

Title	時間分解X線イメージングによる過共晶鋳鉄およびNi基合金の凝固形態の解明
Author(s)	山根, 功士朗
Citation	大阪大学, 2015, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/52140">https://hdl.handle.net/11094/52140</a>
rights	
Note	やむを得ない事由があると学位審査研究科が承認したため、全文に代えてその内容の要約を公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

## 論文内容の要旨

氏 名 ( 山 根 功 士 朗 )

## 論文題名

時間分解X線イメージングによる過共晶鋳鉄およびNi基合金の凝固形態の解明

## 論文内容の要旨

高融点合金の凝固組織形成に関する研究では、これまで凝固後の組織観察が行われてきたが、獲得できる情報が限られた。本研究では、この課題を克服できるX線イメージング法によるその場観察を行い、球状黒鉛鋳鉄(以下、Mg添加過共晶鋳鉄)とNi基合金について凝固組織形成の機構を明らかにすることを目指した。

1章では、背景、X線イメージング技術の変遷、その場観察例、本研究の目的についてまとめた。

2章では、Mg添加過共晶鋳鉄中のMgが初晶グラファイト成長に与える影響を述べた。同一試料に対して溶解・凝固を繰り返し、Mgの蒸発による液相中のMg濃度の低下を利用した。Mgの減少とともに初晶グラファイトの成長温度範囲は大きくなった。核生成直後の初晶グラファイトは球形状であり、粒径が30 $\mu\text{m}$ になるまでその形状を維持した。

3章では、過共晶鋳鉄中の初期Mg量が初晶グラファイトの成長に与える影響を述べた。2章の観察に比べて、空間分解能の高い観察が可能なビームラインを利用した。初期Mg量は0.05mass%と0.002mass%の2試料(以下、0.05Mgと0.002Mg)とした。初晶グラファイトの成長温度範囲は、0.05Mgでは2-5K、0.002Mgでは20Kであった。さらに、マクロには球形状の初晶グラファイトは、複数の板状のグラファイトにより構成されていた。Mg量が少なく成長温度範囲が大きい場合、板状のグラファイトの不均一な成長が起こり、結果として、初晶グラファイトは片状に遷移した。

4章では、Mg量が過共晶鋳鉄の相平衡関係に与える影響を述べた。0.002Mgと0.05Mgを同時に加熱し、溶融過程をその場観察した。示差熱分析の結果と併せると、0.002Mgに比べ0.05Mgの液相線温度と共晶温度の温度差は小さくなり、500ppm程度のMg量が相平衡関係に与える影響を明らかにした。

5章では、その場観察に用いたMg添加過共晶鋳鉄と工業的に製造された球状黒鉛鋳鉄中の球形状グラファイトの結晶学的特徴を述べた。EBSDによる解析の結果、球形状のグラファイト中のグラファイト結晶のc軸は、グラファイト表面の法線方向に向く傾向があった。いずれの試料の球形状のグラファイトも同じ成長機構であることを明らかにした。

6章では、組成の異なるNi基合金(JISG4902相当材およびJISH4561相当材、以下Alloy AおよびAlloy B)のデンドライト成長形態を述べた。Alloy AはAlloy Bに比べて分配係数の小さいNbを3.6mass%含有している。いずれの合金でも凝固が進むにつれて2次アームの合体による粗大化が生じた。2次アームの合体後、Alloy Bでは明確な2次アームはなくなったが、Alloy AではAlloy Bと比較しておよそ5倍の凝固時間にわたりアーム間に液膜が残存した。X線イメージングにより、凝固欠陥に結びつくアーム間の残留液相の挙動を定量的に評価した。

7章は結言とした。実用合金の凝固過程を直接的、かつ、定量的に観察した成果は、凝固モデルの構築や生産プロセスの新たな改善の指針になると考えられる。

## 論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 ( 山 根 功 士 朗 )			
	(職)	氏 名	
論文審査担当者	主 査	准教授	吉矢 真人
	副 査	教 授	菅沼 克昭
	副 査	教 授	竹内 栄一
	副 査	教 授	安田 秀幸 (京都大学大学院工学研究科)
	副 査	教 授	南埜 宜俊
	副 査	教 授	浅田 稔
	副 査	教 授	平田 勝弘
	副 査	教 授	中谷 彰宏

## 論文審査の結果の要旨

実用合金の凝固現象に関する研究は、凝固完了後の組織観察が主な手法であったが、この手法では獲得できる凝固過程に関する情報は限られている。工業的分野において、実用合金の凝固過程の組織制御手法は経験値に基づいたものも多く、新たな知見に基づいた組織制御手法の確立が望まれる。そこで、本論文では時間分解・その場X線イメージングにより、実用合金の凝固過程のその場観察を行い、凝固過程における直接的な情報の取得を行っている。対象とした実用合金は、球状黒鉛鋳鉄(以下、Mg添加した過共晶鋳鉄)とNi基合金とした。本論文の成果を以下にまとめる。

第2章では、0.04mass%Mgを添加した過共晶鋳鉄に溶解・凝固を繰り返すことで定性的にMg量が過共晶鋳鉄の凝固過程に与える影響について議論している。Mg量の減少は、グラファイトの単独成長温度範囲を増加させることと、核生成数を減少させることを明らかにしている。

第3章では、初期Mgの異なる2つの過共晶鋳鉄試料(0.05mass%と0.002mass%)のその場観察を、第2章よりも空間分解能の高いビームラインにて行っている。球形状のグラファイトは複数の板状のグラファイトから構成され、凝固過程で板状グラファイトの成長速度差が大きくなることで球形状のグラファイトはマクロに片状へと遷移することを明らかとしている。また、グラファイトの単独成長温度範囲は、0.002mass%試料に比べ0.05mass%試料の方が小さいことも明らかとしている。

第4章では、Mgの影響が、速度論的效果と熱力学的効果のいずれであるかを明らかにするため、時間分解X線イメージングを利用した示差分析と熱分析の測定結果について議論している。Mgは過共晶鋳鉄の共晶点を炭素側にシフトさせることで、共晶線と液相線の温度差を小さくすると考えられ、熱力学的効果があることを明らかとしている。

第5章では、その場観察で観察された球形状のグラファイトと工業的に製造されている球状黒鉛鋳鉄中の球形状のグラファイトが同じ成長機構で成長していることを確認するため、電子線後方散乱回折 (EBSD) によりグラファイトの結晶学的特徴を評価している。いずれも試料も、球形状のグラファイトの表面は(0001)面で構成されており、同じ結晶学的特徴を有していることを明らかとしている。

第6章では、2種類のNi基合金(JISG4902相当およびJISH4561相当)の2次デンドライトアームの成長過程について議論している。2次アーム間隔と部分凝固時間の間には1/3乗則が成り立ち、アーム間の合体が起こると1/3乗則より乖離し、その間隔は増加することを明らかとし、合体前後での2次アーム間隔の変化を定量的に評価している。

第7章では、第6章のNi基合金の1次デンドライトアームの先端曲率半径とデンドライト成長速度の間に-1/2乗則が成立していることを明らかにし、両者の関係を定量的に評価することに成功している。

以上のように、時間分解X線イメージング技術を利用することで、従来の組織観察手法では明らかにできなかった実用合金の凝固現象の定量的評価に成功している。今回得られた知見は、工業的分野での組織制御手法の改善の指針になると考えられ、工業的・学術的意義は高い。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。