

専攻	材料システム工学	学籍番号	853204	指導教官氏名	岡根 功教授
申請者氏名	五日市 剛				小林 俊郎教授
					梅本 実助教授

## 論文要旨

論文題目	Characterization of Al-Ni-Ti Alloys and RE-Fe-N Compounds Produced by Mechanical Alloying. (メカニカルアロイング法で作製したAl-Ni-Ti合金とRE-Fe-N化合物の特性)
------	---

(要旨 1,200字以内)

メカニカルアロイング(MA)法によって作製した合金粉末の特性に及ぼすMA条件および熱処理の影響について、以下に示すAl-Ni-Ti各2元系および3元系と希土類-鉄系材料を取り上げ検討した: (1)Ni-Ti系、(2)Al-Ni系、(3)Al-Ti系、(4)Al-Ni-Ti系、(5)Sm-Fe系、および(6)Nd-TM(遷移金属)-Fe系。得られた結果の要点は、次の通りである。

(1) Ni-Ti系でMAを行った結果、 $Ni_{75}Ti_{25}$ 組成では少量のアモルファス相とNi過飽和固溶体が、また10~50 at.%Tiの組成範囲でアモルファス単相が得られた。 $Ni_{50}Ti_{50}$ 組成で得られたアモルファス相を加熱すると、まずB2構造のNiTi化合物が、さらに高温ではNiTi<sub>2</sub>とNi<sub>3</sub>Ti化合物が認められた。この現象はNiTiをメカニカルグラインディング(MG)して得たアモルファス材においても見られ、同組成における共析反応の存在が確認された。焼結体の組織、密度および硬度は、MA時間の増加とともに向上した。焼結に対する最適なMA時間は、 $Ni_{33}Ti_{67}$ 、 $Ni_{50}Ti_{50}$ 、および $Ni_{75}Ti_{25}$ 組成において、いずれも360ks以上であった。

(2) Al-Ni系でMAを行った結果、 $Al_{25}Ni_{75}$ 組成ではNi過飽和固溶体、 $Al_{50}Ni_{50}$ 組成ではAlNi化合物、 $Al_{75}Ni_{25}$ 組成(および $Al_3Ni$ 化合物のMG)では準安定AlNi化合物が生成した。MA後の $Al_{25}Ni_{75}$ および $Al_{75}Ni_{25}$ 粉末を高温に加熱すると、それぞれの組成に対応した金属間化合物( $AlNi_3$ 、 $Al_3Ni$ )に変態した。焼結(焼結温度:973K)に対する最適なMA時間は、 $Al_{25}Ni_{75}$ 組成では72ks~180ks、 $Al_{50}Ni_{50}$ 組成では約100ks、 $Al_{75}Ni_{25}$ 組成では180ks~360ks付近であることが認められた。

(3) Al-Ti系でMAを行った結果、 $Al_{25}Ti_{75}$ 組成では少量のアモルファス相を含むTi過飽和固溶体、 $Al_{50}Ti_{50}$ 組成ではアモルファス単相、 $Al_{75}Ti_{25}$ 組成ではアモルファス単相を経てAl過飽和固溶体、AlTi化合物、Ti相、アモルファス相の4つの相が観察された。また、ミル容器の気密性を低下させてMAを行った結果、 $Al_{25}Ti_{75}$ 組成ではアモルファス相を経てTiN(B1構造)が生成することを見出した。各MA粉末を高温に加熱すると、それぞれの組成に対応した金属間化合物( $AlTi_3$ 、AlTi、 $Al_3Ti$ )に変態した。焼結に対する最適なMA時間は、 $Al_{25}Ti_{75}$ 組成では約360ks、 $Al_{50}Ti_{50}$ 組成では720ks以上、 $Al_{75}Ti_{25}$ 組成では360ksと720ksの間付近であることが認められた。

(4) Al-Ni-Ti 3 元系において、as MAでアモルファス相、AlNi化合物(不規則相も含む)、および(過飽和)固溶体の生成が認められた。MA時間の増加と共にアモルファス相が生成する組成領域が拡張し、MA360ksで0~20at.%Al, 20~40at.%Ni, 50~80at.%Ti, MA1800ksで0~60at.%Al, 0~60at.%Ni, 30~80at.%Tiの組成範囲でアモルファス単相を得た。また、これに対し、 $Al_{50}Ni_{50}$ 組成付近でのAlNi化合物の生成組成領域、およびNiリッチ側でのNi固溶体の生成領域は360ks以上のMAではほとんど変化はなかった。急冷凝固法によるアモルファス相の生成領域は、MA360ksの結果とほぼ一致した。3 元系化合物に対応した化学量論組成でMAした粉末において、加熱後に化合物単相が得られたのは $AlNi_2Ti$ のみであった。15~53at.%Al, 5~45at.%Ni, 15~65at.%Ti組成のMA粉末において、 $E9_3$ 構造を持つ未知相が昇温中生成した。この相は、比較的低温で安定であり、MAによって導入された高密度の格子歪と超微細結晶粒組織が固相拡散を促進した結果生じたものと思われる。

(5) Sm-Fe系でMAを行った結果、アモルファスと $\alpha$ -Feとの混合相が観察された。Sm組成の増加と共にアモルファス相の割合が増加し、逆に $\alpha$ -Fe相は減少した。MA後1023Kまで加熱すると、 $Sm_{15}Fe_{85}$ 組成で $Sm_2Fe_{17}$ 化合物単相が得られた。その後の窒化処理の結果、MA時間の増加と共に保磁力が増加する傾向が認められ、MA1080ksでは1344kA/mの保磁力を示した。しかし、その後のMA時間の増加と共に保磁力は低下し、保磁力に対する適切なMA時間が存在することが認められた。

(6) Nd-TM(TM=Ti,V,Cr,Mo,Cr-Mo,Mo-Ti)-Fe系でMAを行い、その後加熱処理および窒化処理を行った結果、 $ThMn_{12}$ 構造の窒化物が得られた組成は $Nd_{11}Cr_{15}Fe_{74}$ ,  $Nd_{11}Mo_{15}Fe_{74}$ ,  $Nd_{11}Cr_{7.5}Mo_{7.5}Fe_{74}$ ,  $Nd_{11}Mo_4Ti_4Fe_{81}$ , および $Nd_{11}Mo_{7.5}Ti_{7.5}Fe_{74}$ であった。 $Nd_{11}Mo_{15}Fe_{74}$ および $Nd_{11}Cr_{7.5}Mo_{7.5}Fe_{74}$ 合金において、500kA/mおよび450kA/mの比較的高い保磁力が得られた。 $Nd_{11}Mo_{15}Fe_{74}$ 合金における窒化後の粉末粒径は0.5~2 $\mu$ m、結晶粒径は100nm以下であることがTEM観察およびX線回折から分かった。このことから、高い保磁力が得られた原因として、結晶粒径が単磁区サイズよりも小さくなったためと考えられ、このことはSm-Fe系についても同様のことがいえる。