

# 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～

宇宙研 樋口健介, 稲富裕光

## 3-dimensional Concentration Distribution in the Alloy Couple after Levitation and Diffusion using Synchrotron Radiation for Containerless Measurement of Diffusion Coefficient

Kensuke Higuchi and Yuko Inatomi

Institute of Space and Astronautical Science, Yoshinodai, Sagamihara, Kanagawa 229-8510

E-Mail: khiguchi@isas.jaxa.jp

Abstract: We have reported containerless diffusion experiments of Si-Ge and Al-Ag at the last symposium. Here the 3-dimensional concentration distributions after processing were investigated by X-ray CT using synchrotron radiation at SPring8. In this result, history of convection was observed, mainly because the densities of diffusion couple were too different. Therefore we additionally developed an electromagnetic-aerodynamic levitation equipment in a static magnetic field for improving temperature profile and using In-Sn as a diffusion couple.

Key words: diffusion coefficient, high temperature melt, levitation, convection

### はじめに

高温金属融体の拡散係数は、鋳造や溶接分野のプロセス改善のために要求されている。しかし対流や容器との反応のため、高温域での測定はこれまで困難であった。そこで我々は無容器で拡散係数の測定する新たな手法を開発している。前年度は、拡散対として Ag-Al および Si-Ge 合金を使用し、静磁場印加電磁浮遊炉を用いて対流抑制下での無容器拡散実験を報告した[1]。本年度は先ず、作成した無容器拡散後の Ag-Al および Si-Ge 試料内の濃度分布を調べるため、X 線 CT 実験を行った。また、電磁浮遊炉では十分な冷却能が得られないため、凝固時に起こる流動と、低融点の材料を無容器凝固できないという二つの問題を解決するため、ガスジェット浮遊と RF を組み合わせたガスジェット電磁浮遊炉を開発した。これにより信頼度の高い拡散係数の値が得られている In-Sn 合金[2]を用いて無容器拡散のリファレンス実験を行えるようになり、無容器拡散実験に最適な温度プロファイルも得ることが可能となった。

### 無容器拡散実験

Fig.1 に示すような超伝導マグネット内に設置した石英ガラス製の電磁浮遊炉(ガスジェットノズルについては後述)を用いて、静磁場 6T 中の対流抑制下で無容器拡散実験を行った。実験の手順は、拡散対を電磁浮遊・溶融し、温度一定の状態でも 30~60 秒間保持した後、電源パワーとガス流の調整により冷却凝固を行った。雰囲気は 6N Ar と 6Nup He の混合ガスを使用し、温度は上方から放射温度計を

用いて測定した。

Ag-Al 拡散対は、マランゴニ対流等の表面の影響を避けるため、拡散源となる Ag 片を球状の Al 中に埋め込んだものを用いた。Si-Ge 拡散対は、角状に切り出した Ge の上に Si を重ねた状態で同時に浮遊溶融し、CCD カメラで放射輝度の差を検出して拡散状態をリアルタイムに観察した[1]。無容器凝固後に得られたこれらの粒状試料は、SPring8 BL20B2 において X 線 CT 実験を行い、試料内部の濃度分布を三次元的調べた。

### X 線 CT の結果と考察

Fig.2 に無容器拡散後の Ag-Al を中心付近で縦割した断層図を示す。CT の結果、中心に配置した Ag は、試料内下方から赤道へと移動し、ドーナツ状の分布が観察された。これは Fig.2 の図中に示すよう

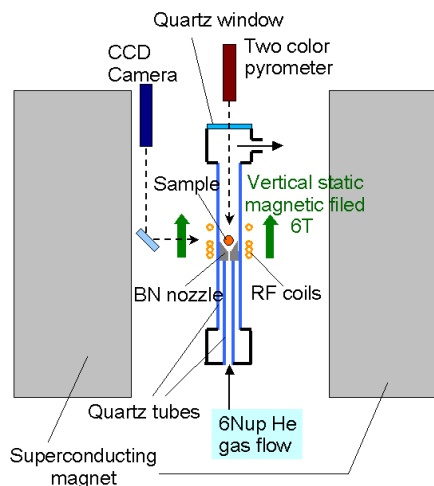


Fig.1: Experimental setup of electromagnetic-aerodynamic levitator in superconducting magnet

に、比重が大きい Ag が落下する効果と、電磁攪拌とマランゴニ対流による流動、加えて浮遊中の液滴が回転することによる遠心力により、Ag が赤道付近に集まったと推察される。とくに Ag-Al は融点が低く電磁浮遊法では凝固がすばやく行えなかったため、固液共存時に大きく流動が起こったものと考えられる。

Si-Ge 拡散対は、浮遊溶融時のリアルタイム観察において予想通りの濃度変化を示し、完全に混合したと推定される直後に急冷凝固を行った[1]。Fig.3 に無容器拡散後の Si-Ge の断層図を示す。CT の結果からは、Si-Ge 内部の濃度分布は一様ではなく、リアルタイム観察との整合性は得られなかった。また、比重が大きい Ge が下方に偏析している傾向があるが、凝固後の分布の系統的な説明は未だ得られていない。リアルタイム観察では表面の濃度を見ているため、表面では Si と Ge の拡散（対流）が速く完全に混合したが、内部では混ざり切っていなかったとも考えられる。また Si と Ge は固液間の密度差が大きく凝固潜熱も大きいため、凝固時に流動した

ことも、一因として挙げられる。

### 浮遊炉の改善

Ag-Al や Si-Ge 合金の無容器拡散実験から判明した冷却能力の不足を解決するため、また低融点であるが密度差の小さい In-Sn 合金を試料とすることを目的に浮遊炉の改造を行った。Fig.1 に示したように、電磁浮遊炉として使用していた石英ガラス管の中に BN 製のノズルを挿入し、ガスジェット浮遊を行えるようにした。これにより、試料加熱時は電磁浮遊法を用い、凝固時にガスジェット浮遊へと切り替えることで、急速な冷却凝固が行えるようになった。Fig.4 にガスジェット電磁浮遊炉を用いて無容器拡散実験を行った B-Al と In-Sn 拡散対の温度プロフィールを示す。ここで、B-Al は球状 Al の中心に B 粉をごく微量に入れたもの、In-Sn は球状 Sn の中心に In 片を埋め込んだものを試料とした。この結果から、低融点合金である In-Sn や B-Al においても急冷凝固が可能となり、無容器拡散実験に理想的な温度コントロールができることが確認された。

### まとめと今後の展開

Ag-Al および Si-Ge 合金の無容器拡散実験を行い、拡散凝固後の試料内部の濃度分布を X 線 CT により調べた。この結果、冷却速度不足を一因とする対流の履歴が観測された。このため浮遊炉を改良し、ガスジェット電磁浮遊炉とすることで温度コントロールを無容器拡散実験に最適化した。

### 参考文献

- [1] 第 24 回宇宙利用シンポジウム
- [2] Miyake et al, Jpn. J. Appl. Phys., 41 (2002) L811

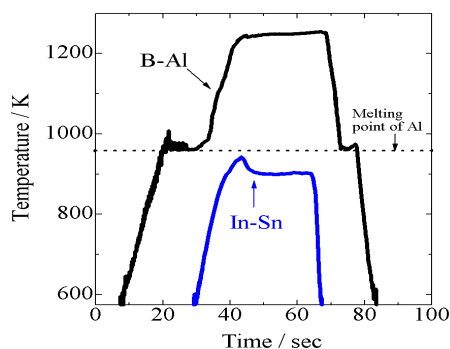
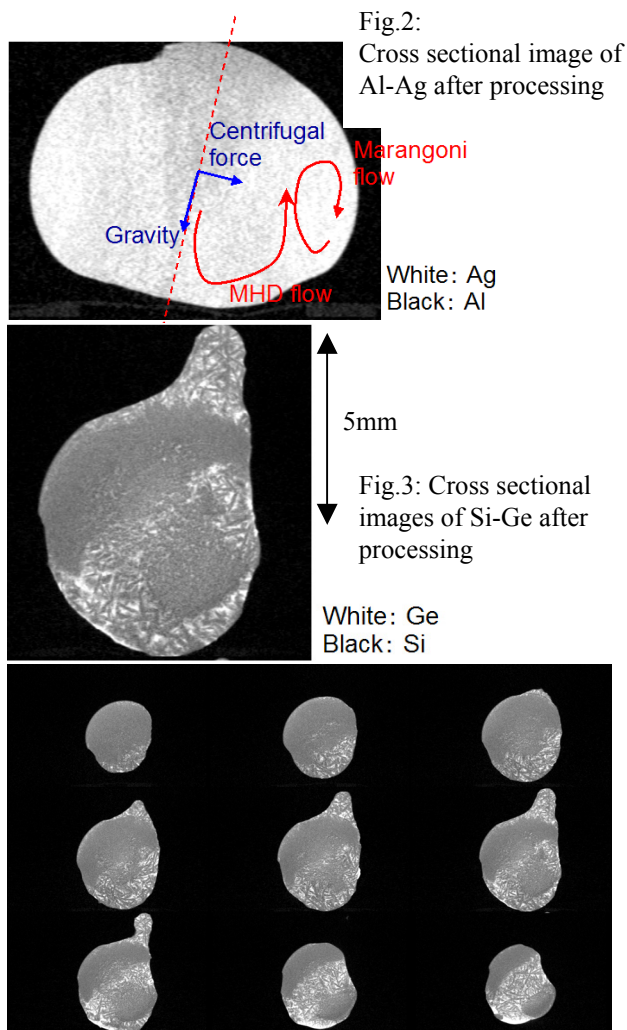


Fig4: Temperature profile of B-Al and In-Sn alloys