

金属単結晶育成装置の開発

津志田 雅之^{*1}, 荒木 龍一^{*2}, 北原 弘基^{*3}, 安藤 新二^{*3}

^{*1} 熊本大学工学部技術部, ^{*2} 熊本大学工学部マテリアル工学科, ^{*3} 熊本大学大学院自然科学研究科

1. 緒言

近年, エネルギー環境問題の観点から, 自動車等の輸送機器の構造材料として, 軽量で高比強度なマグネシウム (Mg) が注目されている. しかし, Mg のような六方晶はアルミニウムや鉄などの立方晶より結晶対称性が低いため, 多数のすべり系が存在する. さらに, 結晶方位によってはすべり変形だけでなく, 双晶変形も起こりやすくその種類も多い. このような理由から, 塑性変形において立方晶にはない強い結晶方位の異方性を生じる. この塑性変形における結晶方位の異方性を明確にするためには, 単結晶を用いた試験 (引張り, 圧縮, 曲げ, 疲労など) が有効である.

金属の単結晶を作製する代表的な方法として, ブリッジマン法¹⁾が知られている. この方法は, 鉛直に支えたるつぼ中の金属を加熱炉により溶解し, その加熱炉を移動させることにより, 一方向に徐々に凝固させて単結晶を作製する方法である. これまでに, 著者らはブリッジマン法により Mg 単結晶の作製を行ってきた. しかし, この方法では, 加熱炉の駆動にモータを採用しており, その振動により結晶中に核発生し, 機械試験を行うために十分な大きさの単結晶が作製できない場合があった. 特に, Mg 合金の単結晶作製においては, わずかな振動によっても多数の核が発生し, Mg 合金の固溶範囲内でも単結晶の作製は困難であった. そこで本研究の目的は, 加熱炉を移動させず, 加熱炉の温度制御によって温度分布を移動させることにより単結晶を育成する装置を開発し, Mg 合金単結晶が作製できるかどうか, またその最適な作製条件を検討することとした.

2. 金属単結晶育成装置の開発

図 1 に開発した金属単結晶育成装置の構成を示す. 炉心管内の黒鉛るつぼ中に金属素材を入れ, るつぼ下端には冷却水を流し, 温度勾配をつけた. 加熱炉は, 温度制御を円滑にするために加熱コイル(カンタル線)を 4 分割して巻いた. 4 分割にした加熱炉を下から順に, 加熱炉①, ②, ③ および④として, それぞれをプログラム式温調器とサイリスタレギュレータにより制御した. 金属の酸化を防ぐため, 炉心管内は真空引き後, 不活性ガスである高純度アルゴン (Ar) ガス雰囲気とした.

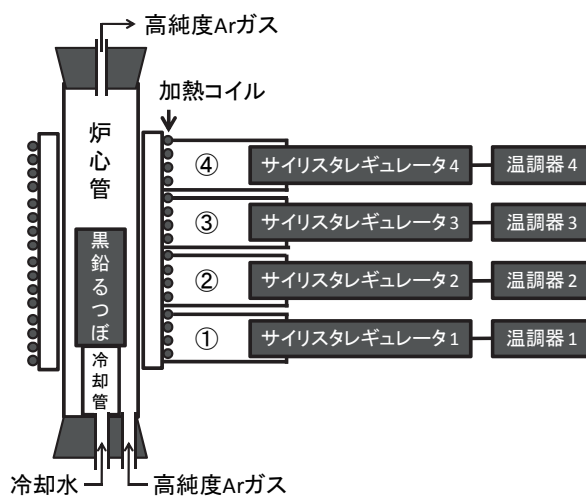


図 1 金属単結晶育成装置の構成

3. Mg 合金単結晶の作製

本研究においては, Mg の主要な添加元素である Zn を 0.5at% 添加した Mg 合金単結晶を作製することにした. るつぼ中の Mg 合金を溶解し, 温度プログラムにより温度分布を変えることで凝固位置を下方から上方に移動させて一方向凝固させた. ここで, るつぼ内の温度分布を測定するため, るつぼの 3 か所に熱電対を設置した. るつぼの下部には結晶方位が分かっている単結晶 (種結晶) を設置し, その種結晶と溶湯が溶け合う位置を ch1 とした. そこから凝固方向に 10mm および 30mm 離れた位置を, それぞれ ch2 および ch3 とし, 1 分毎に温度を測定した. 温度条件としては, まず Mg 合金の溶解において, 加熱炉①~④を 780℃ まで上昇させ, ch1 の温度を 655~660℃ にした. その後, 加熱炉①を 600℃ まで 3 時間, 6 時間, 12 時間および 24 時間で冷却する 4 パターンの温度プログラムで Mg 合金単結晶の作製を行った. 加熱炉①が 600℃ に達した後は, 全ての加熱炉を切り, 自然冷却させた.

4. 実験結果

図 2 に 3 時間, 6 時間, 12 時間および 24 時間冷却で作製した試料の種結晶近傍の組織写真を示す. 図中には分かりやすいように, 結晶粒界を赤線で示した. 図 2(a)~(c)から分かるように, 3 時間, 6 時間および 12 時間冷却では, 多数の核が発生していたのに対し, 図 2(d)のように 24 時間冷却では, 核発生が非常に少なくなっており, 引張り等の試験片が作製できる大きさの結晶が得られることが分かった.

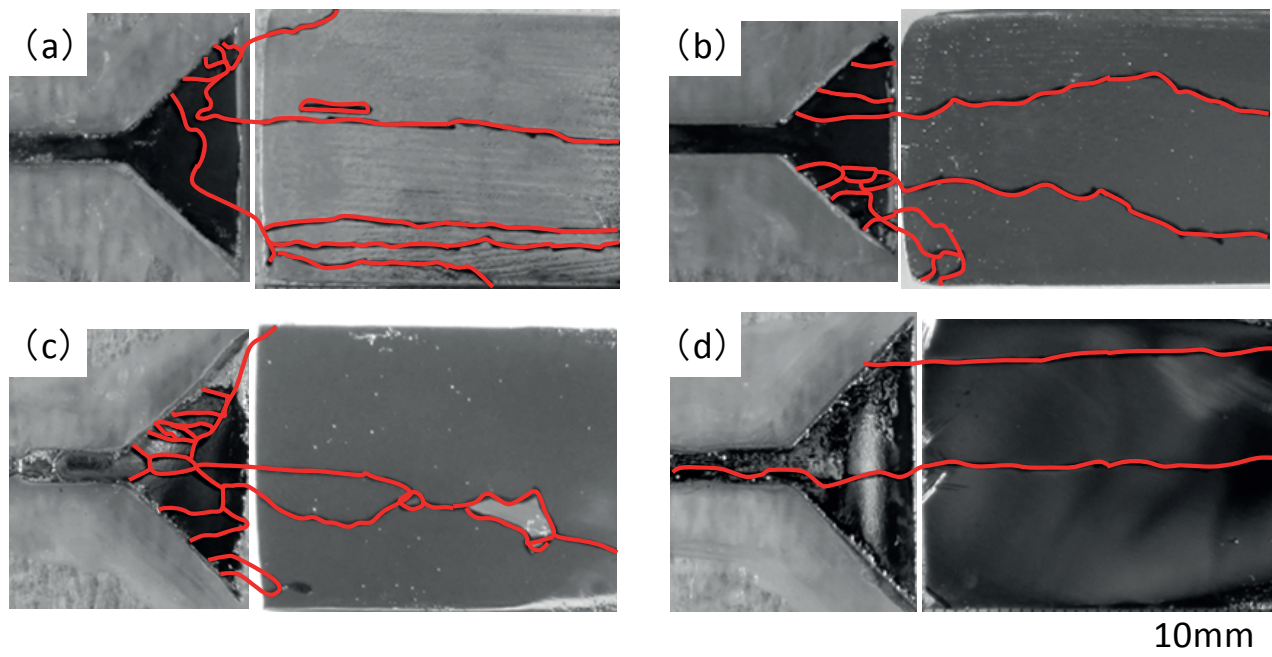


図 2 (a)3 時間, (b)6 時間, (c)12 時間および(d)24 時間冷却における種結晶近傍の組織写真

5. 考察

核発生の要因として, 凝固点における温度勾配および移動速度が重要なパラメータであると考えられる. そこで, 測定した ch1~3 の温度を基に, 温度分布を直線近似した次式により試料の凝固位置を算出した.

$$T_1 + X_1 (T_2 - T_1) / L_{12} = M_p \quad (1)$$

$$T_2 + X_2 (T_3 - T_2) / L_{23} = M_p \quad (2)$$

ここで, T_1 は ch1 の温度($^{\circ}\text{C}$), T_2 は ch2 の温度($^{\circ}\text{C}$), T_3 は ch3 の温度($^{\circ}\text{C}$), L_{12} は ch1 と ch2 の距離(mm), L_{23} は ch2 と ch3 の距離(mm), X_1 は, 凝固点がある場合における ch1 と凝固点の距離(mm), X_2 は, 凝固点がある場合における ch2 と凝固点の距離(mm), M_p は融点(Mg の融点は 650°C)である. 算出した凝固位置から, 凝固点の温度勾配および移動速度を算出した.

図 3 に核発生位置と凝固点の温度勾配の関係を示す. 図中の◇, □, △および×の印は, それぞれ 3 時間, 6 時間, 12 時間および 24 時間冷却における核発生位置を表し, 曲線は温度勾配である. 核は, 種結晶からの距離が 10mm 以下で集中して発生しており, この範囲において凝固点の温度勾配が $1.3^{\circ}\text{C} / \text{mm}$ において非常に核発生が少ないことが分かる.

図 4 に核発生位置と凝固点の移動速度の関係を示す. 図中の◇, □, △および×の印は, 図 3 同様に核発生位置を

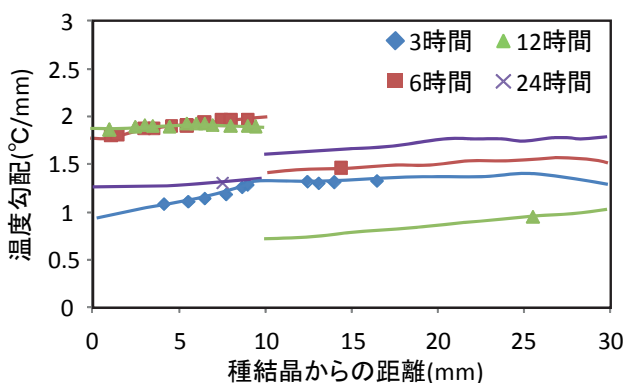


図 3 Mg-0.5at%Zn における核発生位置と凝固点の温度勾配の関係

表し、曲線は凝固点の移動速度である。24 時間冷却では、ほとんど核が発生しなかったことから、凝固点の移動速度は 0.05mm/min 以下において、核発生が抑制されと考えられる。

一般に単結晶の作製には、温度勾配が高い方が良いとされているが、図 3 のように、温度勾配の高い 6 時間および 12 時間冷却では、多数の核が発生していた。この場合は図 4 より分かるように、凝固点の移動速度がそれぞれ 0.18mm/min および 0.1mm/min 程度と 24 時間冷却の 0.05mm/min より高くなっていた。したがって、凝固点の温度勾配と移動速度には適切な組合せがあると考えられ、この点については今後の検討課題である。

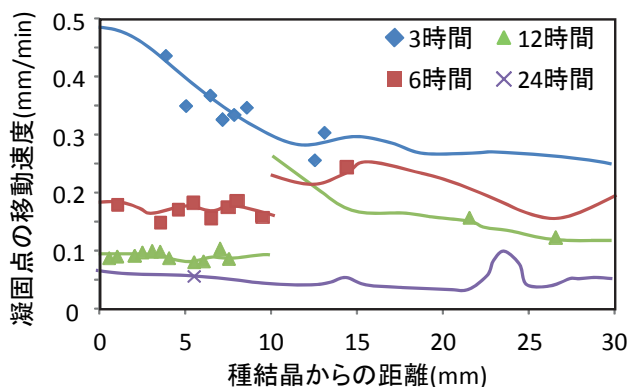


図 4 Mg-0.5at%Zn における核発生位置と凝固点の移動速度の関係

6. 結言

本研究において、加熱炉を移動させず、加熱炉の温度制御によって温度分布を移動させる単結晶育成装置を開発し、Mg 合金単結晶の作製を試み、最適な作製条件を検討した。その結果、従来のブリッジマン法では作製できなかった大きなサイズの Mg 合金単結晶を作製することができた。

Mg-0.5at%Zn 合金の単結晶作製条件としては、凝固点における温度勾配が 1.3°C/mm において、凝固点移動速度が 0.05mm/min 以下において核発生が抑制されと考えられる。しかし、単結晶の作製に必要な凝固点の温度勾配と移動速度における関係についてはさらなる調査が必要である。

7. 謝辞

本報告における著者らの研究は、日本学術振興会・平成 22 年度科学研究費補助金（奨励研究，課題番号 21923007）の助成を受けて行っている「マグネシウムおよびマグネシウム合金単結晶作製装置の開発」の一環として実施した成果であり、ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 日本金属学会，“結晶成長”，pp.72-74(1975) 丸善.