放射光を利用した鋼の凝固その場観察とその利用

Time-resolved X-ray Imaging for Observing Solidification of Steels

安田秀幸*1、柳樂知也*1、杉山明*2、吉矢真人*1、 中塚憲章*1、上杉健太朗*3、梅谷啓二*3

し はじめに

凝固その場観察は凝固後の組織である「凝固組織」ではな く、「凝固している組織」の観察であり、組織形成、欠陥発生 を実証的に明らかにでき、凝固組織制御や欠陥低減に有益な 情報が獲得できる。しかし、金属合金の凝固過程を観察する 手段は限られてきた。そのため、「凝固組織」の観察、あるい は、モデル物質を用いた凝固その場観察を用いた研究が広く なされてきた¹⁾。特に、合金と類似した凝固形態を持つ透明 有機物の凝固その場観察は、金属合金などの凝固組織形成 に共通する基盤的な原理の理解に貢献してきた。ただし、モ デル観察実験は、共通原理の理解に貢献してきた。ただし、モ デル観察実験は、共通原理の理解には強力であるが、材料特 有の凝固現象を理解するには不十分である。そのため金属材 料の凝固過程をリアルタイムに観察する実験手法の確立が望 まれてきた。

連携記事

第3世代と呼ばれる大型放射光施設がヨーロッパ、米国、 日本で運用されるにつれて、硬X線単色光の吸収イメージン グによる金属合金の凝固その場観察が実施されるようになっ た。これまでに、Sn 合金ならび Al 合金²⁻⁶、Zn 合金⁷⁾の凝 固その場観察が報告されており、凝固の研究のひとつの手段 になっている。

鉄鋼材料に関しては、1500℃以上で融液を薄膜状に保持す る技術、炭素鋼など固相と液相のX線吸収の差が小さい系で 十分なコントラストを得られるX線光学系を開発する必要が あり、先のAl合金などに比べて研究例は限られてきた。

鉄鋼材料の凝固その場観察に関する先駆的な研究には、X 線トポグラフィー法によりFe-3mass%Si合金の平滑界面、 セル界面の成長を観察した研究がある⁸⁾。この手法では、注 目した結晶粒に対して回折条件を満足するようにX線光学系 ならびに試料を配置し、同じ結晶方位を有した領域の成長を 観察している。その後、硬X線単色光を用いた吸収イメージ ングが Fe-Si 合金の凝固その場観察⁹⁰に応用されるまで、鉄 鋼材料の凝固その場観察はほとんど実施されてこなかった。

本稿では、凝固その場観察に利用できるX線イメージングの手法、ならびに、第3世代放射光施設であるSPring-8¹⁰⁾において実施している鉄鋼材料を対象とした凝固その場観察の現状¹¹⁻¹⁵⁾を紹介する。

~2、X線イメージング

(1) イメージング手法

Fig.1は凝固その場観察で利用可能なイメージング手法の 模式図である。Fig.1 (b) に示すようにトポグラフィー法によ るイメージングは、入射X線に対してブラッグ反射の条件を 満たす領域から回折されたX線ビームをモニターするイメー ジングである。このイメージングでは同じ結晶方位を有した 領域が明るく観察され、転位などの格子欠陥によるX線の干 渉を利用すれば結晶中の欠陥の形成・消滅も観察できる。凝 固過程を観察する場合、原子配置において並進対称性を持た ない液相領域からの回折ビームは非常に弱く、固相(結晶) と液相を明瞭に判別できるという長所がある。一方、観察は 回折条件を満たした領域に限られるため、複数の結晶粒を同 時に観察できないなどの短所がある。

X線の吸収量の差を検出する手法が吸収イメージングであ り、本稿で紹介する凝固その場観察はこの吸収イメージング を利用している。Fig.1 (a) に示すように、試料を透過した X 線ビームを試料の背後に配置した検出器で観察する方法であ り、もっとも単純なイメージング法である。言うまでもなく、

^{*1} 大阪大学大学院工学研究科

^{*2} 大阪産業大学大学院工学研究科

^{*3 (}財)高輝度光科学研究センター

健康診断のレントゲン撮影と原理は同じである。 透過X線の強度は次式で表される。

 I_0 は入射X線強度であり、μは線吸収係数、tは試料の厚さ である。線吸収係数μは構成元素iの質量吸収 (μ/ρ)_iと質 量密度 $ρ_i$ の積の和をとった係数であり、

となる。 ρ は平均密度、 w_i は各元素の質量分率である。質量 吸収 (μ / ρ)_iは結晶構造に依存しないので、透過X線強度は 試料中の各元素の質量吸収 (μ / ρ)_iと質量密度 ρ_i により決ま る。したがって、吸収イメージングでは物質中の組成変化を 検出できる、純物質でも固相と液相の密度が違えば固液界面 を検出できる長所がある。一方、組成・相が違っても線吸収 係数と密度の積が同程度の領域を判別できない、格子欠陥な どを検出できないなどの短所もある。

上記の方法は、放射光だけでなく、ラボスケールのX線イ



Fig.1 X-ray imaging techniques. (a) Absorption contrast, (b) topography and (c) phase contrast

メージング装置でも利用できる。一方、X線ビームの平行度 が高い放射光を利用したイメージングでは、屈折コントラス トによる観察も可能である。光速 (X線の速度) は物質の密度 に依存するため、Fig.1 (c) のように物質中に密度が異なる領 域が存在すると、透過X線は相境界付近で干渉する。この透 過X線の干渉は試料から検出器の距離に依存するので、試料 から検出器の距離を十分に確保すれば、密度差の小さい相境 界の検出も可能である。

また、積極的にイメージングに利用する現象ではないが、 平行度の高い放射光では、シャープな固液界面でX線の反射 が生じ、界面付近に組成や密度に関係のないコントラストが 生じることもある。

多数のデンドライトが同時に成長する凝固組織形成の観察 やデンドライト周辺の液相中の濃度分布の検出では、吸収イ メージングが必須であり、本稿で紹介する結果も吸収イメー ジングを基本としている。

(2) 放射光を利用したイメージング

Fig.2は種々の元素の線吸収係数μと入射X線エネルギー Eの関係¹⁶⁾である。元素によらずX線エネルギーが高くなる と線吸収係数は減少する傾向なので、透過X線強度は入射X 線エネルギーが増加するにつれて高くなる。一方、入射X線 エネルギーが増加すると、イメージのコントラストは低下す る傾向になる。検出器で観察可能な透過X線強度の確保と透 過イメージの高いコントラストの確保はトレードオフの関係に なっている。より高輝度の単色光を用いることができれば、 検出器で観察可能な透過X線強度の確保しながら、よりコン トラストの高いイメージの取得が可能になる。



Fig.2 X-ray absorption coefficient of some elements

また、鉄鋼材料などの金属合金の凝固過程その場観察で は、デンドライトが十分に形成できるスペースがあり、か つ、デンドライトがX線方向に重ならない厚さに試料厚さを 設定する必要があり、一般的な合金では数10μmから数 100μmがデンドライト成長を観察するための適正な厚さであ る。この厚さの試料を十分に透過し、かつ、吸収コントラス トを得るためには、10keVから50keVの硬X線領域の単色 光が必要となる。さらに、高い空間分解能を確保するために は、高平行度のX線ビームが必要となる。

SPring-8における放射光の輝度とX線エネルギーの関係¹⁰⁾はFig.3のように分布している。数10keVの硬X線領域では、管球から発生する特性X線に比べて非常に高い輝度のX線が広いエネルギー範囲にわたって発生しており、X線発生位置から試料位置まで数10m以上は確保できるためX線の平行度も非常に高く、金属合金の凝固その場観察に適したX線ビームが利用できる。

3 鉄鋼材料の凝固その場観察

(1) 観察方法

観察は SPring-8 に設置されているイメージングを主に行う ビームラインである 20B2 で行った。このビームラインの X線 光源には偏向磁石が用いられており、線源からおよそ 50mの 距離に炉などの観察装置を配置している。この位置での X線



Fig.3 Brilliance of synchrotron radiation at SPring-8 (SPring-8 提供)

ビームの大きさは最大で幅75mm、縦5mmであり、比較的 広い視野の観察に適している。

X線を照射する実験ハッチ内のセットアップは、Fig.4に示 すようにX線ビームの経路にチャンバー内に配置された試料 と検出器が設置されている。試料の溶解・凝固はグラファイ トヒーターを用いて行っている。試料の厚さは約100µmで あり、アルミナ、BNで構成された試料セル内に保持されて いる。検出器はサチコンと呼ばれる直接変換型X線検出器で あり、ピクセルサイズは4µm×4µmである。縦1024ピクセ ル、横1024ピクセルの画像が取得でき、観察領域はおよそ 4mm×4mmである。

(2) 純鉄の観察

Fig.5は、一定温度に保持した状態で純鉄の固液界面を静 的に観察した透過X線像(X線エネルギー:18keV)である。 このX線透過像は、試料を透過したイメージを均一なSiO2 ガラスを透過したイメージで規格化し、ダイレクトビームの 強度分布の影響を排除している。つまり、Fig.5のX線透過 像の輝度は

$$I/I_0 = \exp\left(-\mu t\right) \quad \dots \quad (3)$$



Fig.4 Setup for the in-situ observation of solidification



Fig.5 Static image of solid / liquid interface for pure Fe

に対応し、試料内の密度と濃度に依存する線吸収係数と試料 厚さの積によりコントラストが得られている。試料厚さの変 化が無視できる微小な領域では、透過像の輝度は線吸収係 数の指数関数と比例していると見なされ、組成が均一な純鉄 では密度分布のイメージングとなる。下部が固相であり、上 部が液相である。界面位置に観察される明瞭なラインは、屈 折コントラストである。界面周辺に輝度が緩やかに変化して いる領域が見られるが、これは固液界面でのX線の反射であ る。屈折コントラストだけでなく、固相と液相領域の輝度の 差から固液界面を検出することが可能である。

Fig.6は、Fig.5の A-A' のライン上の輝度の対数 ln (I/I₀) であり、密度変化に対応している。ノイズの大きさは数%程 度であり、固相と液相の輝度には5%程度以上の差がある。 純鉄の固相と液相の密度差は4.2%であり、現状のセットアッ プはこの程度の密度差があれば相境界を検出できる能力があ る。

Fig.7は一定速度で冷却した場合の純鉄の成長界面のス ナップショットである。不純物の影響でセル成長している が、固液界面を検出でき、固液界面の成長形態の観察が可能



Fig.6 Intensity of the transmission image in the vicinity of solid / liquid interface shown in Fig.5



Fig.7 Growing interface of pure Fe

である。現状、最小露光時間が60ms程度、ピクセルサイズ が4μmの時間・空間分解能の観察が確立しており、成長速 度200μm/sまでの成長界面を観察できる。つまり、現状の セットアップで、凝固組織形成の動的な観察に求められる時 間・空間分解能の要求を満たしている。

純鉄を対象とした固液界面の観察の意義は、4.2%の固相 と液相の密度差があれば凝固過程を観察できる技術が確立し たことである。マンガンのX線吸収係数は鉄のそれとほぼ同 じであり、進入型元素である炭素のX線吸収係数は鉄に比べ て無視できるほど小さく、固液界面の溶質分配によりX線吸 収の差は小さい。そのため、固相と液相の密度差による吸収 コントラストもしくは固液界面における屈折コントラストのい ずれかを利用したイメージングが、炭素鋼の凝固その場観察 には必須である。純鉄の固液界面の検出ならびに動的観察 は、炭素鋼をはじめ構成元素の吸収係数の差を利用すること が困難な系でも、密度差があれば凝固その場観察が可能であ ることを実証した。したがって、現状の観察技術でもほとん どの鉄鋼材料で凝固観察が可能であり、その場観察により獲 得された基礎的なデータが物理現象の理解、組織制御や欠陥 低減などの手法開発・検証に貢献することが期待される。

(3) 炭素鋼のデンドライト形態

Fig.8は炭素鋼のデンドライトを観察した例である。炭素 量はそれぞれ25ppm、0.3mass%、0.58mass%である。 Fig.8 (a)は25ppmの極低炭素鋼を冷却速度2K/minで冷却 したときのデンドライト(成長速度30µm/s)である。2次アー ムに比べて1次アームが太くデンドライト先端の曲率半径も 大きくなっている。また、2次アームの粗大化は短時間で終 了し、1次アーム間に液相が残留する。一般的に、凝固後の 組織観察で極低炭素鋼の2次アームの観察は困難であるが、 凝固初期にミクロ偏析が少ない状態で2次アームが消滅する 観察結果と一致している。

一方、Fig.8 (b) に示すように、0.3mass%C 鋼のデンドラ イト (成長速度 40 µm/s) は、1次アームが細く、2次デンド ライトアームがよく発達している。極低炭素鋼と同程度の成 長速度であるが、デンドライト先端の半径は小さく、アーム も細くなっている。デンドライトアームの形状は、等軸晶化 と関係しているデンドライトアームの溶断に影響すると考え られる。極低炭素鋼と0.3mass%C 鋼を比べると0.3mass%C 鋼のアームは細長いアームをしており、溶断が起こりやすこ とが容易に想像できる。

Fig.8 (c) は 0.58mass%C 鋼の ∂ 相デンドライトである。 状態図上では初晶は γ 相であるが、∂ 相の核生成が γ 相の核 生成に比べて容易であるため、∂ 相が核生成・成長するケー スがしばしば観察された。その場観察の試料は 10mm × 10mm×100 μ m であり、観察領域は4mm である。このよう な微小な領域における凝固現象をcmオーダーの鋳片の凝固 現象に単純に適用することはできないが、凝固のごく初期段 階では δ 相の核生成、そして γ 相への遷移が起こっている可 能性がある。

鉄鋼材料がデンドライト形態で凝固することは周知の事実 であり、単なるデンドライト成長の観察では、その意義は低 い。しかし、他の金属材料に比べて多くの研究が蓄積されて きた鉄鋼材料における凝固プロセスは、微量な合金元素の違 いによる鋳造欠陥の発生などそれぞれの鋼種の「個性」に関 係した課題が少なくない。凝固その場観察は、所望の材料の 凝固組織形成を直接観察でき、その「個性」を理解する有力 な手段である。現実の材料を使ったその場観察は、それぞれ の材料の「個性」を眼前にさらすことができ、「個性」を発現 するメカニズムの解明につながれば、各材料の「個性」と「気 質」を理解する新たな凝固現象の体系化が可能になる。

(4) デンドライトアームの粗大化過程

Fig.9は、冷却速度10K/minで0.30mass%C 鋼を冷却し たときのデンドライトアームの粗大化を観察した結果であ る。(a)は凝固初期、(b)は凝固途中、(c)は凝固末期のX線 透過像である。2次デンドライトアームの粗大化過程は、デ ンドライトの1次アームの側面に形成された2次アームが淘 汰される過程(便宜的にステージIと呼ぶ)とそれに続いて選 択された2次アームが合体する過程(ステージII)に分けられ た。前者は、特定の2次アームの成長が停止し、周辺の2次 アームとの粗大化により消滅する過程である。後者は横に並 んだ2次アームの谷の部分が成長し、2次アーム同士が合体 する過程である。

冷却速度 10K/min で 0.30mass%C 鋼を冷却したときのデ ンドライトの2次アーム間隔と部分凝固時間の関係を Fig.10



Fig.9 Coarsening of the secondary dendrite arms in 0.3mass%C steel



Fig.10 Dendrite arm spacing during coarsening for 0.3mass%C steel



Fig.8 Dendrites of carbon steels. (a) Ultra low carbon steel, (b) 0.3mass%C steel and (c) 0.58mass%C steel

に示す。ステージIは2次アームの粗大化過程であり、2次アー ム間隔は部分凝固時間のおよそ1/3乗に比例して粗大化して いる。種々の冷却速度の観察結果に対してステージIからス テージIIに移行する時点の2次アーム間隔を凝固組織で観察 される2次アーム間隔λIIと仮定すれば、2次アーム間隔入II と部分凝固時間tsは次式で示される。

 $\lambda_{\rm II} \propto t^{1/3}$ (4)

凝固組織の観察において観察される2次アーム間隔は、ス テージIからステージIIに移行する領域のミクロ偏析から検 出されていると考えられる。ステージIの粗大化は従来の粗 大化モデルと一致した現象であり、よく知られた式(4)の関 係を満たすことは当然とも言える。ただし、ステージIからII に移行する時点の2次アーム間隔は凝固初期の2次アーム間 隔に比べて2倍から3倍になっている。つまり、50%から 70%の2次アームが淘汰された状態が一般的な凝固組織観察 で観察されていることになる。

ステージIIは2次アームの淘汰ではなく、合体により粗大 化が起こっているため、部分凝固時間の1/3乗から大きく上 方にずれている。この過程では1次アーム間や粒界に膜状の 液相が形成される。さらに凝固が進行すると液膜は固相の合 体に分断され、液相が固相に分断された液滴状態に分布する 組織に変化する。

液相が膜状になった固液共存状態では、結晶粒は液相で 分断されており、外部から力が作用すると固相は比較的容易 に移動・変形する。一方、厚さは薄い膜状のチャンネルは液 相の流動に対する粘性抵抗を大幅に増加させ、固相の移動・ 変形に追随してチャンネル内への液相の流入が困難になる。 もし、チャンネル内に液相が流入しない状態が発生すれば、 その箇所には割れが生じる。したがって、ステージⅡにおけ る膜状の液相が残留する状態は、割れが発生しやすい脆化領 域である。割れはS、Cuなどの溶質濃度に対する感受性が 高いことが知られているものの、膜状の液相の形成過程やそ の形態変化に関する実証的な実験データはないが、凝固その 場観察は割れ感受性の高い元素の凝固末期の組織形成への 寄与を明らかにできる。今後、その場観察が進めば、固液共 存状態における組織変化から鋳片の脆性を議論でき、凝固 シェルの脆性の理解が深まると考える。さらに、実証的デー タに基づいた固液共存状態における変形のモデル化、シミュ レーション技術の開発につながれば、応用面でもその意義は 高い。

(5) 凝固過程における δ 相から γ 相への変態

炭素鋼の凝固では∂相と液相からγ相を形成する包晶反応

が凝固過程で起こる。∂相からγ相への変態は体積収縮を伴 うため、凝固シェルの変形や割れに関与する可能性がある。 しかし、∂相からγ相への変態に伴う体積収縮によるひず み・応力の発生機構は十分には理解されていない。

固相と液相が共存した凝固シェルの力学特性は固相率に影響されるが、それだけで十分に表すことはできない。∂相か らγ相への変態に伴う体積収縮や外力に対して、固体同士の 接触による固相間に働く力(デンドライト間に生じる力)、デ ンドライトアーム間の液相に生じる圧力分布(デンドライト アーム間の液相流動)は、凝固の進行に伴って変化する凝固 組織に依存する。さらに、固相と液相が共存した凝固シェル は粘弾性的な性質を示し、∂相からγ相への変態における体 積収縮量の大きさだけでなく、体積収縮の速度も凝固シェル に発生する応力に影響する。凝固過程における包晶反応、∂ 相からγ相への変態のその場観察は他の手法では得られない 組織とその時間発展の情報を提供できる。

Fig.11 (a) は、冷却速度 10K/min で 0.44mass%C 鋼を凝 固させた観察結果である。∂相とγ相の密度差は、液相と∂ 相の密度差に比べて小さく、∂相とγ相の境界は明瞭ではな いものの、∂相からγ相への変化を吸収イメージングで検出 できている。初晶∂相のデンドライトが成長し、その後、γ 相が∂相デンドライトの根本から先端に向かって成長した。 γ相がデンドライト先端に到達すると、γ相デンドライトが成 長を開始した。

冷却速度 50K/min で 0.44mass%C 鋼を凝固させた観察結 果が Fig.11 (b) である。γ相の生成がないままδ相の凝固が ほぼ終了した後、観察領域全体が1フレーム間 (1s)の間にδ



(b)

Fig.11 Transformation from the δ phase to the γ phase. (a) 10K/min and (b) 50K/min

相からγ相に変態した。変態後の組織で白く見える領域は変 態に伴う体積変化により生じた試料のくぼみである。多数の 黒い領域はγ相への変態過程でブラッグ条件を満たして入射 X線の一部が回折された領域である。この観察結果は、∂相 がγ相に対して十分に過冷した状態から一気に∂相からγ相 への固相変態が起こったことを示している。

凝固過程における∂相からγ相への変態は、まだ十分には 理解されていないが、少なくとも凝固その場観察の結果は∂ 相からγ相への変態に多様なモードがある可能性を示してい る。凝固シェルに発生する応力・ひずみは変態モードに強く 依存するので、変態モードを考慮した凝固シェルの変形など への発展が考えられる。

(6) Fe-Si 合金における液相中 Si 濃度の計測

吸収イメージングの特長は、透過X線強度は組成と密度の 関数である線吸収係数と厚さを反映しており、組成分布をリ アルタイムで測定できる点である。Feの吸収係数と大きな差 がある元素が置換型で固溶する合金系では、透過X線強度の 組成依存性は高くなる。Fe-Si合金はこのような組成分布が 観察できる系である。

観察の方法は基本的に炭素鋼の観察と同じである。ただ し、入射X線強度が変動しているため、入射X線強度、透過 X線強度を測定するためのイオンチャンバーを試料の前後に 設置し、入射X線強度の補正を行っている。

凝固過程における透過X線強度Is、は試料ならびに試料セルの吸収を含んでいる。

$$I_{s}/I_{o} = \exp\left(-\mu_{cell} t_{cell}\right) \exp\left[-\mu_{s}\left(x, y, \tau\right) t\left(x, y\right)\right]$$
.....(5)

試料の吸収係数μsは位置x、yと時間τの関数であり、厚さ は変化しないと仮定している。凝固前の均一な液相状態の透 過X線強度Lならびに試料セルの透過X線強度Lは、次式 で表される。

$$I_L/I_0 = \exp\left(-\mu_{\text{cell}} t_{\text{cell}}\right) \exp\left[-\mu_L t(x, y)\right] \quad \cdots \cdots \quad (6)$$

上記の3種類のX線透過強度から、試料厚さtの寄与を取り 除いた線吸収係数の相対的な変化の情報を得ることができ る。

$$\frac{\mu_{\rm s}\left(\mathbf{x},\,\mathbf{y}\right)-\mu_{\rm L}}{\mu_{\rm L}}$$
 (8)

線吸収係数は式(2)に示すように密度と組成に依存し、Si 濃度の変化が小さい場合にはSi濃度とほぼ線形の関係にあ り、液相中の濃度分布を評価できる。

Fig.12は、冷却速度 2K/min で凝固した Fe-5.3mass%Si 合金の観察結果であり、イメージの輝度は式(8)に対応して いる。デンドライトの1次アーム、2次アームが明瞭に観察さ れている。図中の□の部分(80µm各)の線吸収係数の相対 変化を Fig.13に示す。線吸収係数の変化、つまり液相中の Si 濃度変化は Fig.12の A 付近から開始している。デンドライ ト先端の前方 1mmの領域から検出可能な Si 濃度が変化して おり、デンドライト先端を結んだデンドライトエンベロープの 前方 1mmに有意な Si 濃化層が存在していた。さらに、デン ドライトエンベロープが□の位置に到達する B の時点の Si 濃 度の濃化は、凝固末期に検出された Si の濃化のおよそ 50% 程度になっている。この観察条件では、デンドライトエンベ ロープ前方への溶質排出は大きく、組織形成に影響しいるこ とが明らかになった。

近年、セルラーオートマトン法などデンドライト成長理論



Fig.12 Imaging of absorption coefficient change in Fe-5.3mass%Si steel



Fig.13 Change in absorption coefficient at the square indicated in Fig.12

とマクロな温度分布を連成させた凝固組織予測がさかんにな されている。デンドライト成長理論では孤立デンドライトを 仮定した熱・物質輸送を基礎としている。観察結果は、成長 速度が比較的遅い条件ではデンドライトアーム間から液相領 域への物質輸送は無視できず、周辺のデンドライトから排出 された溶質濃化層がデンドライト成長に影響していることを 示している。組織予測をさらに発展させるためには、相互の 干渉を考慮したデンドライト成長のモデル化、シミュレー ションが必要となる。凝固その場観察はモデル化に必要な条 件を提供するだけでなく、その妥当性を評価するデータとし ても利用できる。

4 まとめ

放射光施設 SPring-8の硬 X 線単色光による吸収イメージ ングを用いて、純鉄、炭素鋼、珪素鋼、ステンレス鋼など 種々の鉄鋼材料を対象として凝固その場観察が可能になりつ つある。また、構成元素の吸収係数差の大きい合金系では、 凝固過程における液相中の2次元組成分布の時間発展も測定 できる。また、凝固その場観察における空間分解能(ピクセ ルサイズ)は1μm程度、時間分解能(露光時間)は100ms 程度まで向上している。凝固理論の確立・検証だけでなく、 実用材料の個性を実証的に明らかにできる意義は高い。

現状の凝固その場観察は、ある意味で凝固現象を受動的に のぞき見していると言える。厚さが100µmの試料における 凝固潜熱の放出は試料表面から容易に起こるので、潜熱の放 出が冷却速度を律速しない。つまり、潜熱放出に律速され ず、任意の温度履歴を実現できるため、鋳片の表層部から中 心部までの温度履歴の再現が可能である。今後は、積極的に 所望の温度履歴を再現した凝固組織形成のシミュレーターの 機能も凝固その場観察技術が担うと考える。

また、他の観察・計測手法と組み合わた吸収イメージング が今後の技術的課題である。例えば、トポグラフィー、回折 実験、蛍光X線分析、CT(トモグラフィー)などの観察・測 定技術を組み合わせることができれば、組織形成の時間発展 と同時に応力・ひずみ、結晶構造とその方位、偏析、3次元 構造の組織観察なども観察・測定できる。また、空間分解能 が向上すればより微細な組織形成も観察可能であり、凝固現 象だけでなく固相変態、析出過程の観察にも応用できること は言うまでもない。

謝辞

本稿で紹介した鉄鋼材料の凝固その場観察は、産発プロ ジェクト展開鉄鋼研究(平成20-22年)、SPring-8の長期利 用課題、一般課題により実施した成果であり、助成に対して 感謝いたします。また、鉄鋼材料の凝固その場観察は、これ までの研究室の大学院生、学部学生の協力により実現できた 実験手法である。

参考文献

- 1) 例えば H.Esaka, W.Kurz, J.Cryst. Growth, 72 (1985) 578.
- 2) R.H.Mathiesen, L.Arnberg, F.Mo, T.Weitkamp, A.Snigirev: Phys. Rev. Lett., 83 (1999), 5062.
- H.Yasuda, I.Ohnaka, K.Kawasaki, A.Sugiyama, T.Ohmichi, J.Iwane and K.Umetani : J.Cryst. Growth, 262 (2004),645.
- N.Mangelinck-Noel, H.Nguyen-Thi, G.Reinhart, T.Schenk, V.Cristiglio, M.D.Dupouy, J.Gastaldi, B.Billia and J.Hartwig : J.Phys. D, 38 (2005) A28.
- 5) B.Li, H.D.Brody, D.R.Black, H.E.Burdette and C.Rau : J.Phys. D, 39 (2006) , 4450.
- 6) G.Reinhart, A.Buffet, H.Nguyen-Thi, B.Billia, H.Jung, N.Mangelinck-Noel, N.Bergeon, T.Schenk, J.Hartwig and J.Baruchel: Metall. Mater. Trans. A, 39A (2008), 865.
- 7) H.Yasuda, T.Nagira, H.Harada, T.Sawai, H.Sindoh and K.Nishimura : Proc. 7th Int. Conf. Zinc and Zinc alloy Coated Steel Sheet, (2007), 545.
- 8) T.Matsumiya, W.Yamada, T.Ohashi and O.Nittono: Metall. Mater. Trans.A, 18 (1987), 723-727.
- 9) H.Yasuda, Y.Yamamoto, N.Nakatsuka, T.Nagira, M.Yoshiya, A.Sugiyama, I.Ohnaka, K.Umetani and K. Uesugi : Int. J.Cast Met. Res., 22 (2009), 15.
- 10) SPring-8 大型放射光施設 Web サイト http://www.spring8.or.jp/
- 11) N.Nakatsuka, H.Yasuda, T.Nagira, M.Yoshiya and Y.Yamamoto : CAMP-ISIJ, 22 (2009) , 177.
- 12) H.Yasuda, N.Nakatsuka, T.Nagira, M.Yoshiya and Y.Yamamoto : CAMP-ISIJ, 22 (2009) , 178.
- 13) H.Yasuda, N.Nakatsuka, Y.Yoshizawa, T.Nagira and Y.Yoshiya : CAMP-ISIJ, 22 (2009), 798.
- 14) N.Nakatsuka, A.Nakamura, K.Hashimoto, T.Nagira, M.Yoshiya and H.Yasuda : CAMP-ISIJ, 22 (2009) 799.
- H.Yasuda, N.Nakatsuka and M.Yoshiya : CAMP-ISIJ, 22 (2009), 800.
- 16) National Institute of standards and Technology Web サイト http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/ cover.html

(2009年10月26日受付)