

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 9 月 20 日現在

機関番号：13301

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420153

研究課題名(和文) 溶融金属からの凝固相内偏析構造設計に関する研究

研究課題名(英文) Control of microstructure and segregation in a solidifying eutectic alloy

研究代表者

木村 繁男 (KIMURA, Shigeo)

金沢大学・環日本海域環境研究センター・教授

研究者番号：70272953

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：円筒状の電気炉を用いてZn-Sn系共晶合金の亜共晶融液を作成した。上部より温度制御可能な冷却体を融液に接触させ、冷却体下面に2cmほどの凝固層を生成させた。冷却体下面には5mm間隔で熱電対を設置し、凝固過程中的温度計測を行った。共晶温度の位置が凝固面であると仮定して、凝固速度を算出した。また、各鉛直位置におけるデンドレイトのアーム間隔と凝固速度との間に良好な相関関係が得られた。これにより、温度制御される冷却面を用いて、凝固層の微小组織構造の設計が可能であることを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：Molten eutectic alloy metal, based on Zn-Sn mixture, was made in a cylindrical electrically heated furnace. The molten alloy was then cooled from above, with a disc-type temperature-controllable cooling object. The vertical temperature distributions below the cooling surface were monitored during the solidification process. The solidifying speeds were then computed, assuming that the eutectic temperature corresponds to the solidifying boundary. The small specimens taken at different vertical positions were analyzed with microscope. A clear correlation between the dendrite arm intervals and the computed solidifying speeds is observed. This proves that the micro-structure of the solid layer can be controlled by a temperature-controlled cooling surface.

研究分野：機械工学

キーワード：共晶合金 凝固速度 組織制御 組成制御 伝熱工学

1. 研究開始当初の背景

凝固プロセスは広く自然界に存在する現象であるが、特に工業的に様々な利用価値を有する重要な物理プロセスである。例えば、鑄造、機能性材料や半導体製造プロセスなどの素材産業においては凝固過程の制御が製品の品質・機能に大きな影響を及ぼすことが良く知られている。例えば、一方向の柱状結晶からなる組織が求められる磁性材料、力学的強度の弱い生地の中に、力学的強度の強い第2相を棒状に晶出させ、これを強化相とする金属基複合材料などが考えられる。例えば、Ni-W系、Ni-Ni₃Al、Al-Al₃Niなどがこれに相当し、超耐熱金属材料の一つとして注目されている(例えば、中江秀雄著「凝固工学」アグネ、1992)。そのほか、傾斜機能を有する材料においては、第1相の生地の中に第2相を形成する溶質濃度を連続的に傾斜分布させる必要がある。これまで凝固速度を制御する方法としては、Pfann(*Zone Melting*, John Wiley and Sons (1958))により開発された帯域融解法(*Zone Melting*)が良く知られている。しかしこの方法は小規模な研究開発段階の固相制御には応用できても板材やバルク材などの製造には適用できない。そのため冷却基盤上に形成させる凝固層のミクロ及びマクロな偏析組織、共晶組織の制御方法が強く望まれている。したがって冷却面温度を能動的に制御することにより、凝固層の組織構造を自在に設計できる技術が開発されれば、新素材や機能性材料の開発とその製造技術に多大な貢献をなすことができる。

2. 研究の目的

合金系融液からの固相の析出は、種々の材料の製造や開発研究に必要とされる基幹的な工業技術である。そのプロセスは一般に極めて複雑であるが、特に固相成長速度の違いにより実に多様な組成・組織を持つ合金固相が出現することが知られている。本研究は伝熱工学的手法に基礎を置くアプローチにより、合金系金属融液の活発な対流下で、融液に接する冷却基盤面温度を能動的に制御することにより、固液界面における固相の成長速度を変化させ、意図するミクロ・マクロ偏析組織の構造や位置を自在に設計し発現させるための基礎技術確立を目的とするものである。本研究成果は新規な機能性複合材料開発のための革新的製造技術につながるものである。

3. 研究の方法

本研究では、これまでの2成分系水溶液を用いて確立された、冷却面温度制御による固相中の偏析構造の設計手法を、実際の亜共晶合金系金属融液の凝固プロセスに応用し、その析出位置、析出幅、および微細共晶組織構造を制御する技術の確立を目指すものである。まず、冷却面温度をどのように制御するかについてあらかじめ一次元数値モデルの援用により予測する。この数値計算結果に従って冷却面温度を非定常で制御し、Zn-Sn系の金属融液をるつぼ内で非定常凝固させる。このとき凝固層内に形成される偏析組成、微細組織構造が、設計通りの位置と厚さで析出することをマイクロスコープ画像処理装置とX線蛍光分析装置で計測し、冷却面温度制御による固相の組成・組織構造の設計という手法が実際の共晶系金属融液に対しても適応可能であることを実証する。

4. 研究成果

本研究においてはZn-Sn系の共晶合金を用いて実施した。実験においては、当初は冷却面に銅を用いたため、熱容量が大きく迅速な冷却面温度制御が難しかった。そのため、生成固相中に明確な組織構造及び組成分布が現れなかった。そこで冷却体の材質をジュラルミンに変更した結果、組織と組成により明確な変化が見られた。その結果、共晶組織に近いデンドライトのアーム間隔と凝固速度との間に良い相関があることが確かめられた。ただし、凝固速度は目視できないため、共晶温度になったところが凝固海面位置であるという仮定に基づいた。

冷却面温度の変化と固相内での組織、組成変化の間に良い相関は得られたが、冷却面温度制御が十分でなく、当初予定していた組織制御まで行くことができなかった。この目的達成には冷却面の精密な温度制御システムの開発が課題である。

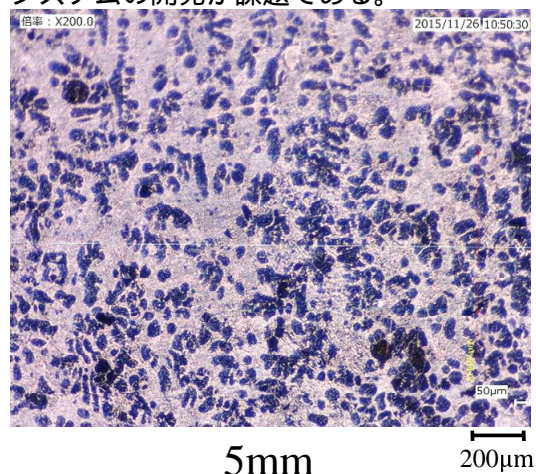
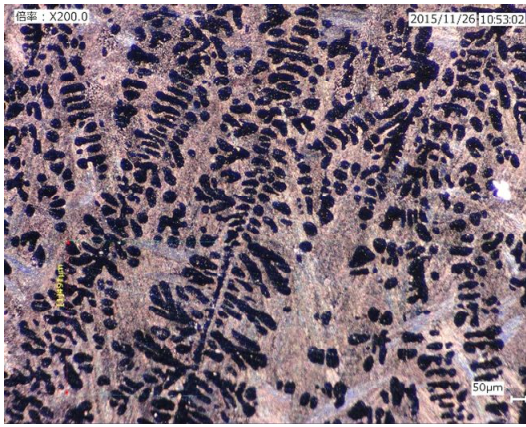


図1 冷却水なしで凝固させた組織構造 (冷却面から5mmの位置)



10mm 200μm

図2 冷却水を流して凝固させた組織
(冷却面から10mmの位置)

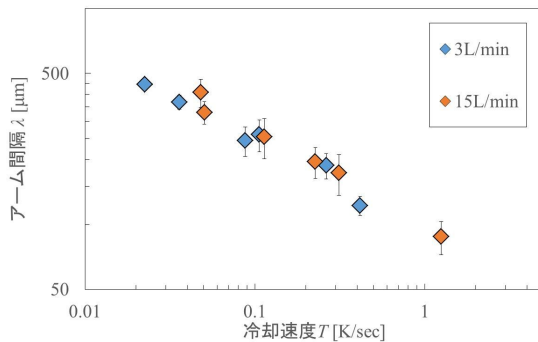


図3 冷却速度とアーム間隔の関係

図1には冷却水を流さず凝固させた光学顕微鏡写真、図2には冷却水を流した時の固相組織を示す。図3には冷却速度とアーム間隔の変化をまとめたものである。冷却速度が大きくなるとアーム間隔が減少することが分かる。

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 5 件)

- (1) Kimura,S., Ishikawa,K., Komatsu,N., On realizable convection patterns in a saturated porous square section, *J. Heat and Technology*, Vol.34, pp.91-94, 2016. (査読なし)
- (2) Ohnishi,K., Kimura,S., Kiwata,T., Komatsu,N., Kono,T., Visualization of double-diffusive convection and unsteady solidification on a vertical circular cylinder, *J. Flow Control, Measurement & Visualization*, Vol.3, pp.154-160, 2015. (査読あり)

- (3) Vynnycky,M., Kimura,S., Can natural convection alone explain the Mpemba Effect?, *Int. J. Heat Mass Transfer*, Vol.80, pp.243-255, 2015. (査読あり)
- (4) Ota,T., Kimura,S., Kiwata,T., Komatsu,N., Kono,T., Experimental confirmation on the calibration curves for Preston's method, *J. Energy and Power Engineering*, Vol.8, pp.689-692, 2014. (査読あり)
- (5) Masuda,Y., Yoneya,M., Kimura,S., Multiple solutions of double-diffusive convection in porous media due to opposing heat and mass fluxes on vertical wells, *J. of Thermal Science and Technology*, Vol.8, pp.533-542, 2013. (査読あり)

〔学会発表〕(計 3 件)

- (1) 大西一樹, 木村繁男, 木綿隆弘, 小松信義, 河野孝昭, 垂直円柱周りの凝固時における二重拡散対流場の可視化、日本機械学会北陸信越支部第52回総会講演会、新潟工科大学(新潟県柏崎市)、(2015.3.7)
- (2) 大西一樹, 木村繁男, 木綿隆弘, 小松信義, 河野孝昭, 垂直円筒周りの凝固時における二重拡散対流場中に発生する密度躍層の移動、日本地熱学会平成26年学術講演会・講演要旨集, B13, 弘前大学(青森県弘前市), (2014.10.30).
- (3) 木村繁男, 大西一樹, 木綿隆弘, 小松信義, 河野孝昭, 垂直円筒周りの凝固時における対流の可視化、日本地熱学会平成25年学術講演会 講演要旨集, 16, 幕張メッセ国際会議場(千葉県千葉市), (2013.11)

〔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

<http://www.ms.t.kanazawa-u.ac.jp/~fluid/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

木村 繁男 KIMURA SHIGEO (金
沢大学環日本海域環境研究センター教授)

研究者番号：70272953

(2)研究分担者

門前 亮一 MONZEN RYOICHI(金沢
大学理工学域機械工学系教授)

研究者番号：20166466

小松 信義 KOMATSU NOBUYOSHI
(金沢大学理工学域機械工学系准教授)

研究者番号：20436827