

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 5 日現在

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560910

研究課題名(和文) 金属の固液共存状態におけるせん断変形その場観察による偏析形成機構の解明

研究課題名(英文) Understanding of macrosegregation mechanism through in situ observation of deformation in semi-solid alloys

研究代表者

柳楽 知也 (Nagira, Tomoya)

大阪大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：00379124

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、時間分解X線イメージングを利用してAl-CuおよびFe-C合金などの金属合金を対象に固液共存体の変形挙動を粒子スケールでその場観察を行い、固液共存体の変形機構や偏析形成機構の解明を目指した。固液共存体の変形により、せん断領域において、せん断ひずみ速度の局在化と固相率の低下が起こることを定量的に明らかにした。また、水-粒子混合体のモデル実験により、固相形態が、せん断帯の幅に与える影響について調べた。また、金属合金において、固相率および変形速度は、せん断変形の挙動およびせん断帯の幅に影響を及ぼすことが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：Deformation of semi-solid alloys causes casting defects including macrosegregation and cracking. In this study, in situ observation of semi-solid deformation in Al-Cu and Fe-C alloys was carried out using time-resolved X-ray imaging in order to elucidate the semi-solid deformation mechanisms. It was found that the shear strain rate was localized and the solid fraction decreased at the shear domain. The impact of solid morphology on shear band was examined by comparing with in situ observation of deformation in water-particle mixtures. The impacts of the solid fraction and the shear strain rate on the deformed microstructure and the shear band in the metallic alloys were also examined.

研究分野：凝固・鋳造

キーワード：固液共存体 その場観察 せん断変形 偏析 凝固割れ

1. 研究開始当初の背景

液相中に固相(結晶)が分散している固液共存状態における変形現象は、金属材料の鑄造・結晶成長プロセスにおいて発生する偏析形成に関係している。固液共存状態の試料に対してせん断力を印加すると、せん断領域において固相間の相互作用により固相の間隙が広がり、周囲から液相が流れ込むことによって固相率が低下した領域、すなわち、せん断帯が形成される。これは、凝固後にバンド偏析と呼ばれる鑄造欠陥となる。バンド偏析には、溶質濃度が高い領域や気孔・クラックが含まれており、力学特性の低下を招く。鑄造プロセスとして主流である遠心鑄造法、Al, Mg 系の高圧鑄造法、双ロールキャストイングなどでバンド偏析が観察され、品質向上に向けた欠陥形成機構の解明が叫ばれている。固液共存状態のせん断変形過程では、固相の移動・変形および液相の移動だけでなく、固相同士の衝突などの相互作用が起こるため、固相と液相の運動は一致しておらず、複雑な現象が起こる。そのため、従来手法のすでに凝固した試料の組織観察からでは、凝固過程である固液共存体の変形現象を正確に理解することは困難である。また、金属の固液共存状態の変形現象に関する研究は、1960年代にアメリカで開始されてから、現在ヨーロッパ、アジアなど世界各地で研究が盛んであるが、固液共存状態の力学・粘性特性の評価に限定した研究が大半であり、欠陥形成に起因した変形機構そのものに着眼した研究は限られている。そこで、本研究では、Al系材料、鉄鋼材料を対象として、放射光施設(SPring-8)において X 線イメージングを利用して固液共存状態においてせん断力を印加できる実験装置の開発を行い、リアルタイムでせん断変形過程の観察を行った。粒子スケールでの変形挙動の実証的な知見により、固液共存体の変形機構および鑄造欠陥機構の解明に繋がることが期待される。

2. 研究の目的

本研究では、放射光 X 線イメージングを利用して、固液共存体の変形挙動のその場観察を通じて、以下の点を目的とした。

1. 固体の粒径、形態、固相率を変化させた系統的な研究を行い、バンド偏析の形成条件および特定の粒子幅を決める支配因子について明らかにする。
2. マクロなせん断力に対する固相粒子レベルでのひずみ分布を評価し、バンド偏析の形成メカニズムを定量的に評価する
3. 固相率とせん断速度を変化させ、気孔やクラックを伴う偏析形成のメカニズムを明らかにする。

3. 研究の方法

(1)放射光を利用した金属合金の固液共存体のその場観察
その場観察の実験は、放射光施設 SPring-8 の

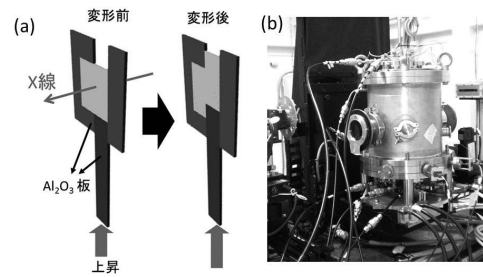


図 1(a)固液共存体の変形用の試料セル(b)実験装置の外観

20B2 もしくは 20XU のビームラインで行った。Al-15Cu-0.5Ti-0.25B(wt.%)組成もしくは、Fe-2C-1Mn-0.5Si(mass%)の試料をアーク溶解により、急冷し、得られたインゴットを 10 mm角、100-200 μm 厚さの試料に加工を行った。図 1(a)に観察に用いた固液共存体のせん断変形用の試料セルを示す。アルミナ板からなる鑄型に試料を設置し、下部からアルミナ棒を挿入することによって、試料に対してせん断を付与する機構となっている。試料セルをカーボンヒータ内に設置した。実験は、図 1(b)に示すように真空チャンバー内で行った。目的の固相率となるように昇温し、一定の温度下で、アルミナ板を一定の速度(50-2000μm/s)で挿入して、変形過程のその場観察を行った。透過像のコントラストが最良となるように、X 線エネルギーを Fe 系および Al 系においてそれぞれ、21, 16keV とした。通常観察では、観察領域は約 5mm 角、ピクセルサイズ 4.7μm/pixel、フレームレート ~ 1fps で X 線透過像の撮影を行った。一方、変形速度が速い条件下では、ピクセルサイズ 5.2μm/pixel、フレームレート ~ 125fps で撮影を行った。

(2)水-粒子混合体のせん断変形のその場観察

固相形態が、固液共存体の変形挙動に与える影響を調べるために、真球状のポリスチレン粒子と塩化ナトリウム水溶液との混合物を利用した。図 1(a)とし類似した試料セルを作成し、一定の速度(50μm/s)でせん断を付与し、高速度カメラ(フレームレート 60fps、ピクセルサイズ 33μm)を用いてせん断変形過程のその場観察を行った。

4. 研究成果

(1) 固液共存体の変形挙動のその場観察と定量評価

固液共存体の変形挙動のその場観察で得られた結果を基に、固相粒子の運動の定量的な解析を行い、固相粒子の速度ベクトル、せん断歪み速度、固相率などの変形挙動の特徴について調べた。二次元固相率 71% の Al-Cu 合金において、Al₂O₃ 板の挿入(50μm/s)により変形させた組織(図 2(a))において、定量評価を行った。Al₂O₃ 板の前方ではほぼ固相粒子は上方向に並進運動していたが、せん断領域に近づくにつれて、せん断方向に対して垂直

方向の速度成分が大きくなっていった。これは、固相粒子の衝突・再配列によって、固相粒子間で力が作用し、固相粒子の運動量が拡散したためである。せん断ひずみ速度は、せん断領域において局在化して(図 2(c)の青色)おり、約一桁、他の領域と比べて大きいことが明らかとなった。また、その局在化している領域では、固相率が低下(図 2(d)の赤色)しており、固相率の不均一が生じていることが分かった。これは、完全な固相および液相では、観察されない固液共存体固有の特徴であった。さらに固相率の低下およびせん断ひずみ速度が局在化したせん断帯の幅は、約 10 粒子分であり、過去のバルク体金属で調査された幅とほぼ一致していた。

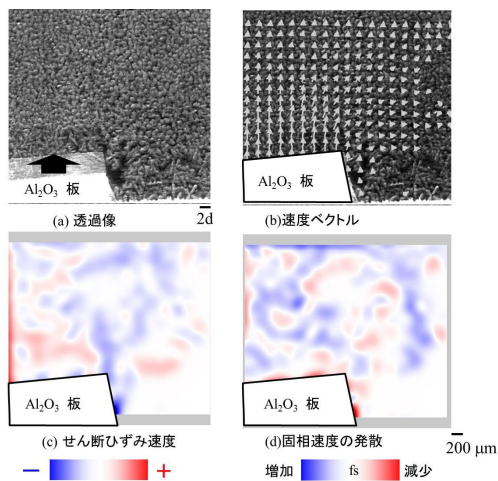


図 2 Al-Cu 合金の固液共存体の変形挙動の定量解析(論文リスト 5, 7) (a)固液共存体の変形過程の透過像(b)固相粒子の速度ベクトル(c)せん断ひずみ速度の分布(d)固相粒子の速度の発散(固相率の変化に対応)

(2) 固相形態がせん断変形挙動の与える影響

実用材料を対象としたその場観察の実験では、金属材料の組織変化を直接観察できる利点はあるが、固相率、固相の粒径、形態などのパラメータを精密に制御し、個々のパラメータの影響を検証するのは困難である。そこで、固相粒子の形態が変形挙動に与える影響を調べるために、真球状のポリスチレン粒子と塩化ナトリウム水溶液との混合体を利用したモデル実験を行った。先に示した、Al-Cu 合金における固相粒子の形状因子(真球:1)は、0.8、ポリスチレン粒子は、ほぼ 1 である。二次元固相率 81%の固液共存体にテフロン板を挿入(50 μm/s)し、変形させた組織(図 3(a))において定量評価を行った。速度ベクトル(図 3(b))の特徴は、Al-Cu 合金と同様であったが、数粒子せん断面から離れると、ほとんど固相粒子は運動していないことが分かった。また、せん断領域におけるせん断歪み速度の局在化(図 3(c))および固相率の低下(図 3(d))は、Al-Cu 合金と類似していた。ただ

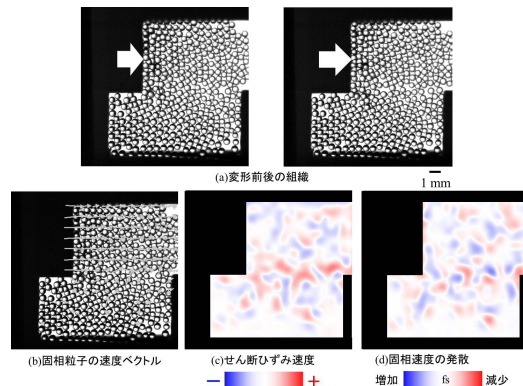


図 3 水-粒子混合体の固液共存体の変形挙動の定量解析(論文リスト 5, 7) (a)固液共存体の変形過程の画像(b)固相粒子の速度ベクトル(c)せん断ひずみ速度の分布(d)固相粒子の速度の発散(固相率の変化に対応)

し、固相率の低下およびせん断歪み速度が局在化したせん断帯の幅は、約 5 粒子分であり、Al-Cu 合金と比べて、半分程度と狭かった。これは、固相粒子の形態が球の場合、固相粒子の回転運動による周辺の固相粒子に対する力学的作用が小さいためである。すなわち固相形態は、せん断帯の形成に大きな影響を及ぼすことが明らかとなった。

(3) 変形速度が固液共存体の変形挙動の与える影響

二次元固相率 85%の Fe-2C 合金において、変形速度が固液共存体の変形挙動に与える影響について調べた。Al₂O₃板の移動速度は、過去の研究(論文リスト 5, 7)の 30 倍の 1500 μm/s である。移動速度 50 μm/s の場合と同様に、固相粒子の衝突・再配列により、せん断領域において、局所的に固相率が低下した領域がほぼバンド状に広がったせん断帯が形成された(図 4(a-c))。また、固相粒子の移動ベクトルの分布も移動速度 50 μm/s の場合と同様であった。固相粒子の回転角度は、1.2 粒子分の Al₂O₃板の変位で、約 80%が 2°以上であるが、特に固相間隙が拡大した領域の回転角度

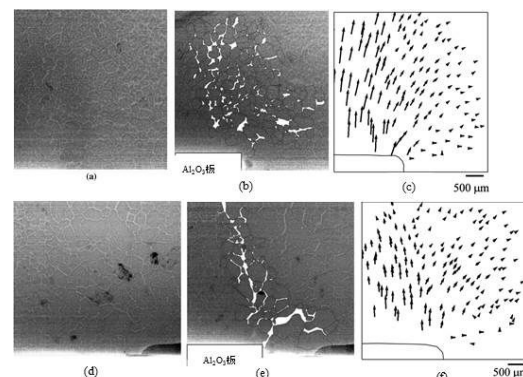


図 4 固相率 85%および 90%の Fe-2C 合金における固液共存体の変形挙動のその場観察(論文リスト 8) (a,d)変形前の X 線透過像(b,e)変形後の X 線透過像(c,f)固相粒子の移動方向

が4°以上と大きく、せん断帯の形成において、回転運動が大きな役割を果たしていることが明らかとなった。

一方、ほぼ同じ変形速度で、二次元固相率90%の場合(図4(d-f))、せん断面において約1粒子分のチャンネル状のせん断帯(図4(d-f))が形成され、固相率85%と比べて変形挙動が大きく異なっていた。移動ベクトルは、チャンネル状のせん断帯を境に、急激に変化していた(図4(f))。固相粒子の回転角度は、1.2粒子分のAl₂O₃板の変位で、4°未満で僅かであることから、固相率の増加および変形速度の増加により、回転運動が抑制された結果、チャンネル状のせん断帯が形成された。

また、変形速度800 μm/s、二次元固相率93%の場合、僅か0.4粒子分のAl₂O₃板の変位で、せん断面において、チャンネル状に割れが形成された。変形により、せん断面でチャンネル状に固相間隙が拡大するが、液相は、固相間隙に流入することなく、空隙となり、割れへと遷移した。高固相率のために液相の透過率が減少するだけでなく、変形速度が速いために、液相圧力が低下したことが要因である。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 12 件)

1. C.M. Gourlay, C. O'Sullivan, J. Fonseca, L. Yuan, K.M. Kareh, T. Nagira, and H. Yasuda, "Synchrotron radiography studies of shear-induced dilation in semi-solid Al alloys and steels" Recent Experimental and Numerical Developments in Semisolid Deformation, Springer Publishing, 66 (2014)1415-1424. 査読有 <http://dx.doi.org/10.1007/s11837-014-1029-5>
2. (金属学会までりあ論文賞受賞)柳楽知也、安田秀幸、吉矢真人“放射光 X 線イメージングを利用した炭素鋼の凝固現象の解明”までりあ 53 (2014) 467-470. 査読有 <http://doi.org/10.2320/materia.53.467>
3. T. NAGIRA, S. MORITA, S. YANAI, H. YASUDA, C.M. GOURLAY, M. YOSHIYA, A. SUGIYAMA, K. UESUGI, "Time-resolved X-ray imaging of deformation in semi-solid alloys at high solid fraction", Proceedings of Modeling of Casting and Solidification Processes(MCSP2014) 261-264. 査読有
4. 川本正幸、柳楽知也 “我が国における鋼の連続製造プロセスの開花と未来へのシーズ” 鉄と鋼 第 100 巻記念特集号「次世代に向けた鉄鋼科学技術の変遷 2 - 製鋼の科学技術 - 」Vol.100 No.4 (2014) 472-484. 査読有 <http://doi.org/10.2355/tetsutohagane.100.472>
5. T. Nagira, S. Morita, H. Yokota, H. Yasuda, C. M. Gourlay, M. Yoshiya, A. Sugiyama, K. Uesugi, A. Takeuchi and Y. Suzuki, "In-situ observation of deformation in Fe-C alloys at high shear rate" Metallurgical and Materials Transactions A 45(2014)5613-5623 . 査読有 <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-014-2489-5>
6. T. Nagira, H. Yokota, S. Morita, H. Yasuda, M. Yoshiya, C.M Gourlay, A. Sugiyama, K. Uesugi and K. Umetani, "Characterization of shear deformation based on in-situ observation of deformation in semi-solid Al-Cu alloys and water-particle mixtures" ISIJ international 53 (2013) 1195-1201. 査読有 <http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.53.1195>
7. J. Fonseca, C. O'Sullivan, T. Nagira, H. Yasuda, C.M. Gourlay, "In situ study of granular micromechanics in semi-solid carbon steels", Acta Materialia 61 (2013) 4169-4179. 査読有 <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2013.03.043>
8. 柳楽知也、横田大和、森田周吾、安田秀幸、吉矢真人、C.M. Gourlay、杉山明、上杉健太郎、梅谷啓二、”固液共存状態 Al-Cu 合金と水-粒子混合体のせん断変形過程のその場観察に基づいたせん断変形組織の特徴”、鉄と鋼 99 (2013) 71-78. 査読有 <http://dx.doi.org/10.2355/tetsutohagane.99.141>
9. C.M. Gorulay, T. Nagira, K. Uesugi, H. Yasuda, "In-situ study of the altering globule packing-density during semisolid alloy deformation," Solid State Phenomena, 192-193 (2013) 185-190. 査読有 <http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.192-193.185>
10. 柳楽知也、安田秀幸、C.M. Gourlay、杉山明、吉矢真人、上杉健太郎、梅谷啓二、”金属の固液共存状態におけるせん断変形による偏析形成のその場観察”、放射光 25(2012) 275-284. 査読有
11. T. Nagira, S. Morita, H. Yasuda, C.M. Gourlay, A. Sugiyama, M. Yoshiya, K. Uesugi, K. Umetani, "In-situ observation of shear deformation in semi-solid Al-Cu alloys", Proceedings of Visual-JW2012 (2012) 215-216. 査読有
12. 柳楽知也、安田秀幸、C.M. Gourlay、杉山明、吉矢真人、上杉健太郎、梅谷啓二、”放射光を利用した金属合金における固液共存体のせん断変形のその場観察”、までりあ 51 (2012) 561-568. 査読有 <http://doi.org/10.2320/materia.51.561>

[学会発表](計 22 件)

1. (基調講演)T. Nagira, S. Morita, H. Yasuda, C.M. Gourlay, A. Sugiyama, M. Yoshiya, K.

- Uesugi, K. Umetani,; "In-situ observation of shear deformation in semi-solid Al-Cu alloys" ,2nd International workshop "In-situ Studies with Photons, Neutrons and Electrons Scattering. (2012/11/28-11/30). Hotel Hankyu Expo Park, Osaka.
2. 柳楽知也、森田周吾、横田大和、安田秀幸、杉山明、C.M. Gourlay、吉矢真人、上杉健太郎: "固液共存状態においてせん断速度がせん断変形組織に与える影響" 日本鑄造工学会第 161 回全国講演大会. (2012/10/13-10/14). 岩手県民情報交流センター、盛岡.
 3. 横田大和、柳楽知也、安田秀幸、森田周吾、吉矢真人、杉山明、C.M. Gourlay、上杉健太郎: "「水—ポリスチレン粒子混合体を用いた固液共存状態でのせん断変形の評価」日本金属学会 2012 年秋期講演大会. (2012/9/17-9/19). 愛媛大学、松山.
 4. 柳楽知也、森田周吾、横田大和、安田秀幸、杉山明、C.M. Gourlay、吉矢真人、上杉健太郎: "鉄鋼材料の固液共存状態におけるせん断速度が変形挙動に与える影響" 日本鉄鋼協会第 164 回秋季講演大会. (2012/9/17-9/19). 愛媛大学、松山.
 5. 柳楽知也、森田周吾、横田大和、安田秀幸、吉矢真人、杉山明、C.M. Gourlay、上杉健太郎: "Al-Cu 合金の固液共存状態のせん断変形その場観察と定量評価" 日本金属学会 2012 年秋期講演大会. (2012/9/17-9/19). 愛媛大学、松山.
 6. (招待講演)柳楽知也: "放射光イメージングの鉄鋼材料の凝固、固液共存状態の変形への応用" H24 年度第 1 回高温物性値フォーラム研究会 2012/6/12 SPring-8 放射光普及棟中講堂、兵庫.
 7. 柳楽知也、横田大和、森田周吾、安田秀幸、杉山明、C.M. Gourlay、吉矢真人、上杉健太郎: "鉄鋼材料の固液共存体におけるせん断変形その場観察とせん断変形組織の特徴" 日本金属学会 2013 年春季大会. (2013/3/27-3/29). 東京理科大学、東京.
 8. S. Morita, T. Nagira, H. Yokota, H. Yasuda, C. Gourlay, M. Yoshiya: "A Macroscopic Model for the Band Segregation Induced by Shear Deformation" The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing (PRICM-8). (2013/8/4-8/9). Hawaii, USA.
 9. T. Nagira, S. Morita, H. Yokota, H. Yasuda, C. Gourlay, M. Yoshiya, A. Sugiyama, K. Uesugi, K. Umetani: "In-situ Observation of Shear Deformation in Semi-solid Carbon Steel" The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing (PRICM-8). (2013/8/4-8/9). Hawaii, USA.
 10. 柳楽知也、横田大和、森田周吾、安田秀幸、柳井森吾、吉矢真人、杉山明、Christopher Gourlay、上杉健太郎: "「X 線イメージングを利用した高固相率の固液共存所体におけるせん断変形その場観察」日本金属学会 2013 年秋季大会. (2013/9/17-9/19). 金沢大学、石川.
 11. 柳楽知也、森田周吾、横田大和、安田秀幸、杉山明、吉矢真人、Christopher Gourlay、上杉健太郎: "凝固末期の固液共存体のせん断変形による組織変化のその場観察" 日本鉄鋼協会第 166 回秋季講演大会. (2013/9/17-9/19). 金沢大学、石川.
 12. 柳楽知也、横田大和、森田周吾、吉矢真人、安田秀幸、Christopher Gourlay、杉山明、上杉健太郎: "その場観察を利用した固液共存体のせん断変形に及ぼす固相率の影響" 日本鑄造工学会関西支部 秋季講演大会. (2013/11/12). 関西大学、大阪.
 13. (優秀研究賞受賞)柳楽知也、安田秀幸「放射光を利用した固液共存体のせん断変形その場観察」製鋼第 19 委員会凝固プロセス研究会第 60 回会議、早稲田大学 西早稲田キャンパス 2013/1/7.
 14. 柳楽知也、横田大和、金本拓、安田秀幸、森田周吾、吉矢真人、Christopher Gourlay: "モデル実験における固液共存体のせん断変形時に生じる力学挙動の固相率依存性" 日本金属学会 2014 年春期講演大会. (2014/3/21-3/23). 東京工業大学、東京.
 15. 柳楽知也、横田大和、森田周吾、吉矢真人、安田秀幸「高固相率での固液共存体の変形挙動のその場観察とモデル実験による力学特性の評価」日本学術振興会製鋼 19 委員会 凝固プロセス研究会第 64 回会議、(2014/05/21) 大阪大学、大阪.
 16. T. Nagira, S. Morita, H. Yokota, H. Yasuda, C.M. Gourlay, M. Yoshiya, A. Sugiyama and K. Uesugi, "Direct Observation of High-solid Fraction Deformation in Carbon Steel" 4th International Conference on Advances in Solidification Processes, (2014/7/8/11) Old Windsor, U.K.
 17. 柳楽知也、森田周吾、柳井森吾、伊藤徳地、安田秀幸、吉矢真人、杉山明、C.M. Gourlay、上杉健太郎、「固液共存体の変形過程における粒子スケールでの組織観察とせん断応力の評価」、日本金属学会 2014 年秋季講演大会(2014/09/24-26)、名古屋大学、名古屋.
 18. 柳井森吾、森田周吾、伊藤徳地、安田秀幸、柳楽知也「高固相率の固液共存体における固相粒子の再配列・変形におよぼす合金系の影響」、日本金属学会 2014 年秋季講演大会、(2014/09/24-26) 名古屋大学、名古屋.
 19. (基調講演)T. NAGIRA, S. MORITA, S. YANAI, H. YASUDA, C. M. GOURLAY, M. YOSHIYA, A. SUGIYAMA, K. UESUGI, "Time-resolved X-ray imaging of deformation in semi-solid alloys at high solid fraction", 9th Pacific Rim International

- Conference on Modeling of Casting and Solidification Processes (MCSP2014), (2014/11/24-26) Senri Life Science Center, Osaka.
20. S. Yanai, S. Morita, T. Ito, K. Morishita, T. Nagira, H. Yasuda, "Image-based Analysis of semisolid deformation for Al-In and Fe-C alloys", Proceedings of Modeling of Casting and Solidification Processes(MCSP2014), (2014/11/24-26) Senri Life Science Center, Osaka.
 21. (招待講演)柳楽知也「放射光を利用した鉄鋼材料の固液共存体の変形及び力学挙動の解明」第152回製鋼部会 愛知製鋼企業年金基金体育館多目的ホール、(2015/3/12-13/2015) 愛知県.
 22. 柳楽知也、柳井森吾、伊藤徳地、安田秀幸、森下浩平、吉矢真人、「鉄鋼材料の固液共存体における変形挙動のその場観察および力学挙動の評価」日本鉄鋼協会第169回春季講演大会、(2015/3/18-20)、東京大学駒場 キャンパス、東京都.

〔図書〕(計 2 件)

1. T. Nagira, H. Yasuda, "Development in in-situ observation of deformation in semi-solid alloys using X-ray imaging", In-situ Studies with Photons, Neutrons and Electrons Scattering II, Springer Publishing, (2014) 259(231-243).
2. H. Yasuda, T. Nagira, "Advanced Analysis of Solidification by X-ray Imaging" Progress in Advanced Structural and Functional Materials Design, Springer Publishing, (2013) 290(93-104).

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.mpd.ams.eng.osaka-u.ac.jp/nagira/>

6 . 研究組織

(1)研究代表者

柳楽 知也 (NAGIRA Tomoya)

研究者番号：00379124