

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 5月31日現在

機関番号：34407

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560773

研究課題名（和文） 熔融アルミ合金中に形成される気泡に関する基礎研究

研究課題名（英文） Basic Study for the formation of bubbles in molten aluminum.

## 研究代表者

杉山 明 (Akira SUGIYAMA)

大阪産業大学・工学部・教授

研究者番号：10335375

研究成果の概要（和文）：高輝度放射光および透過 X 線を利用して熔融 Al 合金中に形成される気泡の形成過程を直接観察を試みた。鉛直に立てた細管から気泡が生じる過程、ならびに熔融金属中を浮上する過程について観察することができた。一方、壁面との濡れを考慮した水平方向の気泡形成では、細管と気泡の濡れが大きく、気泡の浮上過程を観察することができなかった。気泡発生のための境界条件の最適化によって、より詳細な観察が可能となる。

研究成果の概要（英文）：Direct observation of the formation of bubbles in molten aluminum was carried out by using X-ray imaging technology. The formation process and the levitation process of bubbles from the vertical pipe were observed. The horizontal pipe, however, the bubble wetted the pipe and wall. It is necessary to optimize the boundary condition for bubbles formation.

## 交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2010年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2011年度	600,000	180,000	780,000
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・金属生産工学

キーワード：鋳造，欠陥，ポロシティ，放射光，直接観察

## 1. 研究開始当初の背景

近年の省エネルギー化において各種工業製品の軽量化は、特に輸送機器における鉄基材料の Al 合金への変換を加速させている。しかしながら、ケースやフレームなどの構造部材への適用は多く見られるが、重要部品への Al 合金の使用率は依然として低い。これ

は、凝固欠陥を主要因とする信頼性の低さが原因と考えられる。凝固欠陥には収縮巣や気泡、酸化皮膜などがある。欠陥を低減するために、たとえば鋳造法では充てん完了時や必要箇所に高圧を付与することで気泡を圧縮し、減少を試みている。また、母材の溶解過程や雰囲気管理し、キャビティを減圧する

ことで大気と溶湯との接触を防いで、気泡や酸化皮膜の巻き込みを抑制し気泡の生成を制御する手法が研究開発されている。しかしながら、これらは気泡の生成メカニズムに立脚する改善手法ではなく、已然として気泡の生成機構や挙動、酸化皮膜の挙動などに関しては不明な部分が多い。Al合金の信頼性向上のためには製造プロセスの改善のみならずポロシティの生成機構を解明し、制御する技術の開発が不可欠である。

上記の様な観点から、ポロシティの基礎的な形態として気泡に着目し、熔融 Al 中の気泡の生成過程、形態や挙動を直接観察し、そのメカニズムを解明することでポロシティに関する基礎データを蓄積することが重要である。

凝固中の金属内部を詳細に直接観察するための手段として、放射光などの透過 X 線の利用が盛んになってきている。申請者はこれまでに大型放射光施設である SPring-8 において、金属材料の凝固過程の直接観察を行ってきた。放射光を利用することによって可視光では見ることができない不透明な金属内部の様子を高い空間分解能（最大約 4mm/pixel）と時間分解能（0.33sec/コマ）で記録できる。この謂わば、最先端の科学の眼を最大限活用することで、従来明らかにされて来なかった、熔融金属中の気泡挙動を解明が期待される。

## 2. 研究の目的

熔融 Al 合金中における気泡の挙動を直接観察することを目的とする。気泡の生成方法としては二種類を想定する。すなわち、鋳型下部から強制的にガスを導入し気泡の生成を行う場合と、熔融状態で雰囲気に加圧・減圧を行い、溶存ガスの形成を行う場合を考える。

この時、ガスの種類を不活性ガスや空気などに変更し、ガスの種類が気泡挙動に及ぼす影響について調査する。さらに、強制的に気泡を導入する場合、導入の方向を鉛直・水平の 2 種類設定する。特に、水平方向の気泡は、鉛直鋳壁からの気泡生成を想定している。

## 3. 研究の方法

上述の観察実験を遂行するための手段として、(1)大型放射光施設 (SPring-8) ならびに(2)産業用透過 X 線装置を利用した。

(1)SPring-8 における気泡の導入に際しては、図 1 に示すような試料セルを考案した。

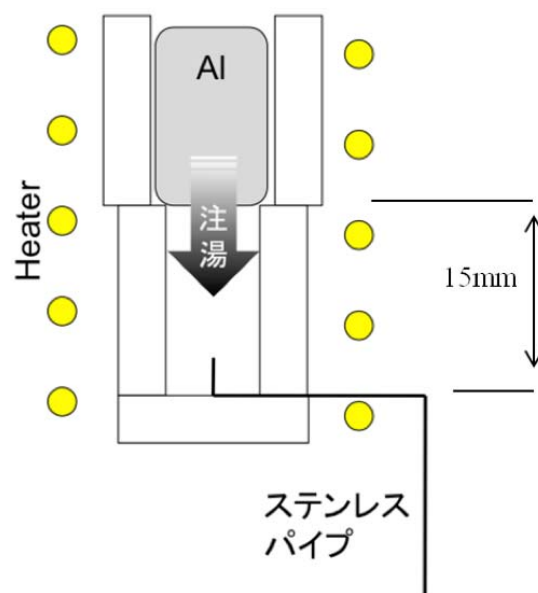


図 1 試料観察セル

鋳型は $Al_2O_3$ にて作成し、溶湯には工業用純Alを使用した。キャビティの大きさは、およそ  $12^W \times 50^H \times 10^D$  mmであり、上下に二つの空間を設定した。試料の溶解に際しては、酸化皮膜の影響を排除するため、図 1 のようにキャビティ上方で溶解した後、キャビティ内に注湯する方式とした。このようにすることで、酸化皮膜に覆われないフレッシュな溶湯が細管の周囲に充填され、溶湯内への気泡生成が可能となった。また、

気泡径は細管の外径に依存するため、入手できる最も細いステンレス管（外径0.3mm）を使用した。鋳型および試料を黒鉛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。なお、外部からガスを導入するため、ステンレスパイプの入り口はチャンバー外とした。Alブロックは真空チャンバー内で溶解、注湯した。溶解に際してはチャンバー内を1~2Paの減圧雰囲気とした。Al溶湯内にステンレスパイプを通じて高純度Arガスを導入した。真空チャンバー内に減圧雰囲気でガスを導入したため、各気泡は短い間隔で発生する可能性が高い。そこで、アルゴンガスの流量をデジタルマスフローコントローラで制御した。

SPring-8における観察のビームラインとしてはBL20B2を利用した。このビームラインは、X線イメージングに特化したラインであり、医学をはじめ様々なイメージングの実験を行うことができる。撮影には、撮像管の一種であるSaticonを利用した。得られた画像は連続した静止画として記録した。記録の際の時間分解能は最大約1/30秒であるが、SN比の向上と記録時間の延長のために適宜積算して記録した。本研究では積算回数を30回とし、約1秒ごとに記録した。さらに、動きの早い被写体に対しては、可視光変換型CCDカメラを利用した。この場合、露光時間を約100msとして記録した。ただし、いずれの場合も、イメージのサイズが約5mm×5mmに制限されるため、気泡の発生過程の観察は可能でも、浮上等の挙動の観察は困難である。

(2)産業用透過X線装置においては、比較的広い視野（直径約150mm）を利用して気泡の浮上挙動を観察した。用いた観察用試料セルはSPring-8と同じ構造としたが、

キャビティの大きさを、 $12^W \times 100^H \times 10^D$  mmとした。試料は、図2に示す溶解炉内で溶解させた。

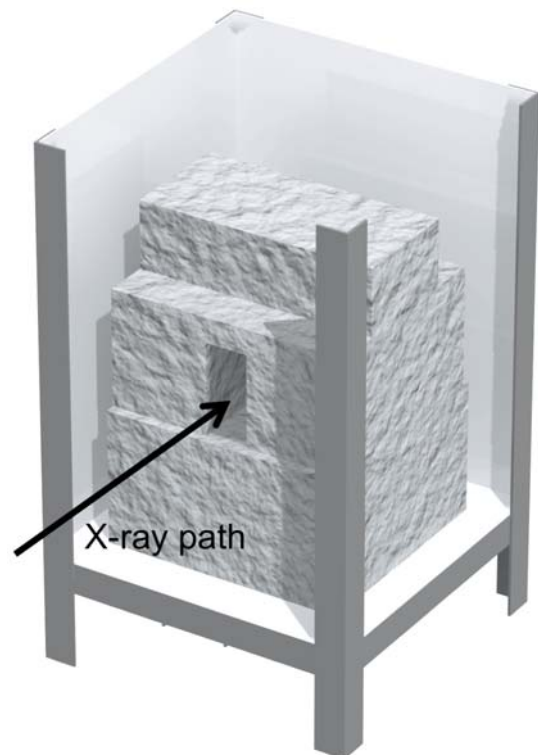


図2 溶解炉外観

気泡生成のためのガスは、SPring-8と同様に、ステンレス細管を用いて、試料セル内に導入した。気泡流量は、デジタルマスフローメータを用いて調整した。

ガス浮上の様子は、高速度ビデオカメラで撮影した。露光時間は1/1000秒、記録時間約8秒とした。

#### 4. 研究成果

(1)SPring-8で得られた結果の一部を図3に示す。図の底部中央にある黒色の物体がステンレスパイプである。気泡は画面右に傾いた状態で形成された(図3(a))。溶湯内部にガスが侵入する場合、溶湯を押しよけて空間を広げる必要がある。導入初期はパイプからのガスの供給量が溶湯ヘッドに対して不十分であり、溶湯と鋳型の隙間から侵入したも

のと考えられる。ある程度ガスが供給されて体積が増大すると浮力が増加し、パイプ上方へと気泡が「立ち上がった」状態となった(図3(b)~(d))。その後、ガスの供給に応じて気泡体積は増加し(図3(e)~(g))、やがて気泡を引き止めていた Al 溶湯と気泡間の表面張力よりも浮力が大きくなり、気泡は画面上方へと上昇した(図3(h))。なお、図3(g)から(h)にかけては、気泡底部が長く引き伸ばされた状態となり、記録上の1コマ(約1秒)で分離上昇した。

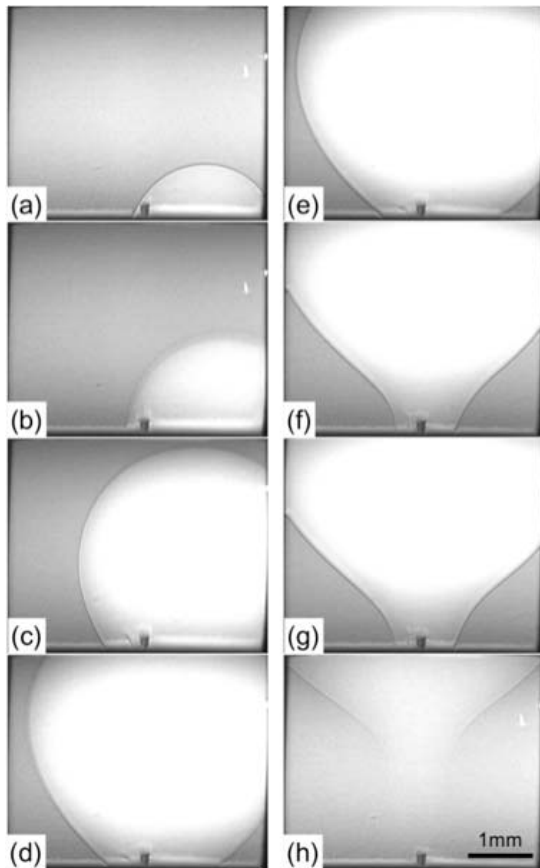


図3 溶融 Al 内での気泡形成挙動

浮力によって分離する直前の気泡の最大径は、観察領域を超えているため厳密に測定できないが、外挿することでおおよそ6mm程度と考えられる。キャビティの奥行きは約10mmであるため、球形に近い気泡が形成できたと考えられる。気液の界面は非常に平滑かつ明瞭であった。

図3の後、直ちに次の気泡が形成され、極めて類似した挙動を示した。

ガス流量を調整して、気泡の発生頻度を大きくした場合の結果を、図4に示す。

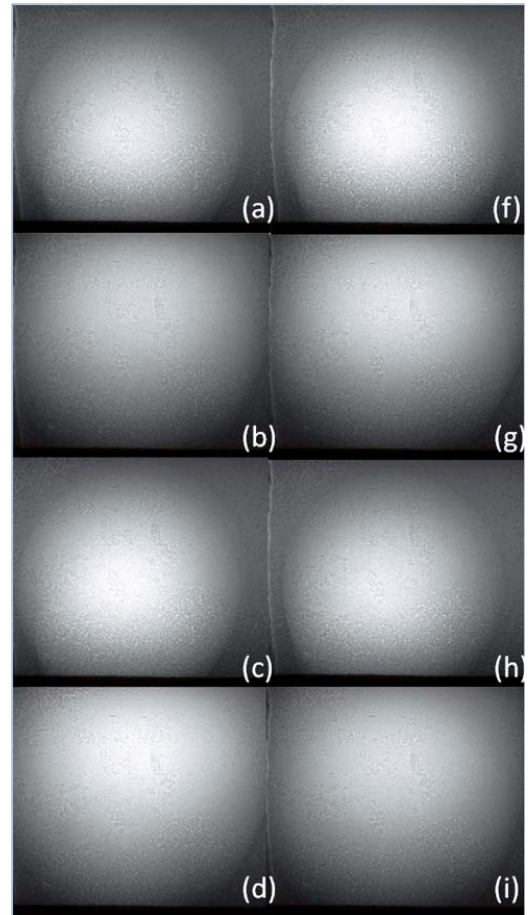


図4 発生頻度を大きくした気泡発生挙動

図4(a)(c)(f)(h)は全て個別の気泡である。観察時間内に、次々に発生した気泡を示している。図4(a)直前の写真は観察することは出来なかった。真空チャンバー内で減圧雰囲気が発生したため、各気泡は短い間隔で発生し、気泡が最初に生じる過程は撮影困難であった。さらに、気泡は発生直後に破れて次の気泡が出現した。そのため、本実験の時間分解能では発生した一つの気泡おける状態は二つしか記録されていない。

本実験によって、気泡の発生頻度を大きくした場合、図3のように細管から引き伸ばさ

れるような状態は生じないことがわかった。また、記録用カメラの時間分解能の問題で、気泡の発生消滅過程を明確に観察することが困難であった。今後、カメラの性能向上に伴い、より詳細な観察が可能になると期待される。

次に、細管を水平方向に設置し、鋳型の垂直鋳壁や中子から発生する気泡を模擬した実験を行った。溶湯中で鋳型と接する気泡の挙動を明らかにするとともに、固体壁からの分離挙動を動的過程に於いて観察した。なお、本実験でのガス導入に際しては、内径 0.15mm 外径 0.3mm のステンレス細管をセラミックス陶管で被覆したパイプを使用した。パイプは鋳型の側面鉛直壁から水平方向に挿入し、鉛直壁からの距離を変えることで壁との濡れ性を比較した。鋳型内の様子は、可視光変換型 CCD を用いて撮影した。

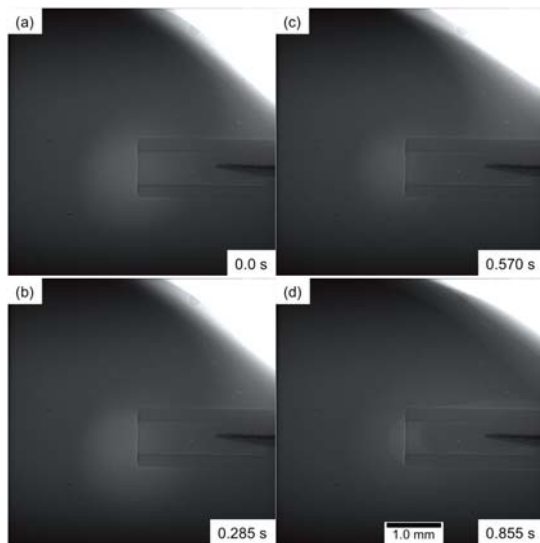
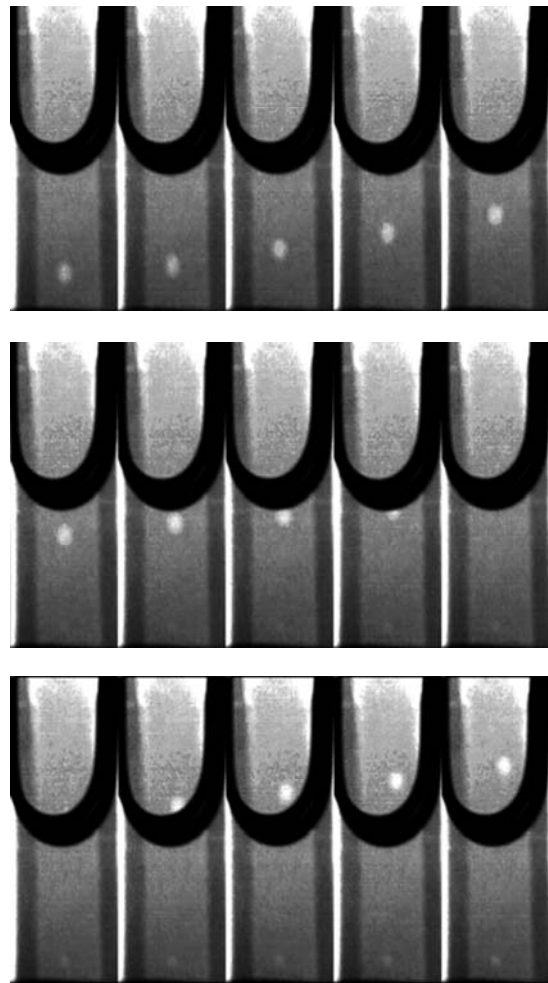


図 5 水平細管からの気泡

陶管にて保護したステンレスパイプに Ar ガスを導入し、形成された気泡の一例を図 5 に示す。図は、約 0.3 秒ごとの連続写真であり、陶管先端（画面中央）付近に気泡を観察することができた。しかしながら、気泡の挙動に対して露光時間が長すぎるため、気液界面を明瞭に観察することは出来なかった。気

泡は陶管先端から分離すること無く、陶管に沿って壁面方向に移動し、さらに鋳壁に沿って溶湯表面に抜けた。鉛直の鋳壁面から溶湯内に流出するガスを想定した場合、本実験の境界条件（境界圧力：1.5MPa、流量 5ml/min）では溶湯内に気泡として形成されること無く、壁面にそって流出すると予想される。したがって、数値シミュレーション等でモデル化する場合、鋳壁に沿う状況を考慮する必要がある。境界条件によって気泡の形成過程と浮上過程を系統的に観察する予定であったが、設定可能な本実験条件で設定可能な最大圧力と最大流量で気泡形成、浮上に至らなかった。

(2)産業用透過 X 線装置で観察した結果を図 6 に示す。図中の黒いアーチ状の物体は、ヒーターである。



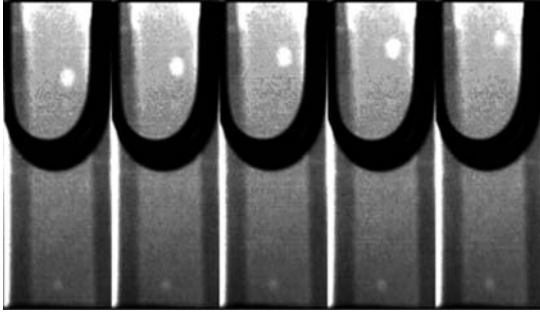


図6 気泡浮上

鉛直に立てた細管から形成・浮上する気泡を観察することができた。気泡は生成時からほぼ球形であり、形成分離挙動は、SPring8での観察結果に類似しているものと考えられる。

気泡の形状は、形成当初は上下に長い楕円状であり、浮上とともに球形に近い形状となった。形成時には、細管からの分離において、上下に引っ張られる傾向があったと推測できる。

気泡の中心位置の時間変化を図7に示す。

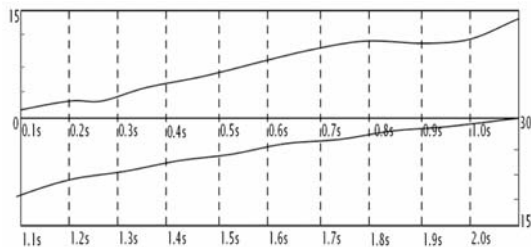


図7 気泡中心の時間変化

気泡は、一定速度で浮上している訳ではなく、途中で停滞を繰り返しながら浮上していた。最初の数秒間は、気泡発生から分離までの挙動の可能性が高い。0.8秒～1.0秒までの停滞はヒータを通過するタイミングであり、AI溶湯の対流などに関連が考えられる。また、試料溶解用のセルは角柱であり、奥行き方向の気泡挙動の観察は困難であることから、セル壁との接触等も否定出来ない。なお、気泡の軌跡はほぼ鉛直上

方となっていた。

## 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0件)

[学会発表] (計0件)

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

名称：

発明者：

権利者：

種類：

番号：

出願年月日：

国内外の別：

○取得状況 (計0件)

名称：

発明者：

権利者：

種類：

番号：

取得年月日：

国内外の別：

[その他]

ホームページ等

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

杉山 明 (Akira SUGIYAMA)

大阪産業大学・工学部・教授

研究者番号：10335375

(2) 研究分担者

( )

研究者番号：

(3) 連携研究者

大中逸雄 (Itsuo OHNAKA)

大阪産業大学・工学研究科・教授

研究者番号：00029092

安田秀幸 (Hideyuki YASUDA)

大阪大学・工学研究科・教授

研究者番号：60239762

上杉健太郎

(財) 高輝度光科学研究センター・

利用研究推進部門・研究員

研究者番号：80344399