

改良型タンマン法による Mg 合金単結晶の作製

○津志田 雅之, 北原 弘基, 安藤 新二

熊本大学工学部技術部 tsushida@tech.eng.kumamoto-u.ac.jp

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) が必要である.

金属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純 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の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, 加熱炉を移動させず, 分割した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の開発をおこなった^{2, 3)}. この装置により Mg 合金単結晶の作製を試み, 最適な作製条件を検討した.

2. 金属単結晶育成装置 (改良型タンマン炉)

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, それぞれをプログラム式温度調節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.

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 0.5 および 1.0at% 添加した Mg-Zn

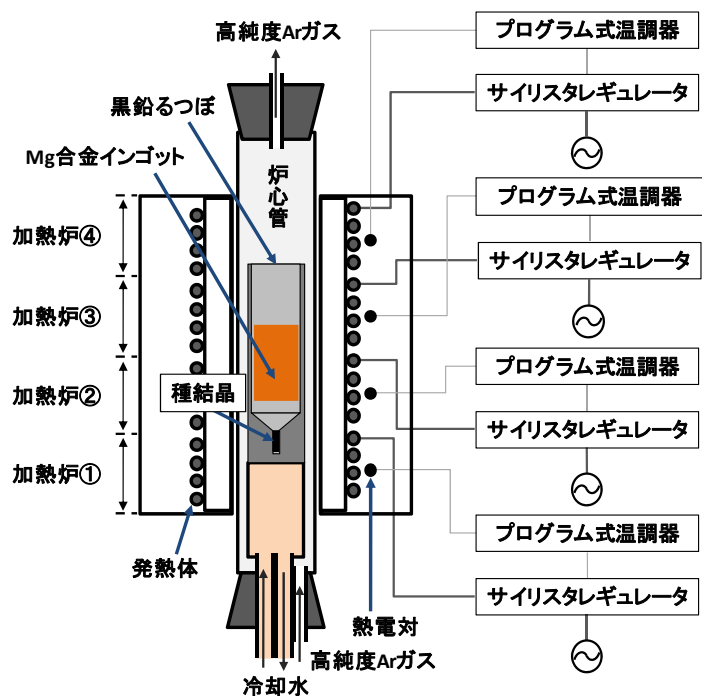


図 1 改良型タンマン炉の構成

合金単結晶と AZ31Mg 合金単結晶を作製することにした。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、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 として、1 分毎に温度を測定することにした。

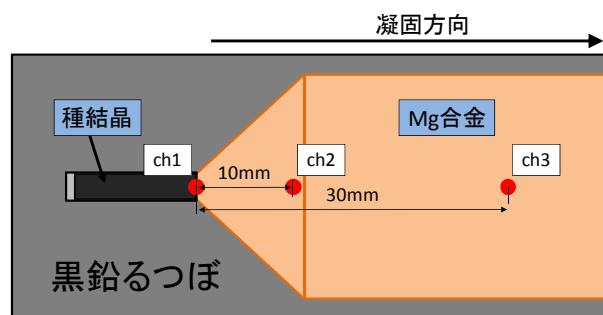


図2 黒鉛るつぼの温度測定位置

温度条件としては、まず Mg 合金を溶解させるために、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凝固位置をるつぼ下方から上方に移動させ、一方向凝固させることにより 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、全ての加熱炉の電源を切り、自然冷却させた。

4. 実験結果

Mg-0.5at%Zn において加熱炉①を 3 時間で冷却した場合、種結晶近傍には多数の核が発生していたが、6 時間、12 時間、24 時間と冷却時間を長くしていくと、核の発生が抑制され、大きな結晶が得られた。Mg-1.0at%Zn および AZ31Mg 合金においても同様の結果となった。

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、るつぼの温度分布を最小 2 乗法により直線

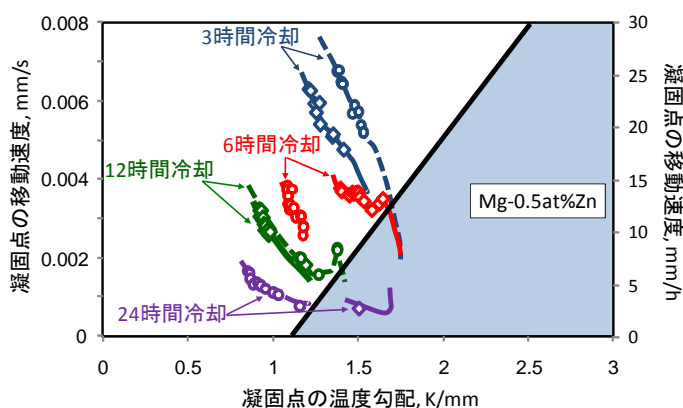


図3 Mg-0.5at%Zn における凝固点の移動速度と温度勾配の関係

近似し溶湯の凝固位置を算出した。さらにその凝固位置から、凝固点の温度勾配および移動速度を算出した。

図3に Mg-0.5at%Zn 単結晶を作製した場合の凝固点の移動速度と温度勾配の関係を示す。曲線はそれぞれの冷却条件において 2 回ずつ測定した凝固点の移動速度と温度勾配の関係であり、曲線上の印は、核発生位置を表している。この結果より、印のない領域において、核発生が抑制されたと考えられるので、図3中央部の直線より右下の塗りつぶした領域において、Mg-0.5at%Zn の単結晶が作製可能であると考えられる。同様に Mg-1.0at%Zn および AZ31Mg 合金においても凝固点の移動速度と温度勾配の関係が得られ、合金添加元素の増加に伴い単結晶の作製領域が小さくなることが分かった。

5. 結言

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金属単結晶育成装置(改良型タンマン炉)を開発し、Mg 合金単結晶の作製を試みた。その結果、Mg 合金単結晶作製における凝固点の移動速度と温度勾配の関係を得た。この結果は Mg 合金単結晶を作製する際の指針となることが期待される。

参考文献

- 1) 日本金属学会, “結晶成長”, pp.72-74(1975) 丸善.
- 2) 2010 年度機器・分析技術研究会報告集, pp.82-83
- 3) 平成 22 年度熊本大学総合技術研究会報告集, 02V-4 (CD-ROM)