

論文 / 著書情報
Article / Book Information

題目(和文)	Weck ' s試液を用いたカラーメタログラフィーによるA356アルミニウム合金のミクロ組織解析
Title(English)	Microstructure analysis of A356 aluminum alloy by color metallography using Weck ' s reagent
著者(和文)	LEISIMIN
Author(English)	Simin Lei
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第12087号, 授与年月日:2021年9月24日, 学位の種別:課程博士, 審査員:熊井 真次,村石 信二,中村 吉男,史 蹟,小林 郁夫
Citation(English)	Degree:Doctor (Engineering), Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第12087号, Conferred date:2021/9/24, Degree Type:Course doctor, Examiner:,,,,
学位種別(和文)	博士論文
Category(English)	Doctoral Thesis
種別(和文)	審査の要旨
Type(English)	Exam Summary

(博士課程)

論文審査の要旨及び審査員

報告番号	甲第		号	学位申請者氏名		LEI SIMIN	
		氏名	職名		氏名	職名	
論文審査 審査員	主査	熊井 真次	教授	審査員	小林 郁夫	准教授	
	審査員	村石 信二	准教授				
		中村 吉男	教授				
		史 蹟	教授				

論文審査の要旨 (2000 字程度)

本論文は「Microstructure analysis of A356 aluminum alloy by color metallography using Weck's reagent」と題し、英文で書かれ、全5章で構成されている。

第1章「General introduction」では、金属組織観察手法の一種であるカラーメタログラフイーの種類とそれらのカラーコントラストの発現原理について概説している。本研究で用いた Weck's 試液 (3.81%KMnO₄-0.15%NaOH 水溶液 (mol%)) を用いてセミソリッドダイカストした A356 アルミニウム合金 (Al-7%Si-0.35%Mg(重量%))、以下 A356 合金) 試料を腐食すると、試料表面には conversion coating により MnO₂ のアモルファス薄膜が形成すること、 α -Al 固溶体相 (以下 Al 相) のミクロ組織やミクロ偏析によって、厚さならびに下地の Al 相との高低差や粗さが異なる薄膜が生成し、これを光学顕微鏡で観察すると、薄膜表面と薄膜の下地から反射された光の干渉ならびに MnO₂ による光の吸収によって色彩の違いが生じることを説明している。そして本着色腐食法で得られるカラーコントラストが、EMPA による組成分析で得られた Al 相内の溶質元素のミクロ偏析と極めてよい対応を示すことから、本手法が定性的ではあるものの、EPMA 等による局所的な組成分析に比べ、簡便・安価で効率よく、Al 相中のミクロ偏析挙動を広範囲に調査する方法として極めて有用であると述べている。次に過去の研究について調査したところ、A356 合金は、初晶 Al 相とそれを取り巻く共晶凝固相 (Al 相+Si 相) からなる特徴的な組織を呈するが、初晶 Al 相内部のカラーコントラストに関しては、詳細な調査が行われているものの、共晶凝固相のカラーコントラストに関してはほとんど調べられていないと述べている。また、これまで明瞭なカラーコントラストを得るための腐食時間に関しては検討が行われているが、腐食温度、すなわち試液の温度については系統的な検討が行われておらず、明瞭なカラーコントラストを得るために最適な腐食時間ならびに温度条件の確立が重要であると指摘している。さらに本着色腐食法を用いると、半熔融状態に保持した A356 合金を室温に急冷して得られる組織から急冷前の半熔融状態で存在していた固相領域を識別することが可能であり、これが半熔融状態での固相率推定法として利用できることとされているが、これは小型の試験片を高い冷却速度で凝固させた場合に得られた結果であり、本着色腐食法が半熔融状態での固相率推定法として有効であることを証明するには、実際の製品に近い比較的大型の試験片を徐冷した場合においても識別が可能かどうか明らかにする必要があると述べている。以上のように、本腐食法において未解明であり、さらなる検討が必要であると考えられる課題を列挙し、これらについて明らかにすることが本研究の目的であると

述べている。

第2章「Coloring behavior in the eutectic solidified region of semi-solid die-cast A356 aluminum alloy etched by Weck's reagent」では、Weck's 試液によって腐食した試料の光学顕微鏡像において、共晶凝固相 (Al 相+Si 相) の組織形態によってカラーコントラストがどのように変化するか調べている。また、その原因について SEM による試料表面観察、STEM ならびに EDS による試料の断面観察結果から考察している。すなわち共晶 Al 相と板状あるいはさんご状の Si 相が層状に配列した As cast 材においては、共晶凝固は全体に青色を呈する。これに対し、試料を高温で加熱保持した試料 (以下溶体化処理材) では、粒状化した Si 相が共晶 Al 相中に分散した組織となり、この場合は全体が薄茶色を呈すること、また溶体化処理材の共晶凝固部には、As cast 材では見られないネットワーク状の組織が観察されることを明らかにしている。各試料の共晶凝固部より FIB により微小試料を採取し、試料断面の薄膜を作製し、STEM による腐食層最表面近傍断面の組織観察ならびに EDX による化学組成の分析を実施したところ Al 相上には MnO_2 薄膜が生成しているが、Si 相上には MnO_2 薄膜は生成していないことを明らかにしている。また、共晶凝固部ネットワーク状の組織は、Al 相内において、粒界あるいは亜粒界に沿い、粒内の形態と異なる MnO_2 薄膜が生成していることを反映するものであることを明らかにしている。

第3章「Effect of etching time and temperature on coloration by Weck's reagent」では、As cast 材ならびに溶体化材それぞれについて、明瞭なカラーコントラストを得るための最適な腐食条件 (腐食時間ならびに腐食温度) を探索している。これには常に同じ組織を有する箇所、すなわち同じ試料中の同じ場所を観察して、そのカラーコントラストを比較する必要がある、そのため腐食とごく僅かな量の研磨を繰り返し実施する手法を駆使し、組織の定点観察が可能な試料の作製を行っている。最も明瞭なカラーコントラストは、conversion coating によって生成する MnO_2 被膜の形状、すなわち厚さ、ならびに下地の Al 相との高低差や粗さが場所によって大きく異なる場合に得られ、これを実現する条件は、As cast 材では 25°C 、12s が、溶体化材では 15°C 、12s であることを見出している。

第4章「Applicability of Weck's reagent for accurate evaluation of solid fractions with different cooling rates」では、直径 30mm、高さ 100mm の大型の円柱状 A356 合金のインゴットと、予めこれより採取した $20 \times 10 \times 6\text{mm}$ の小型の試験片を半熔融温度まで加熱し、その後急冷した試料について詳細な組織解析を行い、半熔融状態での固相量からの増加分、すなわち冷却中に初晶 Al 相から成長した固相の形態や量が、Weck's 試液による着色腐食によって識別可能かどうか検証を行っている。その結果、識別は可能であり、大型のインゴットを冷却した場合の組織においては、小型試験片に比べて冷却速度が遅いため冷却中に生成する固相量が大きいことを明らかにしている。よって、冷却中の固相成長量を考慮すれば、半熔融状態からの冷却速度によらず、半熔融温度での固相率を正確に推定することが可能であると結論している。

第5章「Summary and general conclusions」では、各章で得られた成果を総括している。

以上を要するに本研究は Weck's 試液による着色腐食を用いたカラーメタログラフィーが、定性的ではあるものの簡便・安価で効率よく、Al 相中のマイクロ偏析挙動を広範囲に調査する方法として極めて有用であることを証明し、かつ最適なカラーコントラストを得るための条件について明らかにしたものであり、工学上ならびに工業上貢献するところが大きい。よって本論文は博士 (工学) の学位論文として十分な価値があるものと認められる。

注意:「論文審査の要旨及び審査員」は、東工大リサーチポジトリ(T2R2)にてインターネット公表されますので、公表可能な範囲の内容で作成してください。