

## 討13 急冷凝固した Fe-Ni-Cr系合金の組織について

京都大学 工学部  
大学院

梅本 実, 田村 今男  
○ 虫明 守行

### 1. 緒言

金属を急冷凝固させることは、アモルファス金属作製的手段であるのみならず、結晶質合金に対しても、結晶粒の微細化、マクロ偏析の除去、固溶限の拡大、準安定相の形成などにより顕著な性質の変化をもたらすことが報告されている<sup>1)</sup>。それゆえ、急冷凝固が結晶質合金に与える効果を詳細に検討することは、新たな鉄鋼材料開発の上で非常に有益であると考えられる。本研究は、鉄合金の中でも代表的な Fe-Cr-Ni系合金をとりあげ、単ロール急冷凝固法によって形状の良好なりボン作製の条件を明らかにするとともに、得られたりボンの組織の特徴を明らかにすることを目的としておこなった。

### 2. 実験方法

本研究で使用した合金は、Fe-Cr, Fe-Ni 2元系を含めて14種類の Fe-(0~32)Cr-(0~31)Ni合金である。Fig. 1は本研究で使用した単ロール急冷凝固装置の模式図である。透明石英管で作ったノズルを使用し、5~10gの棒状試料を高周波加熱コイルによりAr雰囲気中で溶解した。ノズルの直径は合金に合わせて1.0~2.5mmの間で変化させた。また、ノズル先端の溶湯の酸化を防ぐためノズルの外側をAr雰囲気にした。試料は加熱開始後約50秒で溶解の後、温度が定常になるまで約30秒間保持した。その後ノズルをロール直上1.0mmまで急降下させ、1.0~2.0 kg/cm<sup>2</sup>のArガス圧によって溶湯を射出した。ロールの材質はSUS304ステンレス鋼、ロール直径750mm、ロール回転数1080rpm(周速約42m/s)である。作製した試料は光学顕微鏡, SEMにより観察し、相の同定はX線回折によりおこなった。

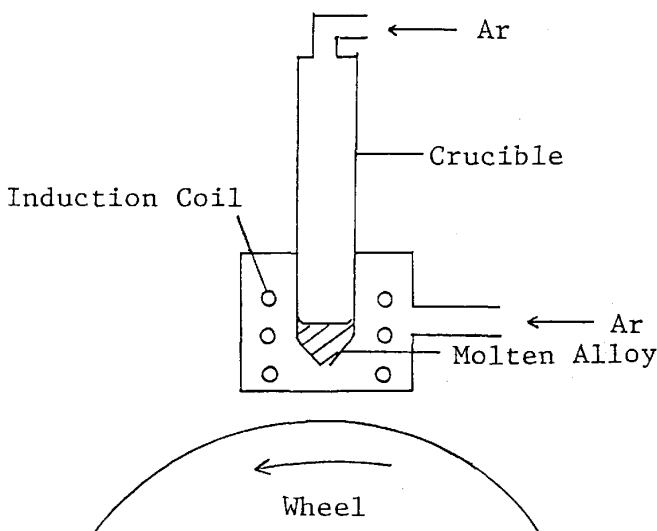


Fig. 1 Schematic drawing of the melt spinning apparatus used in the present study.

### 3. 実験結果ならびに考察

#### 3.1 急冷凝固材の作製条件

Table 1に各試料の石英管との反応の大小、ロールとのなじみ、溶湯の射出に適したノズル径とガス圧、できたりボンの幅と厚み(良好なりボンができたもののみ)をまとめて示す。透明石英ノズルを使った単ロール急冷凝固法においては、溶湯と透明石英との反応が溶湯の射出の難易に密接に関係しており非常に重要である。ノズルの径は合金組成によって適正な範囲が存在する。径が小さすぎると射出の際につまってしまう。径が大きすぎると射出前に自重落下してしまう。最小径を決めるのは溶湯と石英管/ノズルとの反応で、最大径を決めるのは溶湯の表面張力である。したがって、石英管との反応が小さく、表面張力が大である合金が射出可能なノズル径範囲が広く射出に関しては望ましい。本研究で使用した合金では、Cr濃度が13%より高い合金で石英管との反応が激しく、したがって射出が困難であった。良好なりボンを得るためには、ロール上に安定したパドルが形成されることが必要である。安定したパドルが形成されるかどうかは、溶湯とステンレスロールとのなじみの良し悪しで決まると考えら

Table 1 Ribbon production conditions and the thickness and width of the products.

Alloy	Reaction with Quartz Crucible	Wettability	Orifith Diameter (mm)	Ejection Gas Pressure (kg f/cm <sup>2</sup> )	Ribbon Width (mm)	Ribbon Thickness (μm)
Fe-32Cr-8Ni	large	good	2.5	2.0	4.0	52
Fe-30Cr-11Ni	large	good	2.5	2.0	4.5	40
Fe-25Cr-6Ni	large	good	2.0	2.0	4.3	47
Fe-24Cr-14Ni	large	good	2.0	2.0	4.9	57
Fe-20Cr-31Ni	large	good	1.6	2.0	4.5	40
Fe-20Cr-23Ni	large	good	1.6	2.0	4.0	44
Fe-18Cr-9Ni	large	bad	1.6	1.0	—	—
Fe-15Cr-10Ni	large	good	1.6	2.0	3.9	42
Fe-13Cr-11Ni	large	good	1.6	2.0	5.0	40
Fe-19Cr	large	good	1.6	2.0	—	—
Fe-27Ni-1Cr	small	bad	1.0	2.0	—	—
Fe-9Ni	small	bad	1.0	2.0	—	—
Fe-15Ni	small	bad	1.0	2.0	—	—
Fe-33Ni	small	bad	1.0	2.0	—	—

れる。Table 1 に示す本研究の結果では、Cr量が13%より多いものはロールとのなじみが良いが、それ以下のものはあまり良くないことがわかった。ここで一つ注目すべき事は、ロール材質と同じ18-8ステンレス鋼の溶湯はなじみが悪いということである。このことは、組成の少し異なるFe-24Cr-14NiやFe-15Cr-10Ni合金がロールとのなじみが非常に良いことと比較して、きわめて特徴的である。

### 3.2 急冷凝固材の形状および組織の特徴

Photo. 1 は Fe-15Cr-10Ni 合金の急冷凝固リボンの自由表面を実体顕微鏡により観察したものである。左側がリボンの先方で、右側が後方である。リボンの全幅にわたって筋状の凹凸が、後方に向かって少し広がり気味に、約0.2~0.5 mmの間隔で観察される。このような筋状組織は、他のすべてのFe-Cr-Ni合金リボンにおいても観察された。

次に良好なりボンの得られた8種類のFe-Cr-Ni系合金リボンにおける相の同定をX線回折により行った。これらFe-Cr-Ni系合金では、fccとbccの2つの相だけが認められた。Fig. 2はこれらの結果をFe-Cr-Ni三元組成図上にまとめて示したものである。アンダーラインを施したものが主な相である。組成図上には液相面の谷も示してあるが、通常の徐冷凝固の場合、初晶としてfcc相が出るNi側では急冷凝固材においてもfcc相が多く、bcc相が出

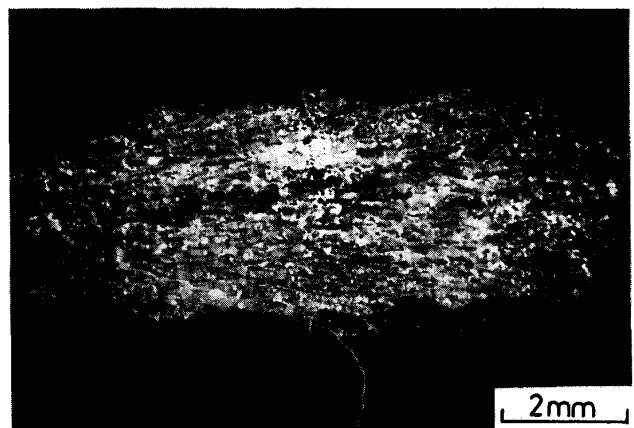


Photo.1 Optical micrographs showing the free surface of the rapidly solidified Fe-15Cr-10Ni alloy.

るCr側ではbcc相が多いことがわかる。

さて、急冷凝固リボンは凝固による集合組織を呈することが予想される。Fig. 3はbcc単相に近いFe-32Cr-8Ni合金とfcc単相のFe-15Cr-10Ni合金の2θが40~120°の範囲の回折結果である。bccの(110)(200)(211)のピークおよびfccの(111)(200)(220)(311)のピークが認められる。今結晶方位がランダムな場合、それらのピークの相対強度は、bccの場合100:15:40であり、fccの場合100:45:26:30である。これに対して急冷凝固材での相対強度はFe-32Cr-8Ni合金では100:28:27、Fe-15Cr-10Ni合金では100:83:19:29であり、両相とも(200)

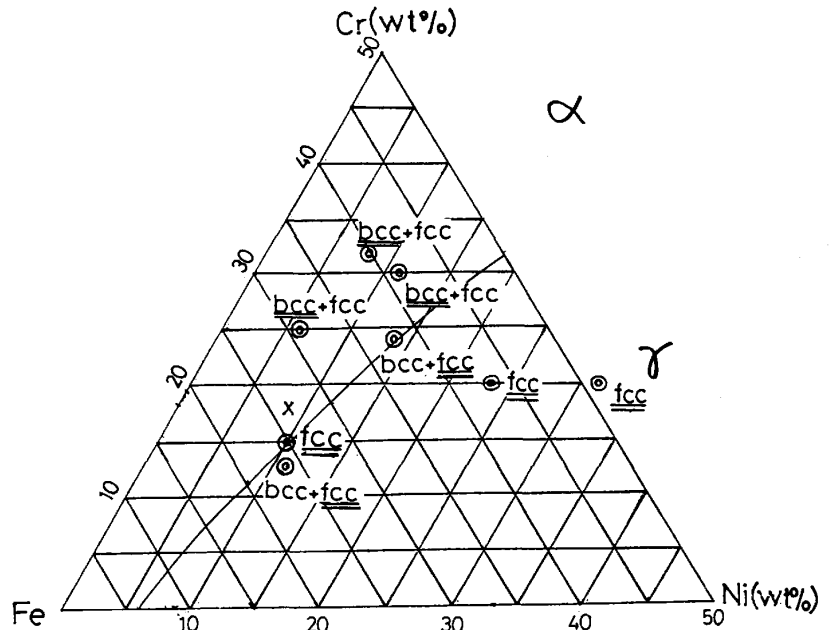


Fig. 2 Ternary diagram showing the phases of rapidly solidified Fe-Cr-Ni alloys.

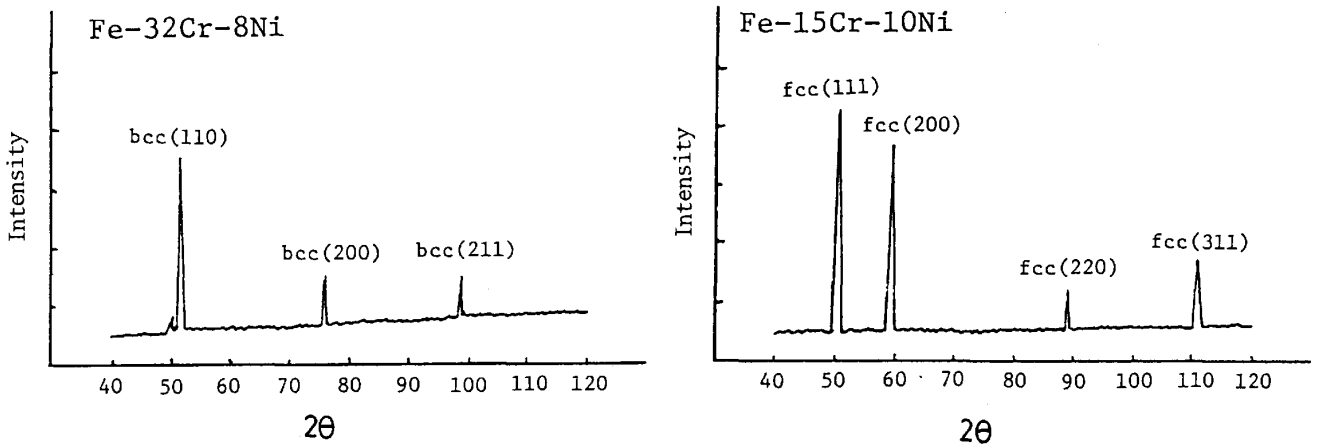


Fig. 3 X-ray diffractograms for rapidly solidified alloys showing (200) texture.

の集合組織が発達しているのがわかる。

Photo. 2はFe-Cr-Ni合金の代表的光学顕微鏡組織を示す。(a)はリボンの横断面、(b)はリボンの表面に平行な面である。(a)ではロール面が下になるように配置してあるが、ロール面近くでは二次アームのないセルラーデンドライトが生成しており、厚さの中央部より上側で等軸粒が生成している。(b)のリボン表面に平行な面の組織写真から粒径が測定できるが、Fe-Cr-Ni合金においてはどの合金においても粒径はほぼ一定で3~7μmの範囲に入っていた。

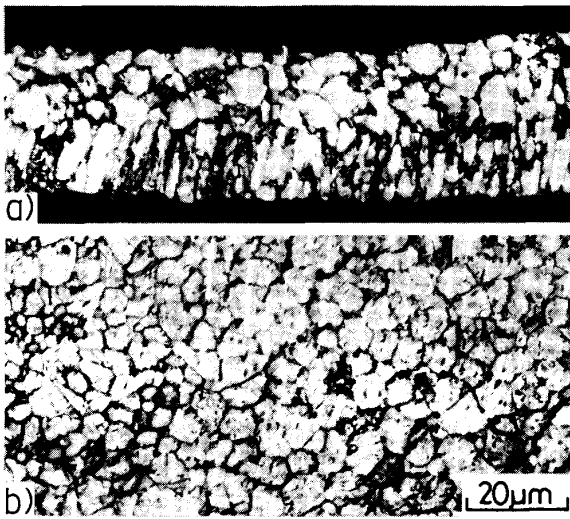


Photo.2 Optical micrographs of the as rapidly solidified Fe-32Cr-8Ni alloy. (a) longitudinal cross-section, (b) section parallel to roll face.

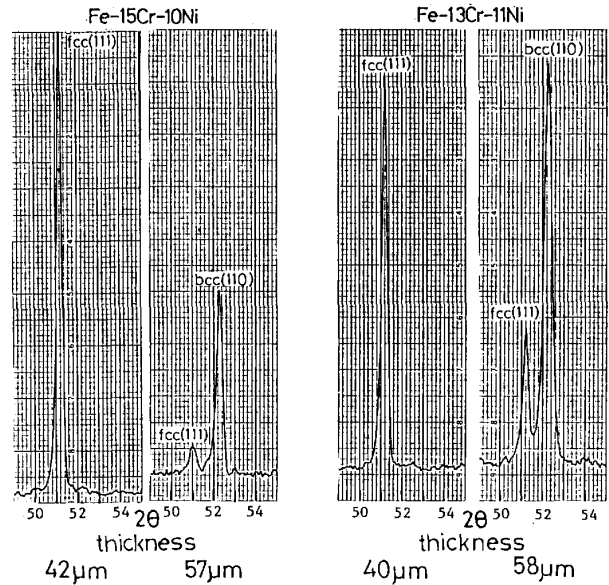


Fig.4 X-ray diffractograms of rapidly solidified alloys.

### 3.3 生成相に対する冷却速度の効果

Vitekら<sup>2)</sup>は type 308 のステンレス鋼 (20.5Cr-10.5Ni) でスプラットした試料を観察し、冷却速度により生成する相が異なることを報告している。この type 308 鋼は、液相面の谷、つまり Ni 側の fcc 相の液相面と Cr 側の bcc 相の液相面との交線に近い組成である。そこで本研究では、液相面の谷に近い Fe-15Cr-10Ni, Fe-13Cr-11Ni 合金を使い、生成相に対する冷却速度の影響を調べた。冷却速度の変化は試料の厚みを変化させることによって得たが、Fig. 4 は各合金においてリボン厚さが異なる場合の X 線回折結果を示している。両合金とも板厚の薄い場合はほぼ fcc 一相であったものが、板厚が厚くなることによりほぼ bcc 一相へと大きく変化しているのがわかる。

### 4. 結言

単ロール急冷凝固法を使って種々の Fe-Cr-Ni 合金を急冷凝固させ、得られるリボンの形状や組織の観察をおこなった。得られた主な結果は次のとおりである。1) 透明石英管ノズルを使った単ロール急冷凝固法においては、リボン作製の難易は合金により大きく異なる。Fe-Cr-Ni 合金では Cr 量が少ないと溶湯がノズルから自重落下しやすくまたロールとのなじみも悪いが、Cr 量が多くなるとロールとのなじみが良くなるがノズルと反応しやすく溶湯の射出が困難となる。2) 急冷凝固した Fe-(13~32)Cr-(6~31)Ni 合金は fcc または bcc 単相もしくは fcc と bcc の 2 相組織であり、両相とも (200) の集合組織を示した。ロール面近くでは 2 次アームのないデンドライト組織、自由表面近くでは等軸粒組織で、粒径は 3~7µm と微細であった。3) 液相面の谷に近い Fe-15Cr-10Ni, Fe-13Cr-11Ni 合金では、リボン厚さが 40µm 前後の場合はほぼ fcc 相一相であったものが、リボン厚さが 57µm 前後になるとほぼ bcc 相単相になった。このように液相面の谷に近い合金では冷却条件により生成する相が大きく変化する。

最後に本研究の遂行に有益な助言を賜りました京都大学工学部新宮秀夫教授に感謝いたします。

### 文 献

1. R.W.K. Honeycombe : RQ3, I (1978) 73.
2. J.M. Vitek, A. Dasgupta and S.A. David : Met. Trans. 14A (1983) 1833.