

高純度鋳鉄における黒鉛の成長過程の高分解能観察 High-resolution Direct Observation of the Formation of Graphite in the High-purity Cast Iron

杉山 明^a, 安田 秀幸^b, 柳楽 知也^b, 上杉 健太朗^c
Akira Sugiyama^a, Hideyuki Yasuda^b, Tomoya Nagira^b, Kentaro Uesugi^c

^a大阪産業大学, ^b大阪大学, ^c(公財)高輝度光科学研究センター
^aOsaka Sangyo University, ^bOsaka University, ^cJASRI

鋳鉄では、晶出するグラファイトの形態が力学的性質に及ぼす影響が大きく、様々な研究が行われてきた。本研究では、高純度鋳鉄を用い、種々の添加元素の影響を排した状態での凝固組織形成過程を観察した。観察はイメージングのビームラインである BL20XU で実施した。10×10×0.1mm の試料を真空チャンバー内で溶解し、一定速度で冷却する場合の凝固過程を記録した。亜共晶組成の場合、初晶 γ に続き、分離共晶としての粒状グラファイトの晶出が見られず、共晶組織が成長した。また、三元系過共晶の場合、初晶として γ が成長し、凝固形態に相違が見られた。

キーワード： イメージング、高純度鋳鉄、凝固

背景と研究目的：

鋳鉄は各種産業に古くから利用されてきており、従来様々な研究が行われてきた。特に、凝固過程で晶出する黒鉛形態は、鋳鉄の力学的性質に対して大きな影響を及ぼすため、その制御は長年の課題の一つとなっている。しかしながら、黒鉛の晶出過程やその形態の形成過程を直接観察することは困難であり、凝固後の組織観察等によって得られる情報からそのメカニズムが類推されてきた。

これまで、研究者らは産業的に実際に使用されている組成を想定して、鋳鉄材料の直接観察を行ってきた[1],[2]。しかしながら、鋳鉄における凝固組織は添加元素の影響を大きく受けることが知られており、様々な目的から数種類の添加元素が加えられた実用材料では、基礎的な黒鉛の成長過程が観察できていない可能性が高い[2]。そこで、本研究では、主要成分のみに限定した 2 元系(Fe-C)、あるいは 3 元系(Fe-C-Si)の高純度鋳鉄を用いた直接観察を行った。高純度鋳鉄における黒鉛の成長過程や形態変化の結果は、系統的な研究に対する基礎情報として極めて有効であり必要不可欠のものである。本研究では、片状黒鉛ならびに鋳鉄組織の形成過程を直接観察し、炭素濃度や Si 濃度、および冷却速度が及ぼす影響を明らかとする。

実験：

観察は、イメージングのビームラインである BL20XU で行った。観察機器は、真空チャンバー、黒鉛ヒーター(溶解炉)、撮影用カメラなどからなり、撮影用カメラには撮像管の一種である可視光変換型 CCD を利用した。観察用のセル(鋳型)は、BN の外枠と Al₂O₃ 製の観察窓から構成した[1]。セルは黒鉛製のヒーターの間に固定し、ヒーターごと真空チャンバー内に設置した(図 1)。鋳鉄試料は、共晶組成となる黒鉛濃度 4.3mass%を基準に、亜共晶組成、過共晶組成それぞれで 2 元系、3 元系を準備し、合計 6 種類とした。サイズは約 10×10×0.1mm とした。試料の分析組成を表 1 に示す。凝固組織への影響が大きい S、P についても分析した。真空チャンバー内は、1~2Pa 程度の減圧雰囲気とした。ヒーターの温度はセルの直近に設置した熱電対で制御し、溶解後の試料を一定速度で冷却した。冷却速度は、5K/min、10K/min、20K/min、50K/min、100K/min とした。

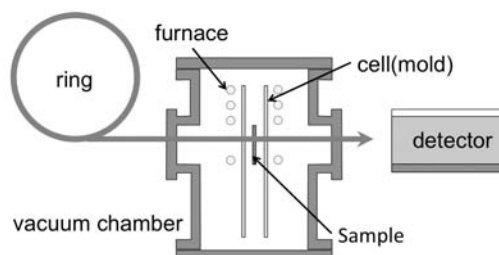


図 1. 装置模式図

試料内のコントラストを明瞭にするために X 線エネルギーを調節し、本実験条件において最良のコントラストが得られた 21keV に設定した。得られた画像は連続した静止画のファイルとして記録した。画像記録のタイミングは 0.3~2.0sec の間で最適な間隔を設定した。

表 1. 鑄鉄の組成(wt.%, Fe:Bal.)

	2 元系				3 元系			
	C	Si	P	S	C	Si	P	S
亜共晶	3.17	<0.01	<0.001	0.003	2.92	1.43	<0.001	<0.001
共晶	4.27	0.01	<0.001	<0.001	3.60	2.00	<0.001	<0.001
過共晶	4.50	0.01	<0.001	<0.001	3.62	2.48	<0.001	<0.001

結果および考察：

10K/min で冷却した場合の凝固過程の一例を、図 2~5 に示す。図 2 は Fe-C 二元系亜共晶(C.E.=3.2)、図 3 は Fe-C-Si 三元系亜共晶(C.E.=3.4)、図 4 は Fe-C 二元系過共晶(C.E.=4.5)、図 5 は Fe-C-Si 三元系過共晶(C.E.=4.4)の結果である。ここで、 $C.E.=\%C+1/3\%Si$ である。いずれの試料も完全溶解を確認した後に冷却を開始した。

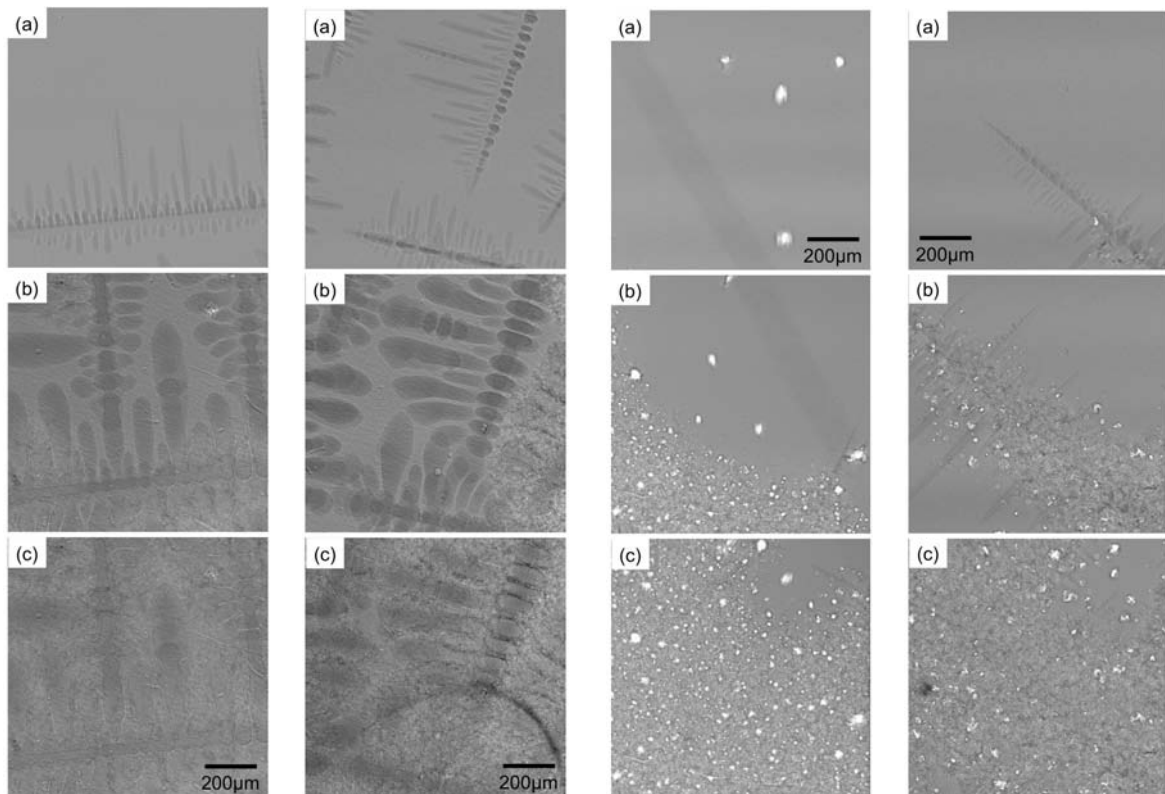


図 2. Fe-C 亜共晶
C.E.=3.2

図 3. Fe-C-Si 亜共晶
C.E.=3.4

図 4. Fe-C 過共晶
C.E.=4.5

図 5. Fe-C-Si 過共晶
C.E.=4.4

亜共晶組成の場合(図 2、3)、初晶 γ の成長が見られ(a)、その後共晶組織が広がった ((c)は全面が共晶で覆われている)。しかしながら、実用合金で見られたような粒状グラファイトの形成[2]は見られなかった。また、二元系、三元系で凝固形態に大きな相違は見られなかった。過共晶組成の場合(図 4、5)、CE 値をほぼ同じにしているにもかかわらず、二元系と三元系で凝固形態に相違が見られた。まず、二元系の場合、初晶グラファイトが晶出し、 γ のデンドライトが先行しながら、分離共晶としてのグラファイトおよび協調成長した共晶組織が追従し、凝固が完了した。一方、三元系の場合、初晶として γ デンドライトが成長し、分離共晶としてのグラファイトおよび協調成長した共晶組織が追従した。

亜共晶組成における分離共晶の有無や過共晶組成における凝固形態の相違は、添加元素による影響が大きいと考えられる。今後、添加元素の影響と役割について研究を進める予定である。

今後の課題：

今回の実験で得られた知見を基に、高純度鋳鉄に対して元素を添加した場合の影響を調査する。具体的には、今回の試料に対し、S あるいは P を少量添加することによって、凝固形態に及ぼす影響を調べる予定である。

参考文献：

- [1] 杉山明、他：鋳造工学 **83**, 131 (2011)
- [2] 杉山明、他：産業利用課題報告書(2012A1302)