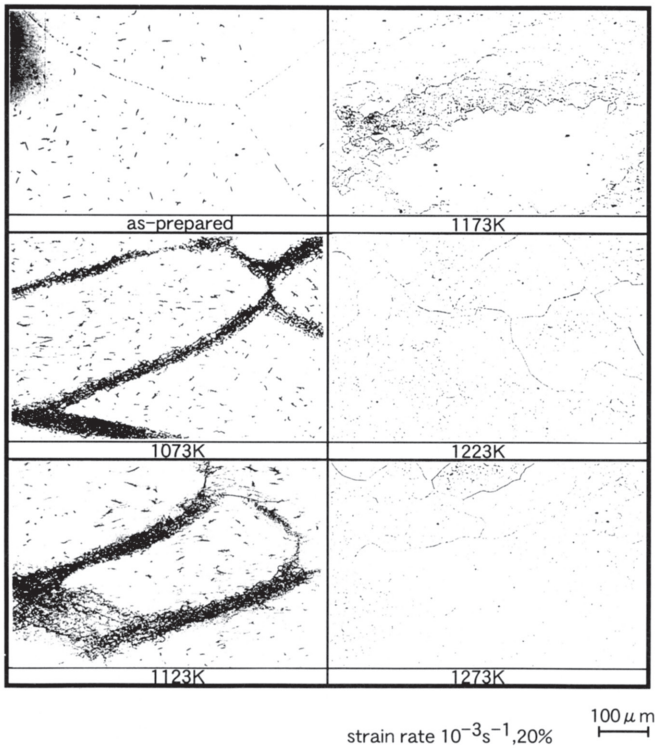


Fig.7 Optical micrographs of the Fe-Si-Al alloy subjected to compressive test at various temperatures.

Fe-Si-Al合金ガスアトマイズ粉末から得た固化成形材の熱間圧縮加工可能領域を明らかにするために、先に示した熱間圧縮試験後の試料において割れの有無を確認することによって、割れることなく健全に加工できる熱間加工領域を明らかにした。加工率40%での圧縮加工試験結果をFig. 8に示す。図中×印は試料に割れが確認されたことを、一方、○印は割れることなく健全に圧縮加工できたことを示し、実線は割れを生じることなく加工できた限界の条件を示している。加工率20%、40%、60%で圧縮加工した場合のこの限界の条件をFig. 9にまとめて示す。Fe-Si-Alガス

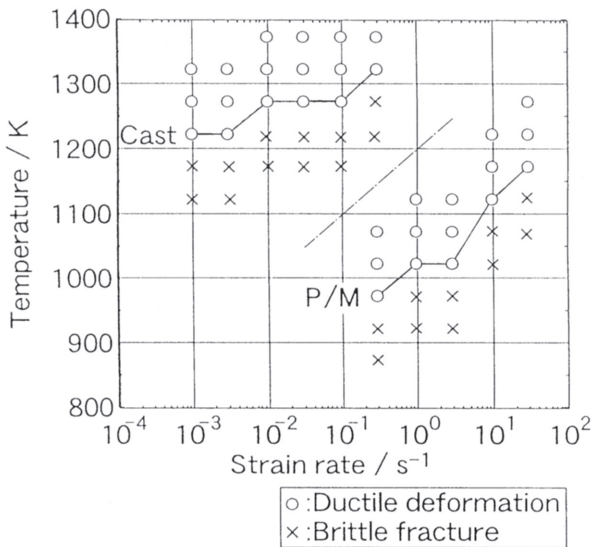


Fig.8 Deformability for the Fe-Si-Al alloy subjected to compressive deformation to 40% reduction in height at various temperatures and strain rates.

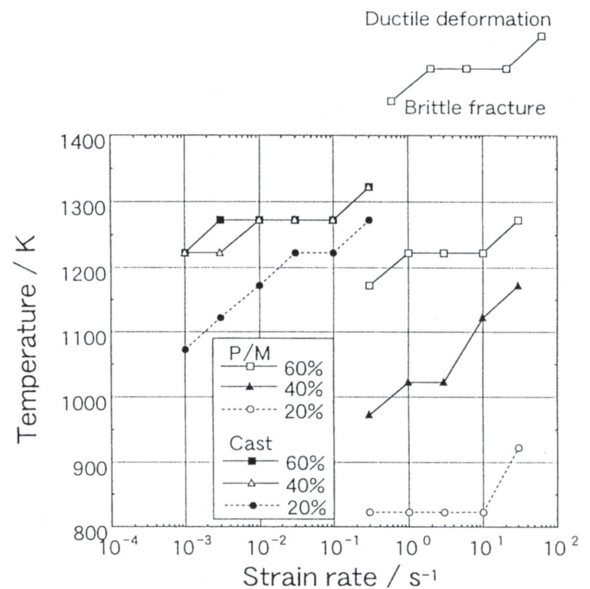


Fig.9 Deformability for the Fe-Si-Al alloy subjected to compressive deformation at various temperature and strain rates.

アトマイズ粉末から得た固化成形材の熱間圧縮加工性は、鋳造材の熱間加工性と比較して、2~3桁大きなひずみ速度で、またより低温度領域においても健全に圧縮加工を行うことが可能であり、非常に広い範囲で熱間圧縮加工できることが明らかになった。

定常変形においては、(2)式の状態方程式が適用される。

$$\dot{\epsilon} = B\sigma^n \exp(-Q/RT) \quad \dots (2)$$

$\dot{\epsilon}$: ひずみ速度, σ : 応力, n : 応力指数,
 B : 定数, Q : 活性化エネルギー,
 R : ガス定数, T : 絶対温度,

この状態方程式から求めた活性化エネルギーは390kJ/molとなり、単結晶での活性化エネルギー540kJ/mol⁹⁾と比較して小さい値を示した。変形時の拡散・転位・粒界移動のなかで、拡散・転位の挙動は単結晶・多結晶とも差はないと考えられる。また微細組織を有するガスアトマイズ粉末からの固化成形材の塑性変形後には、微細な再結晶粒が粒界に見られることから、固化成形材の変形における活性化エネルギーの差異は粒界移動が支配的であるためと考えられる。

4. 結言

Fe-Si-Al合金のガスアトマイズ粉末から作製した100%密度の成形材について熱間圧縮加工性を評価した。従来から脆性材料とされていたFe-Si-Al合金についても、本研究におけるような微細均一な組織を有し、偏析のない高充填密度の成形材を作製することにより、従来不可能であった高ひずみ速度下でも塑性加工が可能となることが明らかになった。

文 献

- 1) 磁性体ハンドブック：近角聡信，太田恵三，安達健五，津屋 昇，石川義和編，(1980)，p.1080 [朝倉書店]
- 2) 金子秀夫，本間基文：磁性材料，(1977)，p.203 [日本金属学会]
- 3) R. M. Bozorth：Ferromagnetism，(1951)，p.95 [D.Van Nostrand Co., Inc.]
- 4) 増本 量，山本達治：日本金属学会誌，1 (1937)，p.127
- 5) 柳谷彰彦，村上雅英，柳本 勝，田中義和：日本金属学会会報，30 (1991)，p.551
- 6) A. K. Mukherjee, J. E. Bird and J. E. Dorn: Trans. ASM, 62 (1969) ,p.155
- 7) 古城紀雄：塑性と加工，35 (1994)，p.312
- 8) A. Yanagitani, N. Tsuji, N. Katayama, G. Abe and Y. Tanaka : Powder Metallurgy World Congress, 1 (1994)，p.2129
- 9) 花田修治，渡辺貞夫，佐藤 敬，和泉 修：日本金属学会誌，45 (1981)，p.1279
- 10) 花田修治，佐藤 敬，渡辺貞夫，和泉 修：日本金属学会誌，45 (1981)，p.1285
- 11) 花田修治，佐藤 敬，渡辺貞夫，和泉 修：日本金属学会誌，45 (1981)，p.1293