

2023年度 各務記念材料技術研究所共同研究報告書

研究課題名	TiC 添加 Ti 合金の凝固挙動の結晶学的解析
重点課題	I－A（長寿命化とプロセス）、III－A（省エネルギーとプロセス）
新規・継続	新規
研究代表者	カドイ コウタ
氏名	門井 浩太
所属機関・ 部局・職名	大阪大学・接合科学研究所・准教授

研究目的

Ti-6Al-4V 合金の凝固過程制御に基づく微細化を目的とし、TiC を不均質核として活用した等軸晶生成挙動を結晶学的に調査する。これまでに TiC を核とした不均質核生成の直接観察や結晶学的解析による不均質核の特定に関する報告例はなく、核生成サイトとしての TiC の材料科学的な役割などの特定には至っていない。本研究では、TiC からの等軸晶の核生成を、試験片の同一箇所に対してその場観察ならびに結晶方位解析を行うことで、等軸晶形成現象を調査する。

Ti 合金は融点が高いことから、2023 年度は凝固過程のその場観察技術の構築を目的とし、融点の異なる Al 合金、Ni 基合金、Ti 合金を用い、測定条件や溶融現象等を調査した。

実験内容と研究成果

方法：

Al-6.5mass%Si 合金, Ni 基 625 合金ならびに Ti-6mass%Al-4mass%V (TiC 5 vol.%添加) に対して様々な加熱冷却過程を付与し, 試験片の熔融・凝固の挙動を調査した. 共焦点型高温レーザ顕微鏡 (図 1, CSLM) を用い, 熔融凝固過程のその場観察を行った. 炉は赤外線イメージ炉であり, ハロゲンランプの光が炉内上方に設置された Pt ステージ上の試験片に集光され, 加熱される構造である. レーザ顕微鏡に設置した CCD カメラにて炉体上部からその場観察する. 試験片は, Pt ステージ上のるつぼに設置した. 融点の異なる材料を用いるため, アルミナやジルコニウムなど材種や厚さの異なるるつぼを用いた.

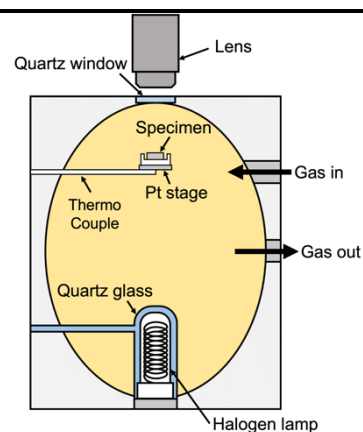


図 1 CSLM 概要図

結果：

Al 合金ならびにアルミナ製 (厚さ 0.5 mm) を用い, 固相線直下からの加熱速度を 10°C/s として観察を行ったところ, 図 1 に示すよう, 初晶と共晶部の境界から熔融が開始し, 共晶部に熔融が拡大する様子が確認される. その後の昇温により, 初晶部の熔融も確認できた. 続いて Ni 基合金を用いて検討を行った. 厚さ 0.5 mm のるつぼを用い, 1200°C 程度までの加熱によりるつぼに亀裂が生じたため, 厚さ 1.0 mm のるつぼを用い検討した. 熔融開始温度計測における加熱速度の影響を抑えるため 1000°C まで 5°C/s , 1200°C まで 1°C/s , 以降視野全体が熔融するまで 0.5°C/s として加熱を行った. その結果, 1240°C 付近で結晶粒界及び粒内の生成相が熔融し, 1260°C 付近で結晶粒界の熔融が開始し, 一度結晶粒界ので熔融が生じると, 液相が粒界に沿って素早く広がる様子が観察される (図 2).

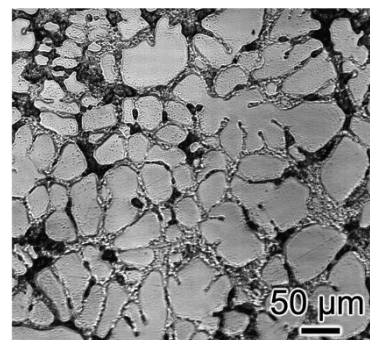


図 2 Al 合金の熔融挙動

温度は Pt ステージ下部に設置された熱電対による計測しており, 熱電対と試験片との間には Pt ステージならびにるつぼがあるため (図 1), 測定された温度と実際の試験片の温度には差が生じる. そこで, 純金属 (Cu, Ag, Ni) を用いて熔融温度と計測温度の差を導出し校正式を求めた. 厚さ 1 mm のアルミナ製るつぼを使用した場合では, $T(^{\circ}\text{C}) = 1.25 \times T_{\text{measured}} - 473$ が得られた. この結果より, 高温であるほど測定温度と実温度の差が大きくなると考えられる. また, 厚さ 0.5 mm でも同様の傾向が認められたが, その差は小さくなる一方で, 前述の通り耐熱温度が低くなった.

続いて Ti 合金を用いて検討を行った. アルミナ製るつぼを用いたところ, 1550°C 程度までの加熱によりるつぼと Pt ステージとの焼付きが生じた. そこで, 耐熱性の高い厚さ 2 mm のジルコニア製るつぼを用いたところ, 1700°C 程度までの昇温で Ti 合金の一部で熔融は認められたものの, Pt プレーットの溶損が生じた. 2 mm と厚いるつぼを用いたことで計測温度と試験片での温度差が大きくなるとともにイメージ炉の集光状態も変化したことなどに起因すると考えられる. Ti 合金の熔融・凝固現象のその場観察には, 底部が薄いるつぼや, 高融点金属のプレートの使用, 試験片の薄肉化など, 試験方法の改良が必要であることが示唆された.

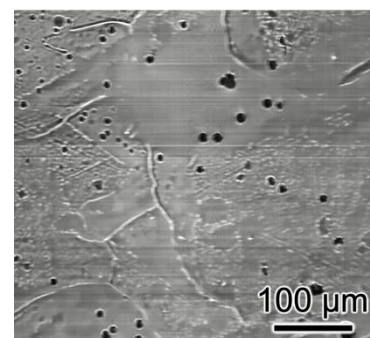


図 3 Ni 基合金の熔融挙動

研究成果の公表状況 (論文、国際・国内会議、学会発表、特許等の知財)

本年度当該研究に関する発表は有りません.