

平成 22 年 3 月 26 日現在

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2008 ～ 2009

課題番号：20760444

研究課題名 (和文) 過冷却域を含む高温金属融体の物質輸送機構

研究課題名 (英文) Mass Transport of High Temperature Metallic Melt Including Undercooling State

研究代表者

樋口 健介 (HIGUCHI KENSUKE)

独立行政法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・研究員

研究者番号：10462897

研究成果の概要 (和文)：本研究の目的は、無容器法により金属融体の拡散係数の測定法を開発することである。研究の結果、現状では数値計算によって得られた理想的な濃度分布は観察することには成功していないが、無容器拡散に最適化された温度分布が得られるようになり、中性子 CT による濃度分布の観察にも成功した。

研究成果の概要 (英文)：We are developing the measurement method of diffusion coefficient for metallic melt using containerless processing. In the result, we can have good temperature profiles for containerless diffusion experiment, and the neutron CT for observing concentration distribution. We keep improving the method, and obtain diffusion coefficient for metallic melt using containerless processing, although we have not specious concentration distribution yet.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008 年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2009 年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,200,000	960,000	4,160,000

研究分野：溶融金属物性

科研費の分科・細目：材料工学・金属物性

キーワード：溶融金属, 拡散係数, 無容器法

## 1. 研究開始当初の背景

高温融体の拡散係数は、結晶成長や溶接、鑄造のプロセス改善に必要な物性値である。近年では金属融体の拡散係数はベキ乗型の温度依存性を示すことが宇宙実験の結果からわかってきた。しかしながら金属融体の高温域における物質輸送は、対流や容器との反応による実験的困難のため、ほとんど解明されていない。そこで、地上で高温金属融体の

拡散係数を測定するのに、無容器保持と超伝導マグネットによる対流の抑制を組み合わせることを考えついた。

## 2. 研究の目的

前記のような背景から、本研究の目的は無容器法により試料と容器の反応を無くし、強磁場により対流を抑制して、高温金属融体の拡散係数の測定方法を確立することとした。

### 3. 研究の方法

#### (1) 試料の作製

浮遊融中の液表面の影響を抑えるため、図1のように球状試料に穴を開けて拡散源を埋め込んだ拡散対を作製した。拡散対は In-Sn, B-Al, Al-Ag, Si-Ge を中心に X 線や中性子 CT で濃度分布が観察できる数種類の組み合わせで実験した。特に In-Sn は低融点の拡散実験のリファレンス材料なので、本手法によって従来の結果が再現できるか調べるため重点的に調査した。一方、B-Al は試料内部の対流調査のために用いた。

#### (2) 無容器無対流拡散

超伝導マグネット内に、ガスジェット電磁浮遊炉を設置し、6T 中で拡散対を浮遊溶解し、急冷凝固した。拡散後プロセス後の試料は放射光 X 線 CT および中性子 CT により 3 次元的に濃度を観察した。図 2 は数値計算によって得た理想的な濃度分布である。

一方、Si-Ge 拡散対は内部に拡散源を埋め込むのが困難なため、角状の試料を重ねて浮遊溶解させた。Si と Ge は青色波長域で放射率が異なる (Si のほうが明るい) のを利用して、CCD カメラに青色バンドパスフィルターを付けて、熱放射光の輝度差、すなわち濃度差を In-situ 観察した。

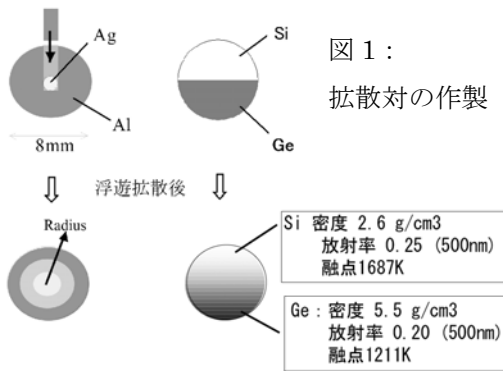


図 1 :  
拡散対の作製

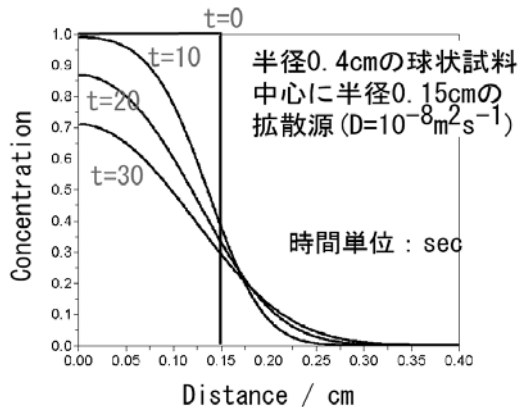


図 2 : 動径方向の濃度分布の時間変化

### 4. 研究成果

#### (1) 温度プロファイルの最適化

図 2 を見ると、拡散時間は 30 秒程度が濃度の観察に最適である。そこで、ガスジェット浮遊炉を改良し、図 3, 図 4 のように低温から高温まで拡散実験に最適化した温度コントロールが可能にした。

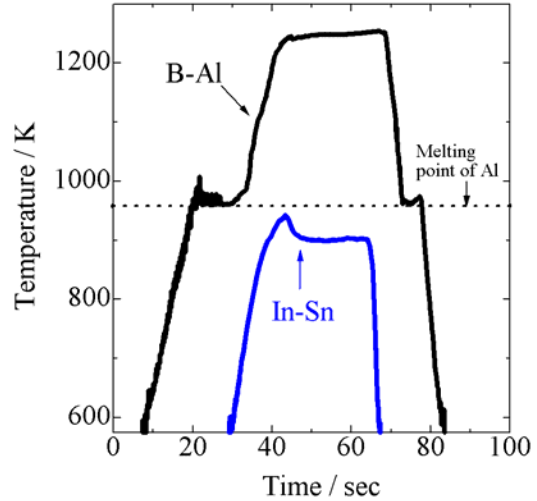


図 3 : 浮遊溶解プロセスの温度プロファイル

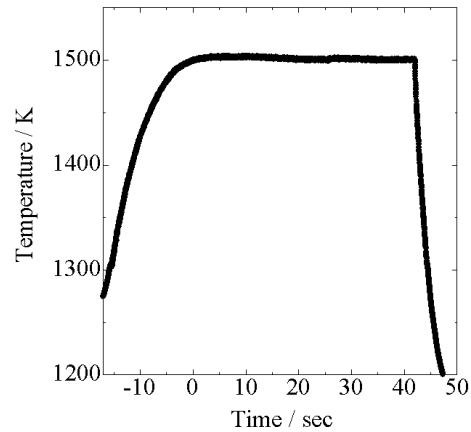


図 4 : 溶解 Si-Ge 拡散対の温度プロファイル

#### (2) 放射光 X 線 CT

SPring8 BL20B2 において浮遊拡散プロセス後の試料、Al-Ag および Si-Ge 拡散対の X 線 CT を行った。この結果 X 線 CT 断層図は鮮明に得られたが、Al-Ag においては Al と Ag の比重さによる Ag の降下と対流の影響が観測された。

一方、Si-Ge は、放射光 X 線 CT 結果では下方に比重の重たい Ge が多く見られたが、総じて説明のし難い不均質な分布が見られた。これは恐らく Si と Ge の大きな凝固潜熱と固液間の密度差が原因で固液共存状態で偏析が起きたと推察される。

### (3) 中性子 CT

Al-Agの放射光 X 線 CT では対流の履歴が見られ、比重の差で Ag が下方に沈むことがわかったため、比重がほぼ等しい In-Sn を試料として用いることとした。In-Sn は X 線 CT では濃淡が観察できないため、中性子 CT を JAEA の JRR-3 にて行った。2008 年度の結果では、In-Sn には濃淡が全くなく、試料を取り違えた可能性もある。一方、B-Al は凝固中に奇妙な試料の形状に奇妙な変化が現れた。これはガスの吹き付けが強すぎたためと考えられるが、中性子 CT で観察してみると、ボロンの固まりが流れ出さずに中央付近に集まっているのがわかった。浮遊拡散プロセス中の対流は十分に抑えられていると推察される結果である。

2009 年度は JRR-3 の不調で中性子 CT が行えなかった。このため拡散プロセス後の球状試料を半分まで研磨して、X 線顕微鏡で濃度分布を調べた。しかし、X 線顕微鏡も不具合があり、結局、現段階では最新の手法で拡散プロセスした後の濃度分布は得られていない。

### (3) 溶融 Si-Ge 拡散対の In-situ 観察による浮遊液滴表面の拡散（流動）の観察

図 4 に示したように溶融 Si-Ge 拡散対のケースでは、一定温度を 40 秒ほど保ち、急冷することに成功しており、拡散実験に理想的な温度プロファイルを得た。温度一定の際には、浮遊液滴をカメラで撮影し、液滴の中心の鉛直方向の輝度プロファイルの時間変化を図 4 のように観測した。この結果、図 5 に示すように、拡散開始の  $t=0$  秒では液滴上部の輝度が高いが、35 秒経過したところでは上下対称となった。

これは拡散開始時には比重が軽くて輝度（放射率）の高い Si が、上部に偏析しているが、時間とともに徐々に拡散混合していき、35 秒後には完全に混じり合ったと考えられる。なお、輝度プロファイルが弓なりになっているのは、CCD カメラのピントが液滴の外形に合っているためである。この Si-Ge の輝度変化から見積もった拡散速度は計算よりも速い。一方で凝固後の CT 断層像でも完全に混合してはいなかった。以上の結果から、Si 表面の拡散はバルクの拡散よりも速いとも言えるが、対流がどの程度影響しているか見積もられていないため、単純には結論は言うことができない。

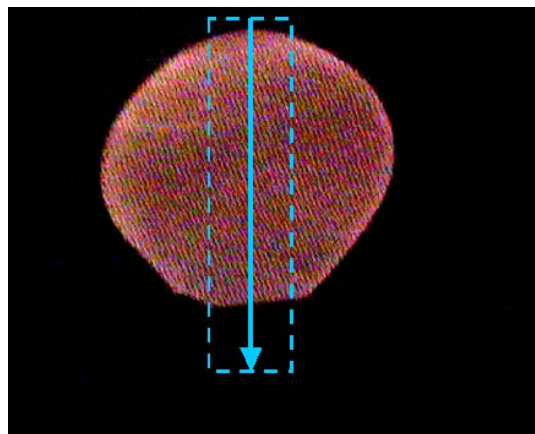


図 5 : 浮遊拡散中の Si-Ge 液滴. 青線は輝度を測定した軸

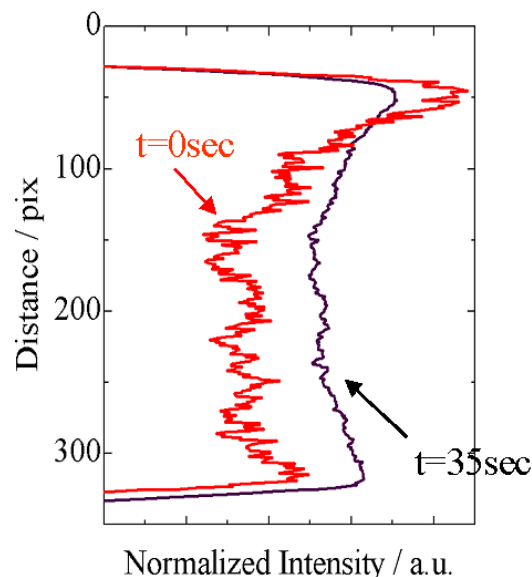


図 6 : 浮遊溶融中の Si-Ge 拡散対の輝度分布の変化

### (4) 今後の展開

対流を抑えるためより高い磁場中で実験するのが研究成功のための最良の方法である。また浮遊拡散プロセス中の試料の変形を抑える工夫が必要である。試料としては産業的に重要な B-Si などの拡散も中性子 CT により観察することが可能である。

## 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 1 件)

- ① 樋口健介, 飯倉寛, 稲富裕光, "放射光を利用した浮遊拡散合金試料の三次元濃度分析～無容器による拡散係数測定を目指して～", *Space Utilization Research*, Vol.25 (2009) 244-245

[学会発表] (計 4 件)

- ① 樋口健介, 稲富裕光, "静磁場印加による対流抑制下での電磁浮遊液滴内の物質輸送特性と無容器による拡散係数測定の可能性", 日本鉄鋼協会, 2008 年秋期大会, 熊本大学, 2008 年 9 月 23～24 日
- ② Kensuke Higuchi, Yuko Inatomi, "Mass Transport in the Electromagnetically Levitating Droplet Superimposed a Static Magnetic Field for Measurement of Diffusion Coefficient Using Containerless Processing" , 7th China-Japan Workshop on Microgravity Sciences, Hangzhou, CHINA, 28/Oct./2008
- ③ 樋口健介, 飯倉寛, 稲富裕光, "放射光を利用した浮遊拡散合金試料の三次元濃度分析～無容器による拡散係数測定を目指して～", 第 24 回宇宙利用シンポジウム, 宇宙科学研究本部, 2009 年 1 月 15～16 日
- ④ 樋口健介, 稲富裕光, 飯倉寛, "静磁場印加ガスジェット電磁浮遊法による無容器拡散実験", 日本鉄鋼協会 2009 年春期大会, 東京工業大学, 2009 年 3 月 28～30 日

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

樋口 健介 (HIGUCHI KENSUKE)  
独立行政法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・研究員  
研究者番号: 10462897

(2) 研究分担者 なし

(3) 連携研究者 なし