

三次元時間分解・その場観察を基礎とした
凝固組織のダイナミクスの構築と展開
Modeling of solidification dynamics supported
by 3D time-resolved in-situ observations

課題番号：17H06155

安田秀幸（Yasuda, Hideyuki）

京都大学・大学院工学研究科・教授



研究の概要

放射光の高輝度・高平行度の特長を活かし、室温から1700°C付近の温度領域で金属材料のデンドライト成長などの凝固組織の三次元の時間分解・その場観察を実現し、材料組織の定量的測定を実現する。観察により、凝固組織形成の機構を解明するとともに定量データにもとづいた凝固現象のモデリング・シミュレーションを実現する。

研究分野：材料工学 金属・資源生産工学

キーワード：融体・凝固，鑄造，結晶育成・成長

1. 研究開始当初の背景

金属材料の凝固プロセスでは、材料特性の発現ために材料組織の制御が重要であるが、観察が困難な高融点の金属材料の凝固・結晶成長過程には不明な点が多くあった。これまでに、硬X線領域の高輝度・単色光が利用できるSPring-8において凝固過程の時間分解・その場観察（透過像）を実現し、凝固現象に関する新たな知見を得てきた。二次元観察に加えて試料形状の影響を受けない三次元観察が実現できれば、凝固現象の理解が深化すると期待された。

2. 研究の目的

金属合金の凝固組織形成の三次元時間分解・その場観察を実現する時間分解トモグラフィ（4D-CT）を開発し、ミクロスケールからメゾスケールの組織や偏析の形成過程、固液共存体の脆化の観察を実現する。さらに、観察結果から凝固組織・欠陥形成の定量解析を実現し、物理モデルの構築から凝固・鑄造プロセスに適用可能な凝固組織・欠陥形成に関する学理を確立する。

3. 研究の方法

これまで培ってきた高温X線イメージング技術とSPring-8のX線光学系の特長を活かし、金属合金の凝固組織を対象とした三次元観察4D-CTを開発する。二次元観察に加えて三次元観察を利用することにより、組織や欠陥形成と関係しているデンドライトの形態を時間分解で定量化できる。また、凝固過程における変形を結晶粒スケールで定量化することも可能になる。これらの定量データを用いることで、実証的な物理モ

デルの構築を行う。

4. これまでの成果

真空雰囲気下で室温から1700°C付近まで観察できる4D-CTを独自に開発した。さらに、4D-CTの再構成像からデンドライトなどの材料組織を定量的に再現するために、計算材料科学・フェーズフィールドを利用した解析手法を考案した。4D-CTと解析手法の開発により、Al, Zn, Ni, Fe系合金の凝固過程の三次元観察が可能になった。図1は、Fe-0.45mass%C合金（炭素鋼）のデンドライト組織の再構成像とそこから求めた固液界面の平均曲率である[1]。これは固相と液相のX線吸収差が小さい炭素鋼を対象とした初めての三次元観察である。凝固初期のデンドライトアームからアームの粗大化まで三次元で観察できるとともに、形状の定量評価（界面積，曲率など）は、凝

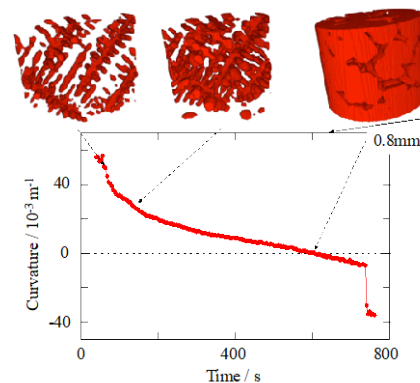


図1 Fe-0.45mass%合金のデンドライト形状と界面の平均曲率（1400-1500°C）

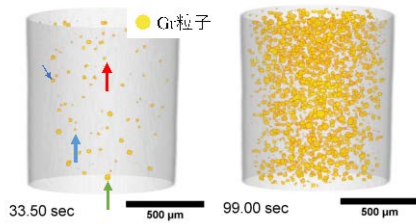


図2 球状黒鉛鑄鉄の凝固過程でのグラファイトの浮上と捕捉の観察例

固モデルの構築に利用する。

試料回転が 2rps まで向上でき、0.5s 毎に再構成像が獲得できるようになったため、動的な現象も観察可能になった。高い靱性を示す球状黒鉛鑄鉄の凝固組織形成、特に球状グラファイト (Gr) の形成には不明な点が多く、組織形成の学理は不完全であった。図 2 は凝固過程で Gr が浮上し、オーステナイト (γ) に捕捉される様子である[2]。より現実の鑄造に近い条件である 4D-CT によると、Gr の浮上による捕捉時間の短縮が Gr のサイズと分布に大きな影響を与えること、Gr は融液中よりも γ 中で成長することなどが明らかになった。また、Al 合金の等軸晶形成においても、核生成は局所的に起こり、固相粒の移動が結晶粒形成に寄与することも確認された。

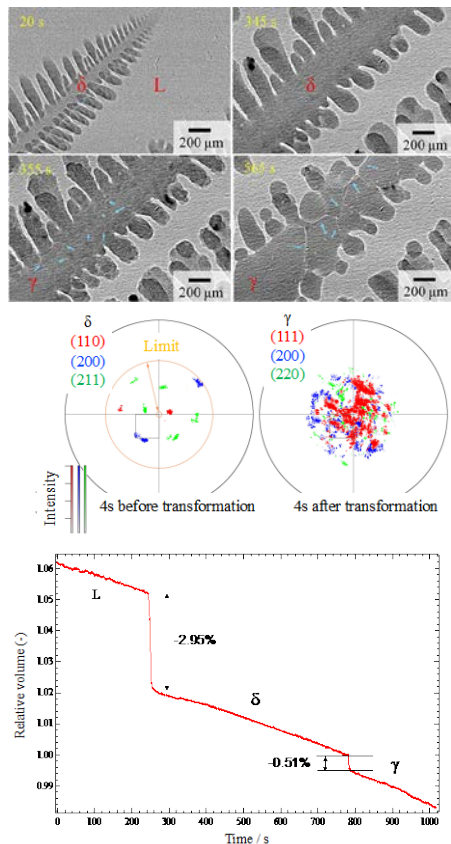


図3 上：マッシュ的変態による炭素鋼のデンドライトの溶断，中：マッシュ的変態前後の結晶方位分布，下：体積変化（4D-CT）

図 3 は炭素鋼においてこれまで考えられてきた包晶反応ではなく、マッシュ的変態が起こるときのデンドライトが溶断する現象であり、溶断機構や凝固後の組織形成の新しい知見になっている[3]。さらに、4D-CT では、変態前後の結晶方位分布の時間測定により微細な γ 粒の形成、体積変化から変態ひずみの定量化ができています[4]。

また、4D-CT と X 線回折を組み合わせた手法では、デンドライトの優先成長方向をその場測定により決定している [5]。固液共存領域の力学挙動の解析では、二次元観察から変形機構を検証するモデリング・シミュレーションに結びつけ[6]、三次元観察に展開を図っている[7]。

このような動的な現象の定量的観察・計測は、凝固後の組織観察や透過像イメージング（2次元観察）のみでは実現できなかった知見であり、凝固現象の理解からモデリング・シミュレーションの構築に結びつけている。

5. 今後の計画

実用材料も含めて多くの金属材料の凝固過程や固液共存体の変形を時間分解で三次元観察する実験技術と解析手法が確立してきたので、より詳細な解析を行う。獲得した定量データに基づいた凝固現象のモデリング・シミュレーションを行い、凝固・鑄造プロセスの発展に貢献することを目指す。

6. これまでの発表論文等（受賞等も含む）

1. H. Yasuda, T. Kawarasaki, Y. Tomiyori, Y. Kato, K. Morishita, *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* **529** (2019) 012023
2. K. Chatcharit, A. Sugiyama, K. Morishita, T. Narumi, K. Kajiwara, H. Yasuda, *Int J Metalcast* (2020) in press DOI:10.1007/s40962-020-00424-3
3. H. Yasuda, K. Morishita, N. Nakatsuka, T. Nishimura, M. Yoshiya, A. Sugiyama, K. Uesugi, A. Takeuchi: *Nature Comm* **10** (2019) 3183
4. H. Yasuda, T. Suga, K. Ichida, T. Narumi, K. Morishita, *IOP Conf Ser Mater Sci Eng* (2020) in press
5. K. Nakano, T. Narumi, K. Morishita, H. Yasuda, *Mater Trans* **61** (2020) 569-604.
6. T. C. Su, C. O'Sullivan, T. Nagira, H. Yasuda, C. M. Gourlay, *Acta Mater* **163** (2019) 208
7. T. Narumi, T. Nakata, H. Yasuda, *IOP Conf Ser: Mater Sci Eng* (2020) in press
8. Best Presentation Award (First Place), the 73th World Foundry Congress, H. Yasuda et al, (2018/9/26)
9. 日本鑄造工学会優秀論文賞, K. Chatcharit, 杉山明, 森下浩平, 安田秀幸, 鑄造工学 **90** (2018) 602
7. ホームページ等

<http://cast.mtl.kyoto-u.ac.jp>,
yasuda.hideyuki.6s@kyoto-u.ac.jp