

電磁場による凝固組織微細化プロセスにおける 微細化メカニズムの解明

杉浦 健人*・岩井 一彦*²

Refining Mechanism of Solidified Structure by Electromagnetically Refining Process

Kento SUGIURA and Kazuhiko IWAI

Synopsis : Refining mechanism of solidified structure in which a static magnetic field and an alternating electrical current are simultaneously imposed on the local area of a metal or an alloy, has been experimentally examined using a Sn-10mass%Pb alloy. The refining period of the structure was examined by changing the imposing period of the electromagnetic vibration on the sample and it was confirmed that the refining period was the initial stage of solidification. The refining region was specified to be around the electrodes by inserting a stainless steel wire net in the sample while it was independent of the inserting position of the electrodes. Convection was induced by the electromagnetic vibration because temperature difference in the sample drastically decreased as soon as the vibration was excited in the sample. From these experimental results, the estimated mechanism in this process is that dendrite tips around the electrodes are cut off by the electromagnetic vibration in the initial stage of the solidification and it spread to the whole area of the sample by the convection induced by the electromagnetic vibration. Furthermore, nucleation is induced by an intense electromagnetic vibration.

Key words : solidification; crystal refinement; electromagnetic processing of materials; local imposition of oscillation.

1. 緒言

強度、靱性等の機械特性は金属や合金の組織に大きく依存する¹⁾。そのため凝固組織を微細化する多くの研究が行われてきた。接種はアルミニウムや鑄鉄におけるその典型例であるが、添加元素によりリサイクルが阻害される可能性がある。急冷は組織を微細化する優れた方法であるが、大きな製品では抜熱速度が不十分となるので製品寸法に制約がある。一方、振動は過冷液体中で核生成を促進する有用なツールであり²⁾、凝固中に機械的な振動を与えることで組織微細化が図られることはよく知られている。しかしながら、機械的振動を大型製品に与えるプロセスには様々な困難が予想される。そこで、電磁場を利用して振動を生成させて凝固組織微細化を図る研究も行われてきた。例えば、C. Vives³⁾やRadjai *et al.*^{4,5)}は、静磁場と交流電流とを凝固中の試料全体に重畳印加することでアルミニウム合金の微細化に成功している。一方、著者らは静磁場と交流電流とを凝固中の試料に部分的に重畳印加することで錫-鉛合金の微細化に成功している⁶⁻⁸⁾。この方法は、局所的に電磁場を印加することで試料全体を微細化可能なので、大型製品の製造にも適用できる可能性がある。

そこで、本研究では著者らが提案した凝固組織微細化方

法⁶⁾のメカニズムについて実験を通して検討したので、それについて報告する。

2. 実験

2.1 実験装置

実験装置をFig. 1に示す。長辺が40 mm、短辺が25 mmの矩形ガラス容器に入れられたSn-10mass%Pb合金、0.3 kgを超伝導磁石のボア内に設置して鉛直下向きの静磁場(最大7.5 T)を印加した。先端の5 mm角以外を絶縁材で覆った一対の銅電極を短辺近傍に挿入して80 A、2 kHzの交流電流を通電した。また、電極は上部を加熱することで電極からの抜熱を防止した。短辺の一方は加熱し、他方は冷却することで、試料内の温度分布を制御した。試料内の測温位置は3箇所である。いずれも試料底部から20 mm高さの長辺に沿っており、加熱短辺近傍、冷却3短辺近傍、その中間である。

交流電流は試料温度が250°C(液相線温度より31°C高温)になったときに通電開始し、試料温度が170°C(共晶温度より13°C低温)に達したときに通電を終了した。一方、静磁場は実験開始から終了まで印加し続けた。従って、試料に電磁振動を印加した期間は通電期間と同一となる。

原著論文: ISIJ Int., Vol. 45 (2005), No. 7, pp. 962-966

平成17年6月23日受付(平成17年8月26日受理(Received on June 23, 2005; Accepted on Aug. 26, 2005; originally published in ISIJ Int., Vol. 45, 2005, No. 7, pp. 962-966))

* 名古屋大学工学研究科大学院生(Graduate Student, Nagoya University, Furu-cho Chikusa-ku Nagoya 464-8603)

*² 名古屋大学工学研究科マテリアル理工学専攻(Graduate School of Engineering, Nagoya University)

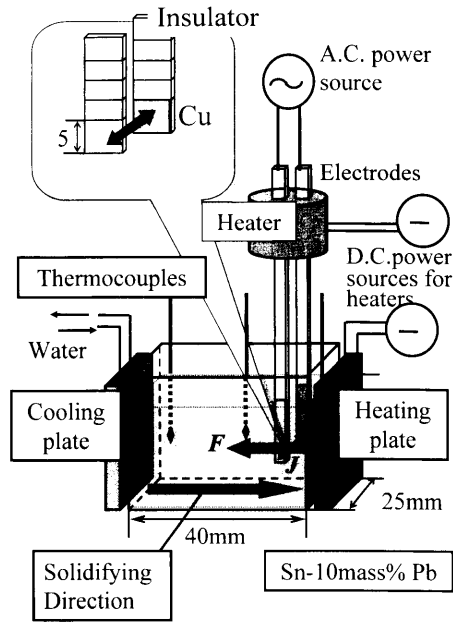


Fig. 1. Schematic view of experimental apparatus.

2.2 温度履歴

電磁振動（交流電流）がある場合、ない場合のそれぞれについて試料内温度履歴を Fig. 2 に示す。交流電流を印加するとジュール発熱が起きるために、印加しない場合に比べて凝固完了までの時間が長くなっている。いずれの実験条件に置いても加熱短辺近傍では冷却短辺近傍より高温である一方、振動を印加した試料内では印加しなかった試料内に比べて温度分布が均一となっていることがわかる。これは、振動印加によって対流が誘起されたためと思われる（対流については後述）。振動を印加しない場合は全ての測温点でリカレスセンスが観察されたものの、振動を印加した場合はリカレスセンスが観測された測温位置は電極から遠い冷却短辺のみであった。

2.3 マクロ組織

電磁振動印加の有無によるマクロ組織の違いを Fig. 3 に示す。観察面は長辺に平行に試料中央で切断した縦断面である。電磁振動ありの場合、電極の反対側を除いた試料断面の多くが微細化されているのに対して、電磁振動を印加しない場合は試料全体が粗大な組織となっている。従って、電磁振動印加によって凝固組織が微細化されることがわかる。また、電磁振動によって微細化された領域はリカレスセンスが観察されなかった位置に、粗大組織が観察された領域はリカレスセンスが観察された位置に対応していることが分かる。従って、この実験において、電磁振動は核生成に影響した可能性がある。

2.4 凝固組織の微細化時期

凝固中のどのタイミングで微細化が起きるのかを調査するために、交流電流の印加時期を変化させた実験を行った。交流は試料温度が250℃になったときに印加を開始し、固

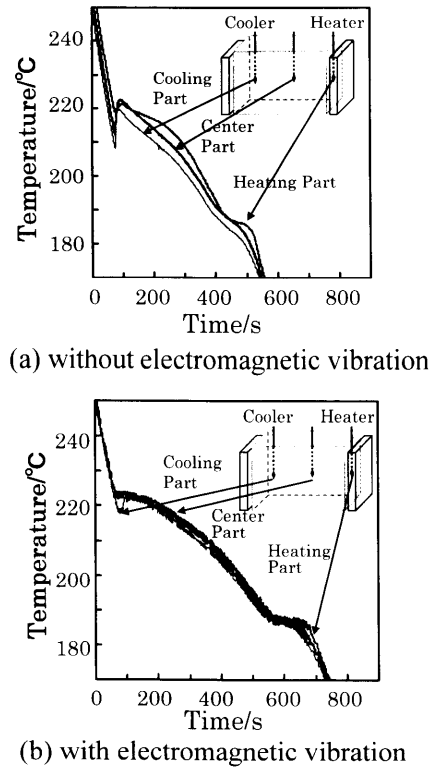
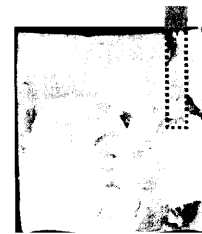
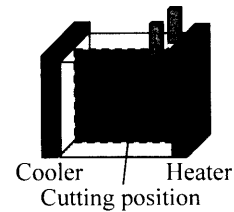
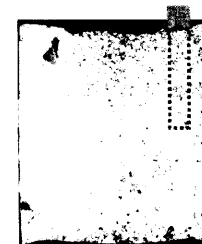


Fig. 2. Temperature profiles with and without electromagnetic vibration.



(a) without electromagnetic vibration



(b) with electromagnetic vibration

Fig. 3. Macrostructures with and without electromagnetic vibration.

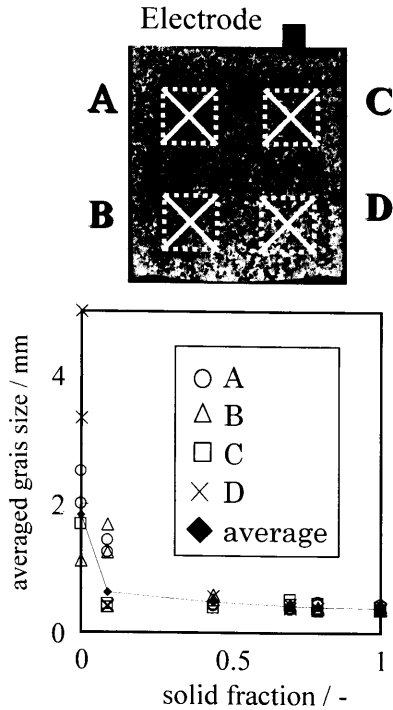


Fig. 4. Average grain size as a function of solid fraction when alternating current was turned off.

相率が0.09, 0.44, 0.70, 0.79になったときに、印加を終了した。固相率は試料中央に設置した熱電対から得られた温度から計算した。但し、固相率0.09は液相線より数度低い温度なので、このときは多少の誤差を含んでいるものと思われる。なお、いずれの試料に対しても常に7.5Tの静磁場を印加した。

ここで、微細化の指標として以下の平均粒径を導入する。Fig. 4に示すようにマクロ組織を観察した縦断面に10mmの正方形を四つ描き、その対角線と粒界との交点の数の逆数を平均粒径とした。得られた結果を、電流印加終了時の固相率の関数としてFig. 4に示す。電磁振動が凝固初期のみに印加された場合、微細化効果は電極近傍(正方形C, D)にのみ現れ、電極とは反対側(正方形A, B)では微細化効果は観察されずに電磁振動が無いときと同じ程度の粒径となっている。固相率が0.44に達したときに電磁振動を停止した試料は全ての位置で平均粒径が小さくなっており、固相率が0.70, 0.79に達したときに停止した試料の平均粒径とあまり差がない。以上のことから、微細化は凝固初期に主として電極近で起こっているものと推察される。

2.5 微細化される領域

微細化が電極の周囲のみで起きるのかあるいは試料全体で起きるのかを確認するためにステンレス製金網を容器内に挿入して凝固実験を行った (Fig. 5参照)。そのときの電流値、磁場強度、銅電極の挿入位置、金網の挿入の有無、についてTable 1に纏めた。まず、金網挿入が凝固組織に与える影響について調査するために、通電せずに7.5Tの磁場のみを印加して凝固実験を行った。得られたマクロ組

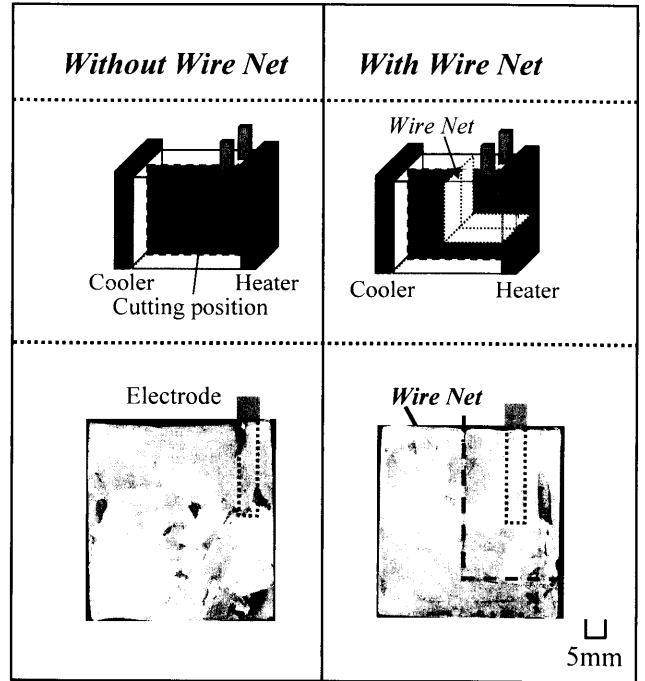


Fig. 5. Macrostructures with and without wire net (electrical current=0 A).

Table 1. Experimental condition.

Magnetic field (T)	Electrical current (A)	Inserting position of electrodes	Wire net
7.5	0	heater	×
7.5	0	heater	○
7.5	80	heater	×
7.5	80	heater	○
7.5	80	cooler	×
7.5	80	cooler	○

織をFig. 5に示す。金網の有無によらず粗大組織となっており、この実験条件では凝固組織に対する金網の影響はないといえる。次に、電磁振動印加下で実験を行った。銅電極を加熱短辺近傍に挿入して80Aの交流電流と7.5Tの静磁場とを重畳印加しつつ凝固させた試料のマクロ組織をFig. 6に示す。金網を挿入しない場合は微細化された領域が広範囲に渡っているものの、金網を挿入すると微細化された領域は主として金網を境界とした電極を含む範囲であることが分かる。そこで、次に電極挿入位置を加熱短辺近傍から冷却短辺近傍へ移した条件で実験を行った。その結果をFig. 7に示す。金網がない場合は試料全体が微細化されているにもかかわらず、金網を挿入すると微細化された領域は電極近傍のみとなった。このときの、冷却短辺近傍、金網近傍、加熱短辺近傍、それぞれのマイクロ組織をFig. 8に示す。中央の写真で縦に並んでいる円断面が金網の切断面である。金網を境界として電極側は粒状晶であり、電極が無い側はデンドライトであることが明瞭に読みとれる。

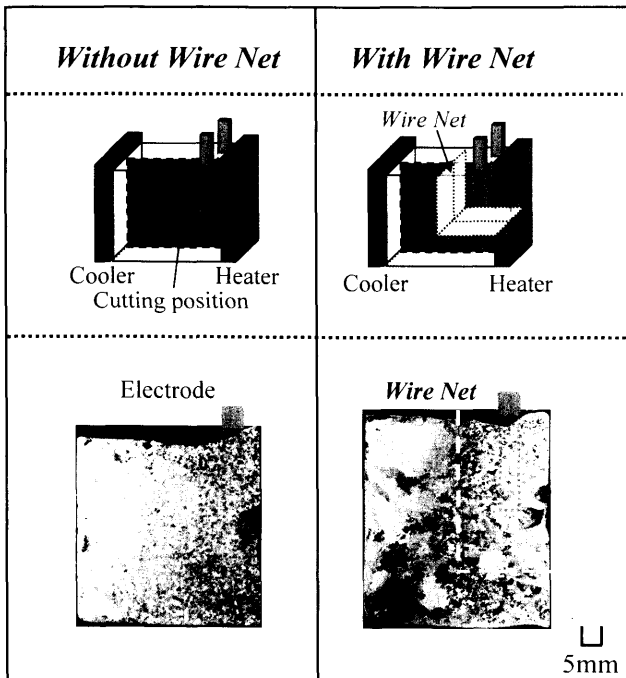


Fig. 6. Macrostructures with and without wire net under when electrodes were inserted near heater (electrical current=80 A).

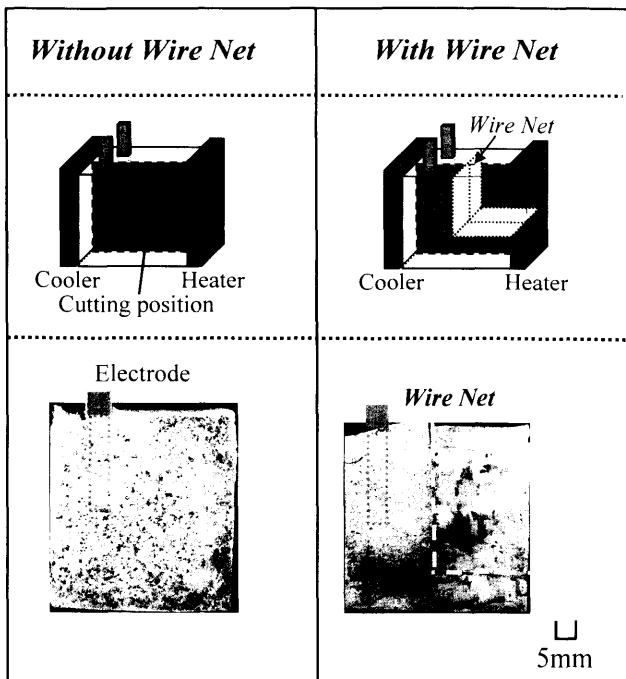


Fig. 7. Macrostructures with and without wire when electrodes were inserted near cooler (electrical current=80 A).

右側の写真におけるデンドライトアーム幅は左側の写真における等軸デンドライトのそれとほぼ同程度で有ることも確認できる。以上のことから、凝固初期段階において電極近傍で分断されたデンドライトが対流によって試料全体に拡がること、微細化のメカニズムと推定される。電磁振動によって対流が誘起されることについては次節で述べ

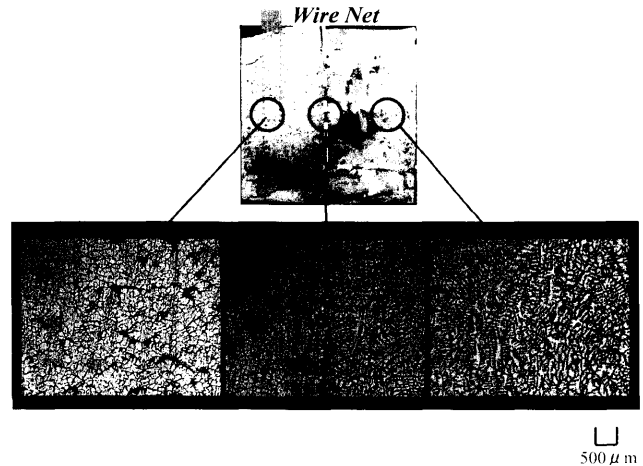


Fig. 8. Microstructures with wire net under imposition of alternating current through electrodes inserted near cooler.

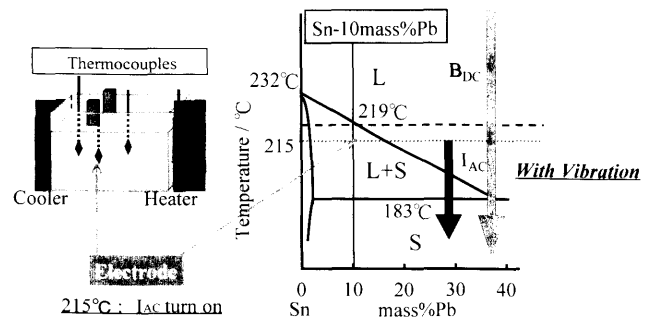


Fig. 9. Experimental procedure.

る。

2.6 核生成に及ぼす電磁振動の効果

電磁振動が核生成に及ぼす影響について以下の実験を行った。ここでは静磁場の印加時間は今まで述べた実験と同一であるが、交流電流の通電開始温度は今までとは異なり液相線より4度低い215度とした。すなわち、電磁振動印加開始が215度となる。なお、電磁場強度は(a)静磁場1T、交流電流60A、(b)静磁場5T、交流電流60Aの2種類とした。また、測温位置は2.1節で述べた3カ所に加えて新たにFig. 9に示すように電極にも熱電対を取り付けて合計4カ所とした。測定された温度履歴をFig.10に示す。実験条件(a)の場合、冷却短辺近傍の温度が一番低く、加熱短辺側に近づくにつれて高温となる。この温度差を交流電流通電開始までほぼ一定に保ったまま試料は温度低下している。交流電流が印加されると同時に試料内の温度はほぼ均一化され、振動を伴いながら温度低下しつづける。この試料内温度均一化の原因は電磁振動による対流と考えられる。その後、交流電流印加の約30~40秒後に試料温度は上昇し、凝固が開始したものと思われる。すなわち、(a)の実験条件では電磁振動によって対流は誘起されたものの、核生成は誘起されなかった。

一方、実験条件(b、静磁場：5T、交流電流：60A)で

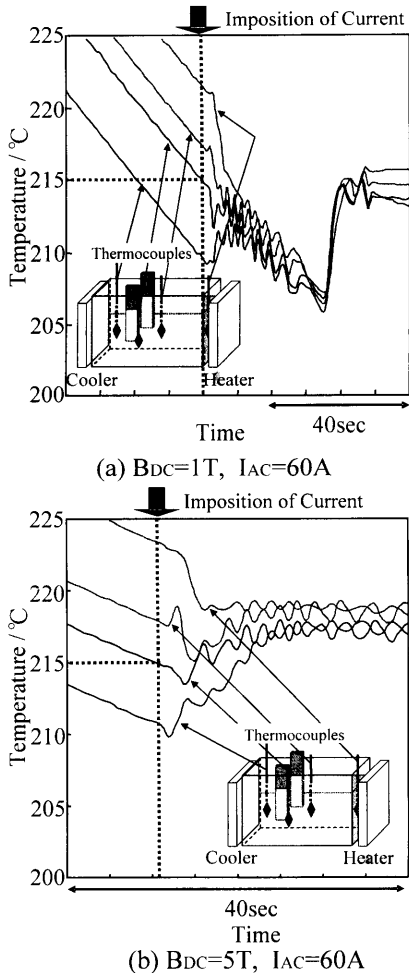


Fig. 10. Temperature profiles under different electromagnetic condition.

は、交流電流通電開始までは(a)とほぼ同様の温度履歴を示す。しかしながら、交流電流通電開始とほぼ同時に降温から昇温に転じて振動しつつほぼ液相温度まで温度回復している。すなわち、この実験条件では電磁振動とともに凝固が開始していることから、電磁振動が核生成に与えたものと推測される。以上の結果から、電磁振動強度が

弱いときは核生成に影響を与えないものの、強い電磁振動は核生成を誘起すると思われる。

3. 結言

静磁場と交流電流とを局所的に重畳印加する凝固組織微細化プロセスの微細化メカニズムについて、実験的に検討を行った。その結果得られた主な知見を以下に示す。

(1) 微細化は凝固初期に電極近傍で起きる。そして、電極挿入位置が加熱側短辺近傍か冷却側短辺近傍のどちらであるかには依存しない。

(2) 結晶粒粗大領域のデンドライトアーム幅は結晶粒微細化領域の粒状晶のそれとほぼ同程度である。

(3) 電磁振動によって対流が誘起される。

(4) 電磁振動が強くなると核生成を誘発する。

以上のことから、本プロセスにおける微細化メカニズムは以下の通りである。凝固初期に電磁振動によって溶断された電極近傍のデンドライトが、電磁振動に起因する対流により試料全体に輸送され、溶断デンドライトが個々の結晶粒となったためである。

本研究の一部は、文部科学省科学研究費補助金基盤研究、および日本鉄鋼協会の援助によるものであり、ここに感謝の意を表します。

文 献

- 1) The Society of Materials Science, Japan: Strength and Fracture of Materials, The Society of Materials Science, Japan, Tokyo, (1998), 35.
- 2) B.Chalmers: Principles of Solidification, John Wiley & Sons, Inc., New York, (1964), 86.
- 3) C.Vives: *Metall. Trans. B*, **27B** (1996), 445.
- 4) A.Radjai, K.Miwa and T.Nishio: *Metall. Mater. Trans. A*, **29A** (1998), 1477.
- 5) A.Radjai and K.Miwa: *Metall. Mater. Trans. A*, **31A** (2000), 755.
- 6) S.Kawai, Q.Wang, K.Iwai and S.Asai: *Mater. Trans. JIM*, **42** (2001), 275.
- 7) T.Takagi, K.Iwai and S.Asai: *ISIJ Int.*, **43** (2003), 842.
- 8) K.Sugiura and K.Iwai: *ISIJ Int.*, **44** (2004), 1410.