

6.2 組織制御材料の製造と特性に関する研究 一方向凝固装置の開発

藤川貴朗 河合 真 柴田周治

Development of unidirectional solidification system

Takao Fujikawa Makoto Kawai Shuji Shibata

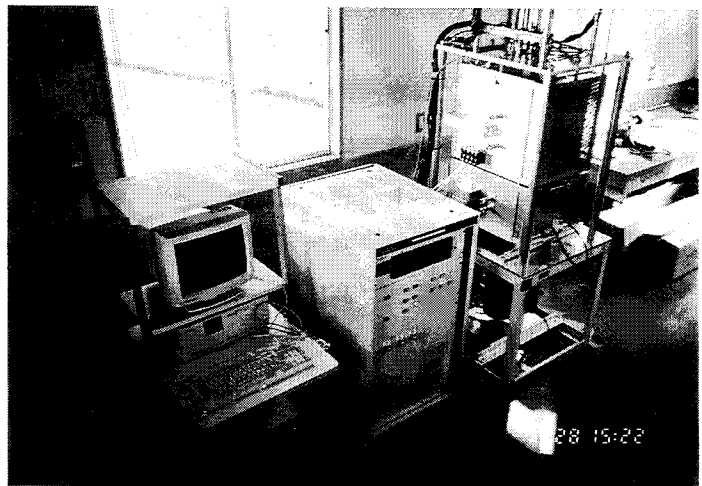
In this study, unidirectional solidification system has been developed for examination the dependence of solidified conditions and micro structure on eutectic reaction.

This system is based on Bridgman method. The temperature gradient and solidification growth speed could set for wide range. In addition, specimens are able to cooled in quench bath. Pure Fe-C specimens are tested in order to check system ability.

Keyword unidirectional solidification, Bridgman method, eutectic solidification

1 緒 言

金属材料の機械的性質は、主にその組織形態に左右される。特に、共晶反応を持つ材料にあっては、組織に面積率、層間隔、などの組織の特徴量が重要であり、それらは材料の凝固時の熱的条件を反映したものである。ここでは、共晶反応を持つ材料の中で、固液界面の界面エネルギーが高く、また晶出相の異方性が大きいので、凝固機構と組織の関連がまだ明らかにされていない系について検討を進めるため、一方向凝固装置を開発することとした。



一方向凝固装置 SF70-330型

図1 一方向凝固装置の外観

2 一方向凝固装置の仕様および概要

装置は、ブリッジマン法(Bridgman method)によるものとし、温度勾配を有する炉中に保持した試料溶湯を徐々に下方へ移動させ、一方向に凝固進行させるものである。ここで、任意の温度勾配、移動速度(段階変化や加速減速を設定)を選べるようにし、熱分析を行い、凝固中に急冷操作を行える構造とする。また溶解雰囲気調整を行い、減圧に耐え得る構造(炉心管内部の気密性を充分確保する)とする。

本装置は図1および図2のような3つの構成からなる。

- 1) 一方向凝固炉本体
- 2) 制御ユニット
- 3) 制御記録パーソナルコンピュータ

以下各部の詳細と構造を述べる。

2.1 一方向凝固炉本体

2.1.1 加熱炉

加熱炉は、シリコニット発熱体を用いた。制御の容易さ、所定の設定温度と温度勾配、均熱域を確保するため、主加熱炉(测温加熱制御2ゾーン分割)と補助加熱炉(ゾーン分割無し)の3部から構成される。制御温度範囲は673~1673K

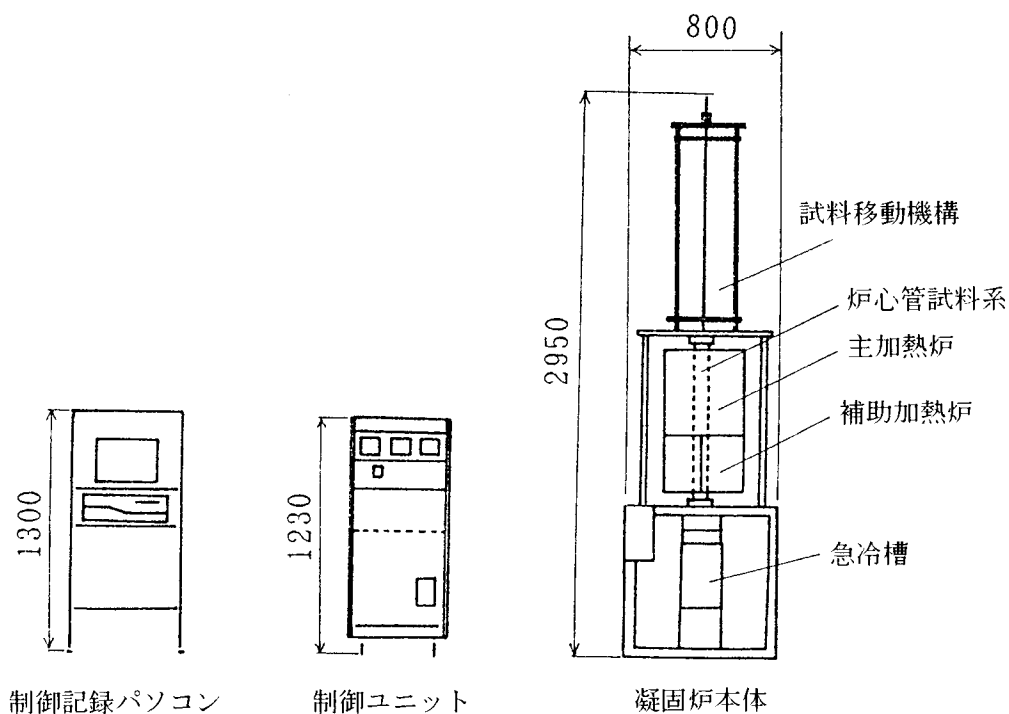


図2 一方向凝固装置の概略

(Max1773)である。補助炉は左右2分割方式とし、温度勾配によっては、使用しない。

2.1.2 炉温制御装置

炉温制御装置はPID-SCR位相制御方式とし、3ゾーン独立の温度制御を行う。制御出力は0~200V max.3.5KVAである。プログラム設定は、キースイッチによるデジタル設定または付属のパーソナルコンピュータからのソフトウェア設定ができる。ソフトウェアでの通信はRS232-Cによる。

出力ユニットは、100V 10A~200V 120Aの対応出力となる。

操作パネルのSTART信号に同期して、調節計が3とも起動し、出力ユニットのコンタクターを作動させる。また、手動で炉電源のON.OFF操作および補助炉の切離しができる。安全確保のため、冷却水停止、過昇温、制御熱電対断線、発熱体損傷時に電源を遮断する。

(図3参照)

2.1.3 冷却系

炉体冷却は、アルミナ製炉心管の上下両端にステンレス製リングを溶着した部分で行い、上下の機構およびバルブを保護する。炉体上部板に冷却水を循環させ、上部への放熱対策とする。また、試料吊り下げ軸 (SUS製)に冷却水を導入、これを冷却して、ガスシールリングを保護する。冷却水停止時には保安機構が約2秒後に作動し、炉体電源を遮断する。

大きな温度勾配を必要とする場合は、ステンレス製冷却スリーブを耐火不織布を介して炉心管に装着し、冷却する構造とした。

2.2 試料系

2.2.1 炉心管

炉心管はアルミナ製φ70で、SUS製リングを溶着してある。

このリングにOリングを装着し、フランジを水冷して保護してある。

2.2.2 溶解雰囲気

溶解雰囲気はArガス中とし、炉心管上部フラン

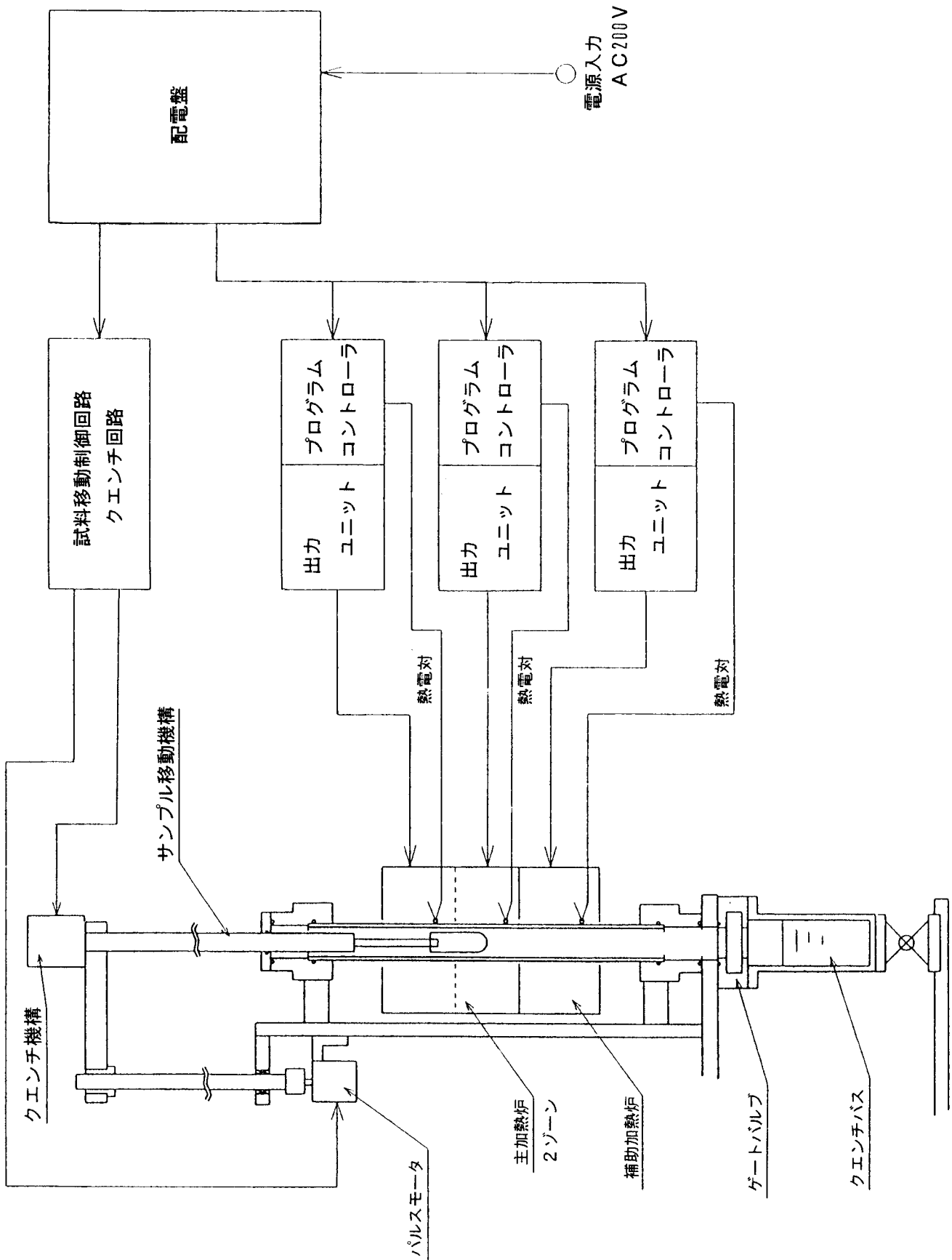


図3 電気系統と試験移動系の構造

ジと、下部急冷槽に導入できる。
Arガス圧が、+0.3気圧になら
ないとバルブは開かない。

(図4参照)

Arガスは高純度のものを用い、
合成ゼオライトの清浄装置を介
して導入する。

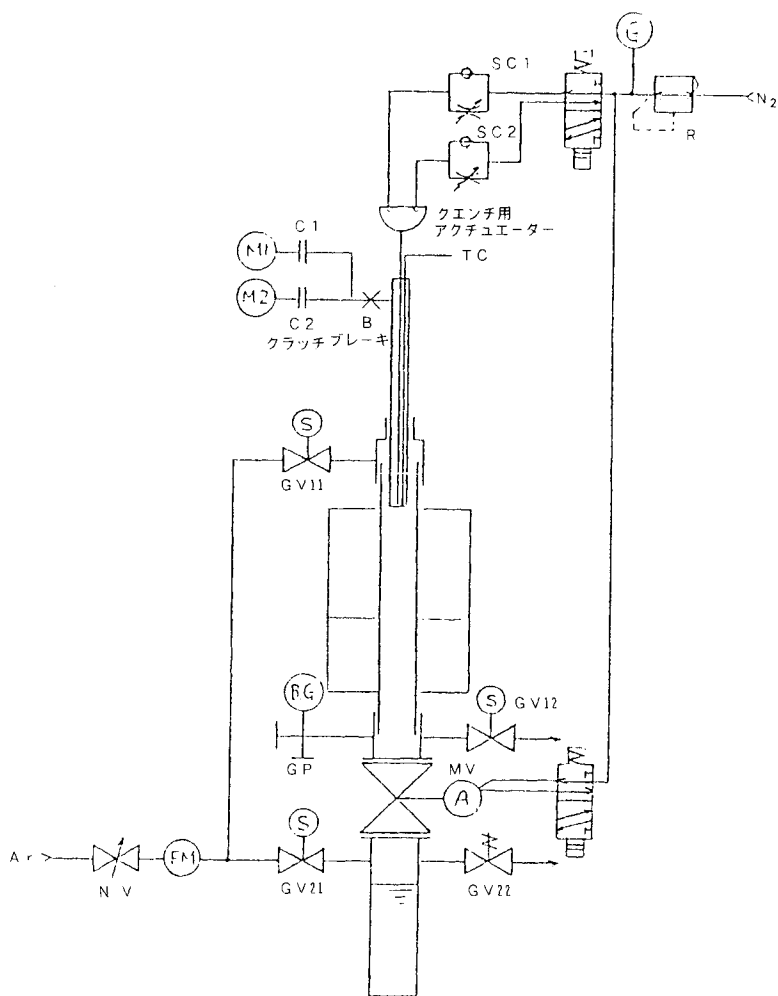
下部の急冷槽(クエンチバス)
と炉心管はゲートバルブ(空圧)
によって遮断される。ゲートバ
ルブが閉じている場合は、試料
移動系は下部リミットスイッチ
以下に移動できないシーケンス
としてある。

2.2.3 保持、落下機構

試料の保持落下機構を図5に
示す。水冷シャフトからアルミ
ナ製サポータを介して、黒鉛製
の試料吊り下げ治具へ試料を保
持する。保持系中心に回転を持
ち、SUS製回転軸、アルミナ製
回転軸へ回転が伝えられ、底板のスリットから試
料治具ごと試料は下方へ落下する。試料軸は、空
圧アクチュエーターにより、90度回転する。

2.2.4 熱分析

試料の熱分析はR熱電対により3点まで行える。
熱電対出力は、付属のパーソナルコンピュータ
上の12ビットADコンバータボードにより温度デー
タに変換記録される。熱電対出力の非直線性の補
正は、予め補正表を記録プログラム中に保持し、
これにより換算する方式とした。記録プログラム
からクロック、トリガなどの操作が行える。記録
プログラムは、後述の移動制御プログラムと混合



系統図

図4 ガス雰囲気と試料移動系

の形式で記述する。

2.3 移動系

試料の移動は、高速モータと低速モータの2
つを使用する。

2.3.1 高速モータ

試料交換、位置設定時は高速移動を行いたいの
でインバータを介して、スピードコントロールモ
ータを使用する。移動速度は50mm/s可変(加減
速)である。

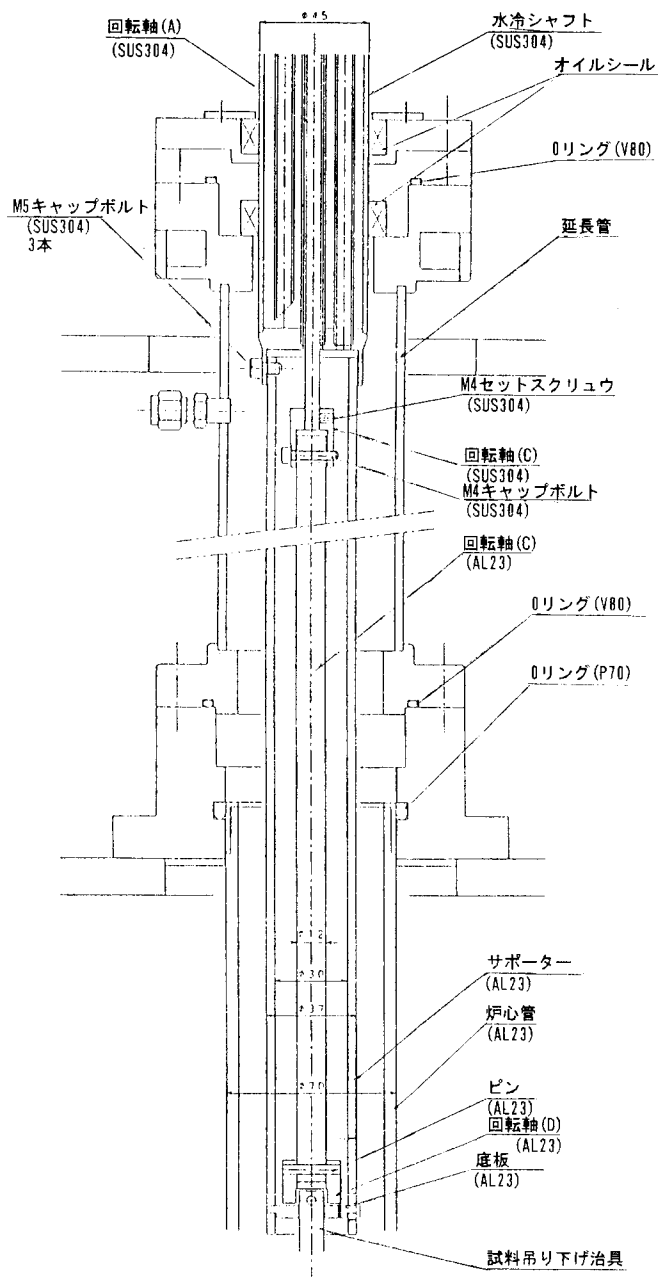


図5 試料保持落下機構の詳細

2.3.2 パルスモータ

一方向凝固試験時は、非常に低速かつ精度の高い移動を行う必要があり、かつ加減速、段階変化などの実験条件を可能にするため、ステッピングモータによる移動方式を取った。図6参照。

移動速度設定はパーソナルコンピュータ上の駆動プログラムにより $1 \sim 0.001 \text{ mm/s}$ (後に $\sim 0.0001 \text{ mm/s}$ に改造) まで自由に設定できる。プロ

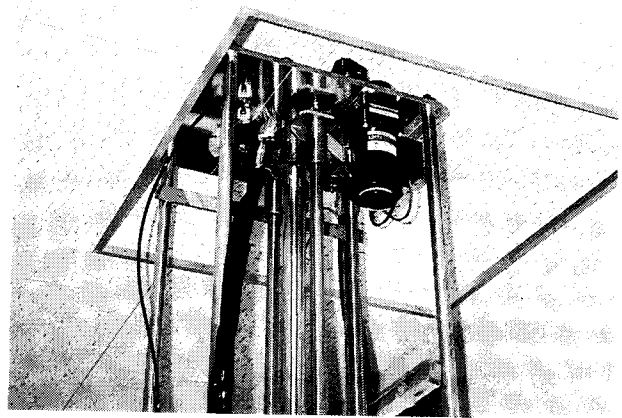


図6 試料移動系の外観

グラムは BASIC または C 言語で自己開発した。2つのモータ駆動をブレーキを介して選択できるようにし、ボールスクリュー駆動で上下運動に変換する。

2.4 急冷系

一方向凝固試験時、固液界面の形状を急冷固定するため、装置下部に急冷バス (10 l 内部バスケット付き) を有する。急冷バスは空圧ゲートバルブにより加熱系と遮断される。

装置は、実験中に誤操作等を行ったり、冷却水の中断など事故があった場合などを含めて矛盾した動作を防ぐため、プログラムコントローラでシーケンスを組んで動作させる。

3 実験および検証

ここでは、開発した一方向凝固装置を用いて、鋳鉄の黒鉛オーステナイト共晶凝固の実験を行い、装置が初期の機能を発揮するかどうかを検証した。

3.1 試料の作成

実験に用いた試料は、純 Fe-C 系とし、目標組成は C 4.3%、その他の不純物元素は極力抑えてある。電解鉄と電極棒黒鉛屑を、アルミナ坩堝を用いて Ar ガス雰囲気中で、高周波溶解炉にて溶製し

た。

1773Kで出湯し、ウレタン系有機鋳型にφ30に注湯してインゴットとした。これを砂と黒鉛屑中で1223K40時間保持後973Kまで40時間で冷却して焼鈍し、φ20に加工して約180gの試料母材を得た。

試料の分析結果はC 4.45% S 0.007%であった。

3.2 製造条件と実験方法

上記試料母材を、ソーダガラス粉10gとともに、内径24mm ムライト質タンマン管中に挿入し、黒鉛製蓋をMo線で固定して試料吊り下げ治具に保持する。

主加熱炉の温度設定は1573, 1623, 1673K, 補助炉は、1473K～無し（水冷）まで、試料移動速度は、0.04～0.002mm/sまで変化させて製造条件を探索検討した。

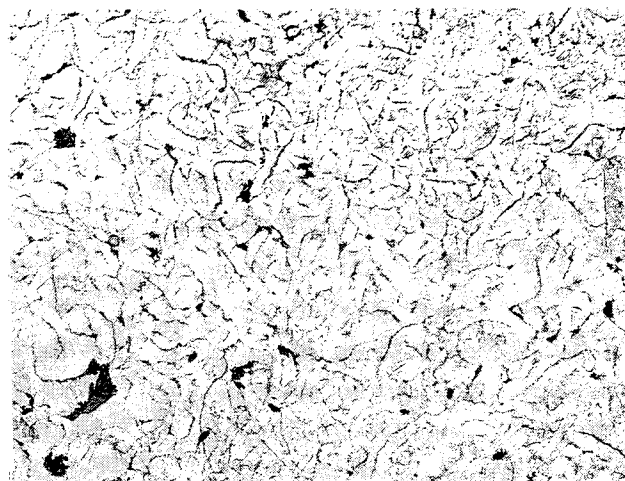
3.3 結果と試作の組織

図7に試作した材料の組織を示す。黒鉛組織が一方方向に整列した条件は、移動速度0.002mm/sで、水冷ジャケット装着の場合であった。

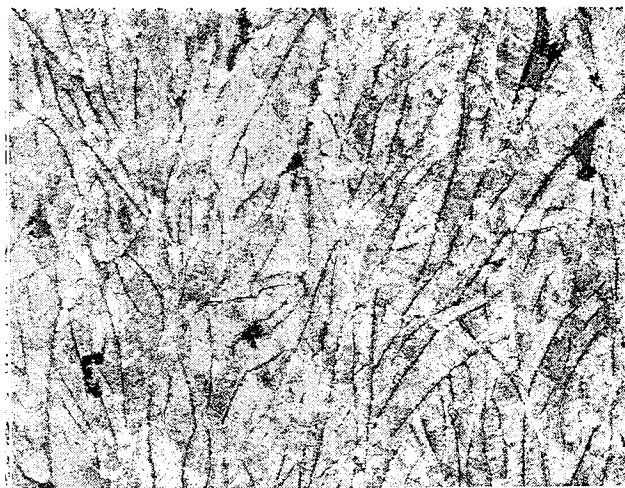
4 まとめ

本研究で開発した一方向凝固装置は、初期の性能を発揮できることが判明した。引き続いて、一方向凝固の条件と、組織の関係について実験を進めることとする。

本研究は、日本自転車振興会から競輪収益の一部である機械工業振興資金の補助を受けて実施したものである。



(a) 0.0100mm/sec



(b) 0.0020mm/sec

図7 一方向凝固させた純Fe-C系試料の組織
腐食：ナイトール ×100