

機関番号：14401

研究種目：基盤研究（A）

研究期間：2008～2011

課題番号：20246112

研究課題名（和文） 磁気応答を利用した凝固・結晶成長工学の構築

研究課題名（英文） Development of Solidification processing and crystal growth using magnetic fields

研究代表者

安田 秀幸（YASUDA HIDEYUKI）

大阪大学・工学研究科・教授

研究者番号：60239762

研究分野： 凝固・結晶成長工学

科研費の分科・細目： 材料工学・金属生産工学

キーワード： 凝固、磁気科学、組織制御、結晶配向、放射光、その場観察

1. 研究計画の概要

本研究では、物質の磁場に対する応答を積極的に利用し、凝固・結晶成長過程において従来のプロセスでは実現できなかった規則配列組織、結晶方位配向組織、均一微細分散組織など高次の材料組織・構造を実現するため、磁気科学と凝固・結晶成長工学を融合させた「磁気凝固・結晶成長工学」と呼ぶことができる新しい工学体系の構築を目指す。

本研究の特徴には、（1）凝固・結晶成長過程の観察手法を開発し、現象の理解を行う、（2）実証的な観察に基づいて、凝固・結晶過程における磁気効果を解明する、（3）本研究で取り扱う「結晶」を原子から構成される一般的な結晶だけでなく、フォトリソグラフィ結晶に代表されるような数10nmから数100nmの単一径の粒子が規則配列した結晶（以下、結晶あるいは粒子結晶）とすることである。物質の磁場に対する応答の視点から統一的に、高次の材料組織・構造の制御を目指す点においても新しい試みである。

具体的な研究項目は、

☐ 磁場印加も含めて凝固過程のその場観察技術の開発ならびに粒子結晶成長の制御手法の開発

☐ 磁気効果を利用した規則組織・均一分散組織形成

☐ 結晶配向機構の実験、モデル化、シミュレーションの解明

☐ 粒子結晶（2次元、3次元）の試作と評価である。

2. 研究の進捗状況

（1）凝固過程の観察技術の開発

放射光による磁場下Sn、Al合金凝固のその場観察手法を開発し、磁場中凝固観察が可能になった。観察技術がない高融点材料（Cu、Ni、Fe合金）では装置を試作し、観察が可能になった。電磁力を想定した応力印加の装置を試作し、電磁力印加による変形・流動をシミュレートできる実験技術の開発に成功した。

（2）磁場中凝固現象

Sn合金では0.4Tの静磁場でも流動抑制効果がデンドライト先端の物質輸送に影響していた。Al-Cu合金では、磁気熱電効果により固液共存領域に対流が生じることを明らかにした。初めての実証データであり、「静磁場＝流動抑制」という従来概念を変える結果である。磁気熱電効果の定量的な評価、予測を行っている。

（3）規則組織・均一分散組織形成

Al-In合金の磁場中一方向凝固では、2液相分離により形成されるIn-rich相ロッドが規則的配列する現象が観察されていた。本研究では、この規則組織の形成機構を溶質の分配・拡散、界面エネルギーに加えて、磁気的な相互作用を含めて検討した、磁気双極子相互作用も規則組織形成に寄与している可能性が示された。

（4）3軸配向組織形成

流対中で低対称性FeSi₂結晶微粒子の3軸配向を回転磁場により実現した。次に3軸が揃った単結晶バルク体の作製を試みたが、配向度は低下した。対流の抑制と異方性磁場の調整によりバルク体の作製を試みている。

(5) 粒子結晶の作製

重合ポリマーに分散したTiO₂粒子の配列を静磁場下での磁気双極子相互作用により向上させた。

3. 現在までの達成度

②おおむね順調に進展している。

(理由)

研究当初に予定した凝固・結晶その場観察手法を開発し、磁気熱電効果による静磁場下での自然対流の発生を見いだした。また、磁場下でのAl-In合金における規則組織形成の機構についてもモデルを構築できた。この点では当初の計画を実施できている。3軸配向については、配向度の高いバルク化を実現する原理、手法の開発が課題であり、現在、研究を進めている段階である。この点を考慮して、「おおむね」と評価した。

4. 今後の研究の推進方策

その場観察による凝固現象、磁場中凝固現象の解明、磁気効果を利用した規則組織・均一分散組織形成については順調に進展しており、現状のまま研究を進める。

3軸配向については、配向度を保持した状態でバルク化が期待できるまで粒子の固相率を増加させることが課題であり、試料の回転、保持する流体の粘性、配向時間などを調整して、配向原理を実現する条件を見いだす予定である。

5. 代表的な研究成果

(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 23 件)

1. C.M.Gourlay, K.Nogita, A.K.Dahle, Y.Yamamoto, K. Uesugi, T. Nagira, M. Yoshiya, H. Yasuda, "In situ investigation of unidirectional solidification in Sn-0.7Cu and Sn-0.7Cu-0.06Ni", *Acta Mater.*, 59 (2011) 4043-4054.

2. H. Yasuda, T. Nagira, M. Yoshiya, N. Nakatsuka, A. Sugiyama, K. Uesugi, K. Umetani, "Development of X-ray Imaging for Observing Solidification of Carbon Steels", *ISIJ International*, 51 (2011) 402-408.

3. N. Ueshima, M. Yoshiya, H. Yasuda, "Numerical Analyses of Effectiveness of Magnetic Field on Variant Selection in FePd by Phase Field Modeling", *ISIJ Int.*, 50 (2010) 1908-1913.

4. N.Nakatsuka, H. Yasuda, T.Nagira, M. Yoshiya, "Three Dimensional Alignment of FeSi₂ with Orthorhombic Symmetry by an Anisotropic

Magnetic Field, *J. Phys.: Conf. Ser.*, 165 (2009) 912921.

5. H. Yasuda, S. Kato, T. Shinba, T. Nagira, M. Yoshiya, A. Sugiyama, K. Umetani, K. Uesugi, "Regular structure formation of hypermonotectic Al-In alloys", *Materials Science Forum*, 649 (2009) 131-136.

[学会発表] (計 20 件)

1. Y. Kimura, N. Nakatsuka, T. Nagira, M. Yoshiya, H. Yasuda, "Criterion of crystallographic alignment of TiB₂ under a magnetic field", 日本磁気科学会第5回年会、福岡、2010.10.23

2. K. Inoue, Y. Minami, N. Nakatsuka, H. Yasuda, M. Yoshiya, T. Nagira, A. Sugiyama, K. Uesugi, K. Umetani, "In-situ observation of solidification of Al-Cu alloys under a transverse magnetic field", 4th Asian Workshop on Electromagnetic Processing of Materials, 2010.10.6 Jeju, Korea

3. 南雄大、井上馨亮、上相真之、柳楽知也、吉矢真人、安田秀幸、杉山明、上杉健太郎、梅谷啓二, "デンドライト成長における熱電磁気対流の影響の考察", 日本金属学会秋期大会、北海道、2010.9.26.

4. H. Yasuda, T. Nagira, M. Yoshiya, "X-ray imaging study on grain refinement due to dendrite fragmentation", 6th International conference on Electromagnetic Processing of Materials, Dresden, Germany, 2009.11.22. (Keynote)

5. N. Nakatsuka, H. Yasuda, T. Nagira, M. Yoshiya, "Three-Dimensional Alignment of FeSi₂ with Orthorhombic Symmetry by an Anisotropic Magnetic Field," International Conference on Advanced Structure and Functional Materials Design 2008, Osaka, Japan, 2008/11/10-12.

[その他]

ホームページ

<http://www.mpd.ams.eng.osaka-u.ac.jp>