

論文の内容の要旨

論文題目 包晶系 Fe-Ni 合金ならびに一変系共晶系 Fe-Cr-Ni,
Fe-M-C(M: Cr, V, Mo)合金の相・組織選択に関する研究

氏 名 岡 根 利 光

多くの金属材料では構成相の種類・形態など組織によりその性能が定まる。なかでも凝固組織は、合金組成のほか凝固速度により大きく影響を受ける。その予測については、競合している各晶出相・形態のうち、最も界面温度の高い相・形態が晶出すると考える Maximum Temperature Criterion が用いられており、単相成長時の凝固形態変化、包晶合金の高速凝固による準安定相晶出の問題等について、その有効性が認められている。本論文では、これらの研究成果をふまえ、新たな相・組織選択過程の解明が期待される、Fe-Cr-Ni 共晶系、Fe-Ni 包晶系、一変系共晶炭化物の晶出する Fe-M-C 系 (M: Cr, V, Mo) をモデルとして実験、考察を行った結果を示す。

第2章では、Fe-Cr-Ni系合金の低凝固速度域での共晶成長について、共晶相と単相セル成長の競合成長の問題として、その Coupled zone の領域を検討した。18-8 ステンレス合金に代表される Fe-Cr-Ni 系合金では、その状態図は Cr+Ni=30 mass% 付近において δ 相と γ 相は一変系共晶線を形成しているものの、通常の凝固条件においてはその凝固組織中に共晶組織は確認されない。

そこでこの Fe-Cr-Ni 系合金対して、ブリッジマン型一方向凝固装置に対して常温で液体の金属 Ga-In を冷媒として用いることによって高温度勾配化を試み、低凝固速度、高温度勾配の条件下、すなわち G/V の大きな領域での一方向凝固実験を行うことにより共晶成長の確認を試みた。この結果、図1に示すように実験的に $\delta + \gamma$ 共晶が確認され、またこの共晶の成長条件は、共晶と単相成長の凝固界面温度計算から予測される条件と一致した。さらに、状態図上において共晶をなす δ 相と γ 相の組成差が小さいた

め、その共晶の相間隔は初晶のデンドライト間隔程度まで大きくなっている。そのため、いずれかの相が初晶として晶出する条件下では、共晶として晶出する余地の無いことが一般にこの系で共晶が見られない理由であると推論される。

この共晶成長が定常に至るまでの初期トランジェント過程における凝固組織変化についても実験的に確認を行った。Coupled zoneの条件下では、その初期組成によって、共晶成長の開始から定常に至るまでにラメラ状からロッド状へと形態の遷移が起こり得ることを明らかにした。(図2)

これらのことから界面応答関数：Interface Response Function (IRF)から Maximum Temperature Criterionによって予測される晶出相は定常状態であるという前提がある。そのため、このような低速の凝固では、その相選択を論ずるにあたって初期トランジェント過程、とくに安定相から第2相あるいは形態へ遷移する際のその成長開始過程、たとえば核生成過程などに留意する必要がある。

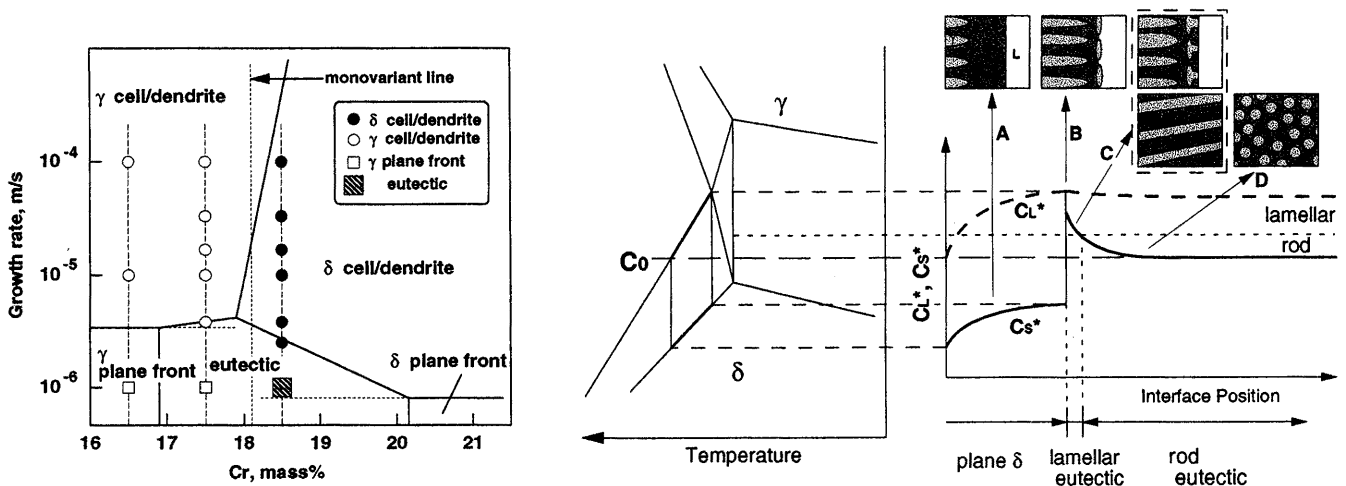


図1 interface response function計算より予測された初晶相選択マップと一方向凝固実験より得られた凝固組織

図2 初期トランジェント過程における、界面液相組成および平均固相組成の軌跡と凝固形態

第3章では、包晶系合金を安定・準安定の両相が平滑界面成長するような高G/Vの条件下で成長させた際に考えられる安定相と準安定相の選択について、Fe-Ni合金をモデルとして一方向凝固させ検討を行った。相選択基準により予想される安定δ相セル/準安定γ相平滑界面の遷移について検証を行うとともに、包晶系のこの付近の組成・凝固条件において晶出するとされる両相のバンド状成長、ラメラ状成長についても検討を行った。十分長く成長させ定常状態の条件下では、G/Vが大きくなるとともに、安定δ相セル成長から準安定γ相平滑界面成長への遷移が確認された。この結果からFe-Ni系においても、競合成長の計算から予測される遷移条件と一致した。(図3)

準安定γ相平滑界面へと至る初期トランジェント過程においては、図3に示すように最初に平滑δ相で成長を開始し、定常状態の平滑γ相へと遷移することを確認した。その遷移過程では、δ/γ両相のラメラ成長、バンド状成長の両方が確認された。ここでラメラ状成長は、δ平滑界面の後方で進行しているδ/γ固相変態が、凝固界面前方の溶質の濃化層の形成にともない、δ平滑凝固界面に追いつくことによって成長を開始している。第2相の成長開始過程は、δ平滑凝固界面でのγ相核生成とδからγへの固相変態成長の競合によって決まると考えられ、γ相核生成に必要な過冷度の大小によって遷移の

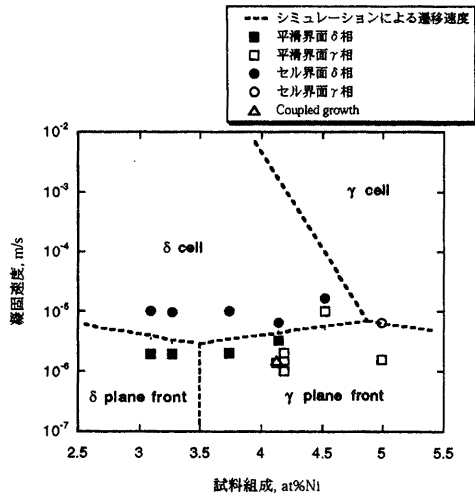


図3 一方向凝固実験において確認された晶出相と δセル-γ平滑遷移相選択マップ

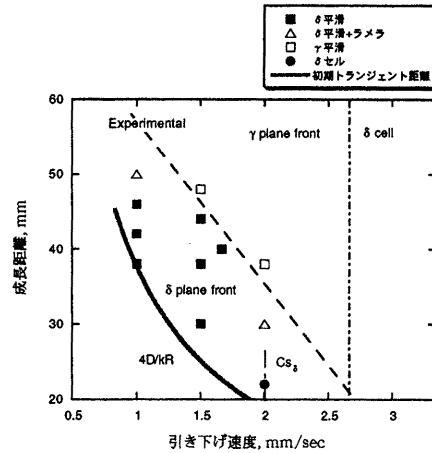


図4 Fe-4.19 at%Ni合金における初期トランジェント過程における晶出相変化

モードが変化し、Fe-Ni系では、この過冷度は小さく0.7 K程度であると計算され、ラメラ成長のしやすい系であると考えられる。一方、この過冷度より小さい過冷度でγ相が核生成した場合には、バンド状成長が起こると考察した。

第4章では、三元系における一変系共晶間の相選択を議論し、ハイス系白鉄の炭化物組織制御など、さらに多元系への展開を試みることを目的として、まず炭化物共晶成長に対する基礎的データの測定を行った。Fe-Cr-C系、Fe-V-C系、Fe-Mo-C系試料について、一方向凝固実験、同時に熱電対による温度測定を行った。それぞれの系において晶出する $\gamma+M_3C$ 、 $\gamma+M_7C_3$ 、 $\gamma+VC$ 、 $\gamma+M_6C$ 、 $\gamma+M_2C$ 共晶について、その一方向凝固組織を調べ、凝固界面温度を測定することにより、共晶系において知られている $\Delta T=kV^{1/2}$ 、 $\lambda V^{1/2}=\text{constant}$ の関係を確認し、それぞれの共晶に固有であると考えられる $\lambda V^{1/2}$ のConstant値、ならびにk値を求めた。

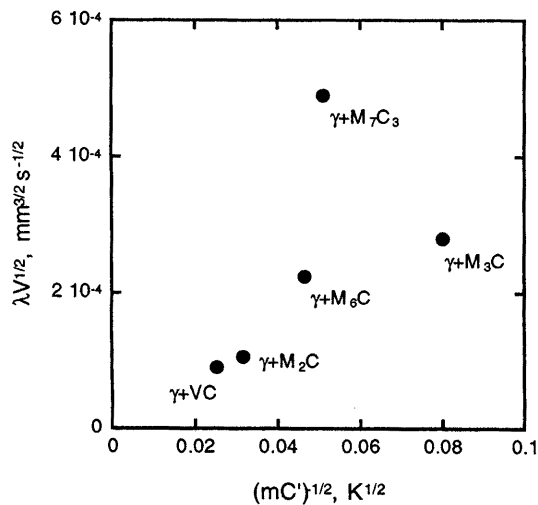


図5 $(mC')^{1/2}$ に対する共晶間隔のプロット

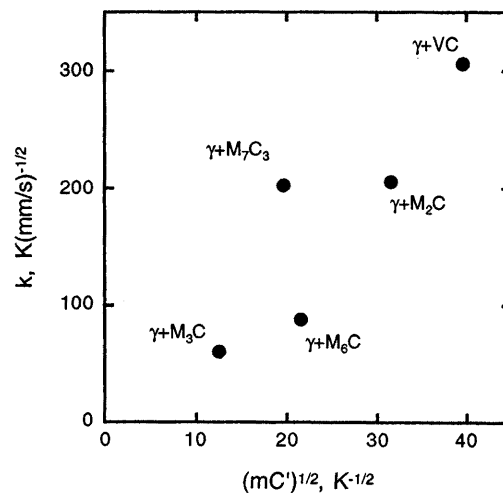


図6 $(mC')^{1/2}$ に対する界面過冷度係数k値のプロット

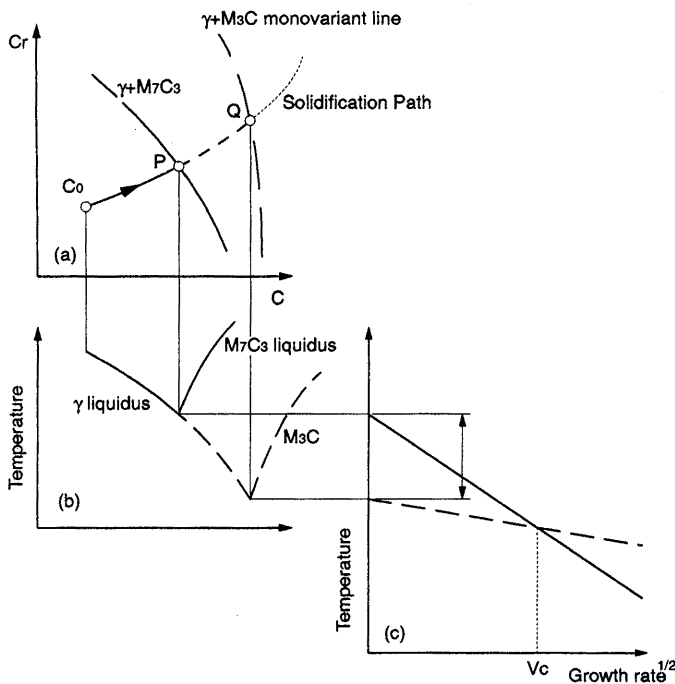


図7 Fe-Cr-C系における2共晶の競合成長

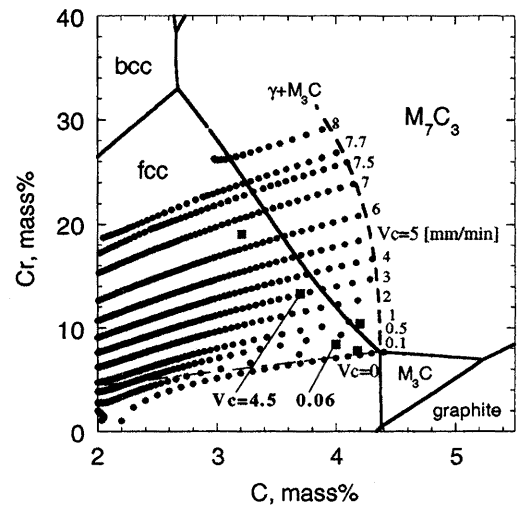


図8 Fe-Cr-C系における $\gamma+M_7C_3$ / $\gamma+M_3C$ 共晶相選択マップ

(C: lever rule, Cr: Scheil's rule)

これらの値は、各共晶を構成する γ 相と炭化物相の組成差 C' 、平均液相面勾配 m により整理することができ、図5、図6に示すように、系によらず $\lambda V^{1/2}$ の値は、 $(mC')^{-1/2}$ に比例し、 k の値は $(mC')^{1/2}$ に比例することが確認された。このことは、この関係を用いることにより、容易にこれら共晶成長パラメータを推定して利用することができ、多元系への展開を試みる際にも有用である。

第5章では、第4章において測定した k 値を用いて、Fe-M-C (M: Cr, V, Mo)三元系の垂共晶組成において、 γ デンドライト樹間に第2相として晶出する共晶を予測する相選択マップを作成し、これを検討した。状態図計算ソフトウェア Thermo-Calc を援用して安定・準安定系状態図を計算して一変系共晶線の位置・温度を求め、図8に示す γ 相晶出時の凝固パスを考慮したモデルを用いて、これを予測する相選択マップを作成した。(図9)

この結果、Fe-Cr-C系の包共晶反応にともなう $\gamma+M_7C_3$ / $\gamma+M_3C$ の遷移については、その遷移凝固速度を比較的良く予測することができた。一方、Fe-V-C系での三元共晶点での $\gamma+VC$ / $\gamma+M_3C$ の遷移、低温相の k 値の方が大きいFe-Mo-C系の $\gamma+M_6C$ / $\gamma+M_2C$ 包共晶反応では、等遷移速度線に幅ができる状況が考えられる。このことから、一方向凝固実験で確認されていた $\gamma+VC$ / $\gamma+M_3C$ 両共晶のバンド状成長に対して遷移凝固速度の観点からのバンドループを考察した。

第6章では、本論文を総括し、2元系、3元系における相・組織予測の有効性をふまえ、さらに多元系合金への適用に対する展望、状態図の精緻化、核生成挙動に対するより深い理解など、今後の必要とされる課題を確認した。