

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B1)

(11)特許番号
特許第7112638号
(P7112638)

(45)発行日 令和4年8月4日(2022.8.4)

(24)登録日 令和4年7月27日(2022.7.27)

(51)国際特許分類 F I
B 2 2 D 27/04 (2006.01) B 2 2 D 27/04 A

請求項の数 16 (全43頁)

(21)出願番号	特願2021-67999(P2021-67999)	(73)特許権者	595086982 株式会社エビス 神奈川県相模原市南区新磯野 5 丁目 1 0 番 6 号
(22)出願日	令和3年2月24日(2021.2.24)	(72)発明者	戎 嘉男 神奈川県相模原市南区新磯野 5 丁目 1 0 番 6 号 株式会社エビス
審査請求日	令和3年2月24日(2021.2.24)	審査官	池ノ谷 秀行
早期審査対象出願			

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 一方向凝固装置及び一方向凝固方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

単一結晶組織(SX 材と称す)または多結晶柱状 dendrait 組織(DS 材と称す)または前記 SX と前記 DS の混合組織から成る結晶組織を有する一方向凝固鑄物あるいはインゴットを作るための一方向凝固装置において、

(a) 溶融した金属を鑄型に鑄込み冷却して前記一方向凝固鑄物あるいはインゴットを作る一方向凝固過程は、前記鑄型を加熱保温する加熱領域、前記鑄型を冷却する冷却領域、及びこれら両領域の間に断熱バツフル、ならびに前記加熱領域から前記冷却領域へ前記鑄型を移動する手段を設け、前記加熱領域に対して前記鑄型内の前記溶融した金属を所定の温度に加熱・保温するための加熱手段と前記冷却領域に対して鑄型側面からの抜熱能を強化する強冷却手段を含み、前記溶融した金属における固液共存相の液流を整流すべく前記溶融した金属の前記固相領域をこの強冷却手段にて冷却しつつ、前記鑄型を所定の速度で移動させて一方向凝固させる第一の手段と、

(b) 前記一方向凝固過程において、前記溶融した金属における液相の対流を抑制し凝固界面へのヒートパルスを解消するとともに前記固液共存相における液流の乱れを抑制すべく少なくとも前記固液共存相の全体に対して、一方向凝固方向に実質的に平行な方向に静磁場を印加する第二の手段と

を備え、

前記一方向凝固過程において、前記(a)と前記(b)による各々の整流効果に基づく相乗効果によりマクロ偏析あるいは異方位結晶欠陥の形成を抑制するとともに前記結晶組織を微細

化することを特徴とする一方向凝固装置。

【請求項 2】

請求項 1 における前記加熱手段は抵抗加熱による主ヒーター及び断熱パツフルの直上に位置し少なくとも 1 つの抵抗加熱副ヒーターを具備することを特徴とする一方向凝固装置。

【請求項 3】

請求項 1 における前記強冷却手段として不活性ガスを鑄型側面に対して噴射して冷却する手段であり、該手段は断熱パツフルの直下に該不活性ガスを噴射するノズルを配置し、該不活性ガスを前記鑄型側面に吹き付けて冷却することを特徴とする一方向凝固装置。

【請求項 4】

請求項 1 における前記強冷却手段として、低融点材料による熔融金属浴に前記鑄型を浸漬することによって冷却することを特徴とする一方向凝固装置。

10

【請求項 5】

請求項 1 における前記鑄型には高熱伝導性を有するグラファイトと断熱性を有する断熱材の層を交互に積層して成形した鑄型を用いることを特徴とする一方向凝固装置。

【請求項 6】

単一結晶組織（SX材と称す）または多結晶柱状デンドライト組織（DS材と称す）または前記SXと前記DSの混合組織から成る結晶組織を有する一方向凝固鑄物あるいはインゴットを作るための方法として、

（a）熔融した金属を鑄型に鑄込んで冷却して前記一方向凝固鑄物あるいはインゴットを作る一方向凝固過程において、前記鑄型を加熱保温する加熱領域、前記鑄型を冷却する冷却領域、及びこれら両領域の間を断熱する領域を用い、ならびに前記加熱領域から前記冷却領域へ前記鑄型を移動することにより凝固させるようにし、前記加熱領域においては前記鑄型内の前記熔融金属を所定の温度に加熱・保温するとともに前記冷却領域においては鑄型側面からの抜熱能を強化すると共に、前記熔融した金属における固液共存相の液流を整流すべく前記熔融した金属における固相領域を強冷却するようにしつつ前記加熱領域から前記冷却領域へ前記鑄型を移動して凝固をすすめる第一のステップと、

20

（b）前記一方向凝固過程において少なくとも前記固液共存相の全体に対して、一方向凝固方向に実質的に平行な方向に静磁場を印加し、液相の対流を抑制し凝固界面へのヒートパルスを解消するとともに前記固液共存相における液流の乱れを抑制する第二のステップとを備え、前記第一及び前記第二のステップによる各々の整流効果に基づく相乗効果により又クロ偏析あるいは異方位結晶欠陥の形成を抑制するとともに前記結晶組織を微細化することを特徴とする一方向凝固方法。

30

【請求項 7】

請求項 6 における前記加熱・保温する過程では、前記熔融金属を所定の温度に加熱・保温する領域の下端周辺、前記断熱する領域の直上を加熱・保温することを特徴とする一方向凝固方法。

【請求項 8】

請求項 6 における前記冷却には不活性ガスを前記鑄型の側面に対して噴射して冷却する方法を用いることを特徴とする一方向凝固方法。

【請求項 9】

請求項 6 における前記冷却には低融点熔融金属浴に前記鑄型を浸漬することによって冷却することを特徴とする一方向凝固方法。

40

【請求項 10】

請求項 6 における前記鑄型には高熱伝導性を有するグラファイトと断熱性を有する断熱材の層を交互に積層して成形した鑄型を用いることを特徴とする一方向凝固方法。

【請求項 11】

単一結晶組織（SX材と称す）または多結晶柱状デンドライト組織（DS材と称す）または前記SXと前記DSの混合組織から成る結晶組織を有する鑄物またはインゴットを製造するための一方向凝固装置において、鑄型を加熱・保温する加熱領域と鑄型を冷却する強冷却領域、及びこれら両域を熱的に分離・遮断する断熱領域を一つのchamber内に収め、

50

このchamber内には、

前記鋳物またはインゴットを鋳造するための前記鋳型と、
 前記鋳型の底部に設置され凝固を開始するための冷却チルトと、
 前記鋳型を加熱・保温するための摺動式抵抗加熱主ヒーターと、
前記主ヒーターを支持し外部への熱放射を遮断するための断熱スリーブと、
 前記鋳型を冷却するための鋳型冷却手段としての鋳型冷却ガスノズルと、
 前記鋳型冷却手段の上部に近接配置される断熱手段としての断熱パッフルと、
 を備え、

前記断熱パッフルと前記鋳型冷却ガスノズルは同期・一体的に上下動できる構成とし、
 前記主ヒーターには、前記断熱パッフルと前記鋳型冷却ガスノズルとを一体的に上下
動させるための通路を設け、前記主ヒーターにはこれに繋がる摺動接触端子を前記断熱ス
リーブの外側に設けてあり、またこの摺動接触端子にはこれに摺動接触する摺動ブラシを
設けて、前記主ヒーターの上端 - 前記摺動ブラシ間を通電区間とすることにより前記通電
区間を可変可能な構成としており、且つこの摺動ブラシは前記断熱パッフルと前記鋳型冷
却ガスノズルと同期・一体的に上下動が可能な構成となっており、また、前記加熱領域と
前記強冷却領域の間に生じる前記鋳型内の固液共存相全体に対して一方向凝固方向に実質
的に平行な方向に静磁場を印加する手段を設けてなり、

操業開始時には前記摺動ブラシと前記断熱パッフルと前記鋳型冷却ガスノズルは前記
 鋳型の下端に位置させ、前記通電区間に電力を供給して前記鋳型を金属材料の融点以上の
所定の温度に加熱・保温し前記金属材料の溶解・鋳造の後、前記通電区間を所定の速度で
上方に移動させることにより加熱・保温領域を縮小させつつ前記鋳型冷却ガスノズルに冷
却ガスを供給することにより前記鋳物または前記インゴットの一方凝固を行うとともに
前記固液共存相全体に対して一方向凝固方向に実質的に平行な方向に静磁場を印加するこ
とを特徴とする一方向凝固装置。

【請求項 1 2】

請求項 1 1 において、前記断熱パッフルの直上、前記加熱・保温領域における下端近傍を
加熱・保温するための副ヒーターを設けた構成とすることを特徴とする一方向凝固装置。

【請求項 1 3】

請求項 1 1 における前記鋳型は高熱伝導性を有するグラファイトと断熱性を有する断熱材
 の層を交互に積層した構成とすることを特徴とする一方向凝固装置。

【請求項 1 4】

単一結晶組織（S X 材と称す）または多結晶柱状デンドライト組織（D S 材と称す）また
 は前記 S X と前記 D S の混合組織から成る結晶組織を有する鋳物またはインゴットを製造
 するための一方凝固方法において、鋳型を加熱・保温する加熱領域と前記鋳型を冷却す
る強冷却領域、及びこれら両域を熱的に分離・遮断する断熱領域を一つのchamber内に収
め、

溶融金属を鋳型に鋳込んで凝固させる過程において、前記鋳型を加熱・保温する方法
は前記加熱領域の上端に固定した位置と下端の間の区間を通電区間として前記加熱領域を
抵抗加熱・保温するに際して、前記通電区間を縮小可変するとともに前記強冷却領域に対
しては前記鋳型の側面に対し不活性ガスを噴射し冷却するようにし、少なくとも前記鋳物
またはインゴットの固液共存相の全体に対して一方向凝固方向に実質的に平行な方向に静
磁場を印加するようにし、操業開始時、前記通電区間は前記鋳型の側面全域を囲んで鋳型
を所定の温度に加熱・保温し、時間の経過につれて前記通電区間を前記鋳型の下端から前
記上端に固定した位置に向けて所定の速度で縮小可変するとともに、前記断熱領域の下部
領域を前記強冷却により冷却しつつ凝固させることを特徴とする一方向凝固方法。

【請求項 1 5】

請求項 1 4 において、前記断熱領域の直上に少なくとも一つの副ヒーターを設け、前記加
熱・保温領域における下端近傍を加熱・保温するようにしたことを特徴とする一方向凝固
方法。

【請求項 1 6】

10

20

30

40

50

請求項14における前記鑄型には高熱伝導性を有するグラファイトと断熱性を有する断熱材の層を交互に積層した鑄型を用いることを特徴とする一方向凝固方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は鑄造技術に関わるものであって、特に多結晶粒から成る柱状 dendrait 組織（DS材と称す）、単一粒から成る dendrait 組織（Mono-crystalあるいはSX材と称す）を有する鑄物及びインゴットの製造における改良を図った一方向凝固装置及び一方向凝固方法ならびに一方向凝固鑄物に関するものである。

【背景技術】

【0002】

DS材やSX材の典型的な製造方法として従来よりブリッジマン（Bridgeman）法、リキッドメタルクーリング（Liquid Metal Cooling）法、ガスクーリングキャスト（Gas Cooling Casting）法が知られている。以下、その概要を説明する。

【0003】

Bridgeman法

典型的な Bridgeman法（本明細書において Standard Bridgeman、標準ブリッジマン法と称す）による一方向凝固装置は加熱炉、冷却 chamber、鑄型を加熱炉から冷却 chamberへ引き出すための引出機構、加熱炉と冷却 chamberを分離する断熱バツフル、凝固を開始するための冷却チルから構成される（例えば非特許文献1参照）。鑄型は抵抗加熱ヒーターにより熔融温度以上に予熱され、熔融金属を鑄込んだ後、所定の速度で冷却 chamberへ引出される。鑄型は冷却チル上にセットされチルへの熱伝導により凝固を開始するが、チルによる冷却効果の及ぶ範囲は小さく、大型鑄物になるとほぼセレクト（図1の符号3、SX組織を得るための凝固の道筋）の範囲に限られる（例えば、非特許文献2、Konter et al参照）。[図1から冷却ガス循環ポンプシステム13及び超伝導コイル14を除いたものが標準ブリッジマン法である。]鑄物は冷却 chamberにおける輻射冷却によって凝固する。後述するごとく輻射による冷却能はかなり小さくこのためフレックル（マクロ偏析欠陥の一種でタービン翼の早期破損の原因となる）あるいは異方位結晶欠陥（misoriented grain defects）等の鑄造欠陥が生じやすいという欠点がある（例えば非特許文献1のp.321参照）。これらの鑄造欠陥については後述の段落0029において言及する。

【0004】

Liquid Metal Cooling法（以下LMC法と称す）

標準ブリッジマン法における上述の欠点を解消するため、冷却領域において放射冷却によるのではなく、低融点材料による熔融金属浴に浸漬することによって冷却する方法（以降 Liquid Metal Cooling、略して LMC法と呼ぶ）が考案された。当該 LMC法は、鑄型の引出過程において当該鑄型を錫あるいはアルミニウム等の低融点材料による熔融金属浴中に徐々に浸漬させることにより冷却能を高めつつ鑄型冷却を行い、一方向凝固させるものである。

【0005】

例えば US Patent 6,276,433 B1 (2001)（特許文献1）は冷却金属浴の媒体として Al 共晶合金を用いている。さらに Elliottら（非特許文献3）は冷却媒体としてさらに融点の低い熔融 Snを用いることにより、凝固時の冷却速度を大きくし Ni 基合金タービンブレードの品質改善を図ることができることを示した。また、Liura（非特許文献4及び非特許文献5）は当該 LMC法を採用し、結晶組織を微細化し、一方向凝固 Ni 基超合金の高温クリープ強度を高めることができることを示した（例えば、1050、160 Mpa のクリープ破断時間が 84 hrs から 131 hrs へ約 2 倍に伸びた。非特許文献5参照）。

10

20

30

40

50

【0006】

当該LMC法による典型的な装置の一例を図2に示す(非特許文献3)。加熱領域においては上下2段のヒーター(符号5a、5b)が備えられている。鋳型1は鋳型引出アーム21によって熔融金属浴18中に徐々に浸漬・冷却される。熔融金属浴18を収容保持している熔融金属容器20は内部に高温オイルを循環させることにより金属浴の液温を調整する。熔融金属浴18の液表面において加熱領域からの放射熱を遮断するため浮遊するアルミナビーズによる断熱層22を設ける。熔融金属浴18は攪拌器23により攪拌され、温度均一化が図られる。

【0007】

Gas Cooling Casting法(以下、GCC法と称す)

GCC法の概要を図1に示す(ただし超伝導コイル14は含まない)。GCC法は、冷却領域において引出した鋳型の冷却能を高めるべく不活性ガス(アルゴン、ヘリウム等)で冷却するようにしたガス強制冷却方式を採用した技術である(非特許文献2及び特許文献2参照)。図1において加熱領域と冷却領域とを熱的に分離するために設けられている断熱バツフル9の直下に冷却ガス吹き付け用の冷却ガス噴出ノズル11を配置し、一方向凝固の作業期間中、冷却ガスを鋳型に吹き付けて冷却するものである。冷却ガスは冷却ガス循環ポンプシステム13により循環・冷却される。当該冷却ガスノズルの一例として、適当な数の噴出口から斜め下方向に旋回流を噴出させるものがある。炉内部に吹き出された冷却ガスはこの冷却ガス循環ポンプシステム13により吸引/フィルタリング/冷却/供給/吸引と言う経路を辿って循環されて冷却領域での鋳型冷却に供される。

上記文献によれば、LMC法に匹敵またはそれ以上の冷却能を得ることができると述べている。

【0008】

しかしながら、LMC法あるいはGCC法においても不可避免的に存在する液相及び固液共存相(所謂mushy zone)における有害な液相の流れ(流れの乱れ)を無くすことはできずフレックル等のマクロ偏析あるいは異方位結晶欠陥を完全になくすことは困難である。実際、発電用大型単結晶ブレードの鋳造歩留りは極めて低く実用化されていない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【文献】US Patent 6,276,433B1(2001)

US Patent 5921310(Filed Sep.26,1997)

日本特許第5109068号

【非特許文献】

【0010】

【文献】ASM Handbook, Vol.15, Casting(1988), p.320, Fig.3あるいはp.321, Fig.4

M.Konter, et al: "A Novel Casting Process for Single Crystal Gas Turbine Components", Superalloy 2000, TMS 2000, p.189

A.J.Elliott et al: "Directional Solidification of Large Superalloy Castings with Radiation and Liquid-Metal Cooling", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.35A, Oct., 2004, pp3221-3231

Lin Liu, et al: "The Effects of Withdrawal and Melt Overheating Histories on the Microstructure of a Ni-based Single Crystal Superalloy", TMS Superalloy 2008, pp287-293

10

20

30

40

50

Lin Liu, et al: "High Thermal Gradient Directional Solidification and its Application in the Processing of Ni-based Superalloys", J. Materials Processing Technology 210 (2010), pp159 - 165

Y. Ebisu: 'A Numerical Method of Macrosegregation Using a Dendritic Solidification Model, and Its Applications to Directional Solidification via the use of Magnetic Fields', Metallurgical and Materials Transactions B, vol. 42b (2011), pp341 - 369

10

M. C. Flemings: "Solidification Processing", McGraw-Hill, Inc., (1974)

P. C. Carman: Trans. Inst. Chem. Eng., Vol. 15 (1937), p. 150

【0011】

【文献】Y. Fautrelle, et al: 'Thermo-Electric-Magnetic Hydrodynamics in Solidification: In Situ Observations and Theory', JOM, Vol. 70 (2018), No. 5, pp. 764 - 771

20

X. Li, et al: 'Influence of thermoelectric effects on the solid-liquid interface shape and cellular morphology in the mushy zone during the directional solidification of Al-Cu alloys under a magnetic field', Acta Materialia, Vol. 55 (2007), pp. 3803 - 3813

H. Zhong, et al: 'Effect of interdendritic thermoelectric magnetic convection on evolution of tertiary dendrite during directional solidification', J. Crystal Growth, VOL. 439 (2016), pp. 66 - 73

30

J. Yu, et al: 'Influence of Axial Magnetic Field on Microstructures and Alignment in Directionally Solidified Ni-based Superalloy', ISIJ International, Vol. 57 (2017), No. 2, pp. 337 - 342

W. Xuan, et al: 'Formation Mechanism of Stray Grain of Nickel-Based Single Crystal Superalloy Under a High Magnetic Field During Directional Solidification', Metall. Mater. Trans. B, Vol. 50B (2019), pp. 2019 - 2027

40

Y. Lian, et al: 'Static Solid Cooling: A new directional solidification technique', J. Alloys and Compounds, Vol. 687 (2016), pp. 674 - 682

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

DS材あるいはSX材一方向凝固鋳物あるいはインゴットの製造において標準的な Bridgeman法に比べて冷却能を高めた上記LMC法あるいはGCC法を適用して

50

もフレックル等のマクロ偏析あるいは異方位結晶などの鑄造欠陥を本質的に解消することは難しい。特にサイズの大きい発電用単結晶ブレードになると鑄造歩留りは極めて低くなり実用化されていないのが現状である。その理由は、後ほど実施例で述べるごとく、液相領域において不可避免的に存在する横方向温度勾配によって対流を生じ、凝固界面にヒートパルスをもたらし、固液共存相 (mushy zone) の形に影響を及ぼし mushy zone における液相の流動パターン (flow pattern) を乱す。その結果マクロ偏析を生ずる。さらに、デンドライトの枝が分離され異方位結晶の種になる可能性がある。これらの傾向はヒートパルスが大きくなるほど増す。

【課題を解決するための手段】

【0013】

これら従来法による上記課題を解決するため、

1 固液共存相における有害な横方向液相流れを抑制すべく、固相領域を強冷すると同時に引出速度を上げることにより固液共存相の軸方向厚さを薄くする

2 液相の対流を抑制するため軸方向静磁場を印加する

上記 1 + 2 の相乗効果によって有害なヒートパルスを解消するとともに、マクロ偏析の原因となる固液共存相中の有害な横方向液相流れを抑制することができる。その際所要磁場強度を低く抑えることができる。以上の知見は後述する凝固シミュレーションによって理論的・定量的に初めて明らかにされた現象であり、1 + 2 が本発明の重要なポイントとなる。

【0014】

尚、本明細書において、標準ブリッジマン法に対して軸方向静磁場を印加する方法 (特許文献3または非特許文献6参照) をM法 (Magnetic process)、本発明による上記段落0013記載の方法をMV1法 (Magnetic process Version 1) と呼ぶ。当該MV1法において強冷却手段として従来のGCC法による強制ガス冷却またはLMCによる溶融金属浴冷却を用いればよい。

【0015】

さらに本明細書において新しい一方向性凝固方法を提案する。その概要を図3に示す。本願発明装置は溶融金属5で満たされた鑄型1、該鑄型の底部に配置された冷却チル7、該鑄型の側面を囲むように定位置に配置された鑄型加熱用の主ヒーターとなる抵抗加熱ヒーター25及び移動式で比較的小領域の範囲を対象にした鑄型加熱用の副ヒーター30及び鑄型1への冷却ガス吹き付け用の移動式冷却ガスノズル35から成る。

【0016】

前記副ヒーター30及び移動式冷却ガスノズル35はリング状であり、鑄型1と同軸的・一体的に冷却チル7側から上端側へ移動できる構成としてある。前記移動式冷却ガスノズル35は鑄型外周に対して冷却ガスを斜め下方に吹き付けることができる構成である。副ヒーター30と冷却ガスノズル35の間に断熱バツフル33を配置する。前記抵抗加熱ヒーター25は、一例として図3(b)に示すごとく帯状の抵抗加熱体を周方向にほぼ一周巻いては立上げ、逆方向にほぼ一周巻くことを繰り返すことにより成形される。これによりスリット状のギャップが形成され、このギャップを通じて冷却ガス導入パイプ34、断熱バツフル33及び副ヒーター30の上下動を可能にしている。

【0017】

加熱ヒーター25は、たとえばカーボングラファイトなどの抵抗発熱体で作られており筒状の断熱スリーブ26の内側に取り付けられる。また、この断熱スリーブ26の外側には抵抗加熱主ヒーター25に繋がる摺動接触端子27が設けられており、最上端の摺動接触端子27と現在位置における摺動接触端子27に摺動接触できるようにしたブラシ28を通じて該ヒーター25に電力を供給できる仕組みとなっている。

本明細書において上記の加熱方法を摺動可変抵抗加熱法と称する。

【0018】

操業開始時、前記ブラシ28は最下端に位置させ、前記抵抗加熱主ヒーター25は上から下まで全領域に亘り発熱・保温することになる。そして、操業の進行とともに前記ブラ

10

20

30

40

50

シ 2 8 を前記冷却ガスノズル 3 5 及び前記副ヒーター 3 0 と同期・所定の速度で上方向に摺動させる。これにより、前記抵抗加熱主ヒーター 2 5 は前記ブラシ 2 8 の現在位置から上端までの区間が加熱状態に保持され、前記ブラシ 2 8 の現在位置から下端までの区間は、電力を受けられず冷却ゾーンとなる。すなわち、時間の経過とともに加熱・保温領域は縮小し冷却領域は拡大して行く。そして、最終的に加熱領域は消滅し、全てが冷却領域となって操業を終了する。

【 0 0 1 9 】

図 4 は当該装置を組み込んだ装置全体の概略図である。

2 9 は主ヒーター電源であり上端接触端子とブラシ 2 8 を通じて電力を供給する。副ヒーター用銅ケーブル 3 1 は、前記副ヒーター用電源 3 2 と前記副ヒーター 3 0 とを繋いで電力供給するための電源ケーブルである。3 8 は真空ポンプ、4 0 は超伝導コイルである。

10

【 0 0 2 0 】

冷却ガス循環ポンプシステム 3 7 は冷却ガスを冷却ガス導入パイプ 3 4 を介して冷却ガスノズル 3 5 に供給し、吸込口 3 6 は前記加熱炉外筒 3 9 内に吹き出された冷却ガスを循環利用するための吸気口であり、冷却ガス循環ポンプシステム 3 7 にパイプで繋がっていて炉内部に吹き出された冷却ガスがこの冷却ガス循環ポンプシステム 3 7 により吸引/フィルタリング/冷却/供給/吸引と言う経路を辿って循環されて冷却領域での鑄型冷却に供される構成である。尚、誘導溶解炉 4 を収納する溶解室と鑄型 1 を収納する鑄型室は分離できる構成となっており、操業終了後両室を分離して鑄型 1 を取り出せる構造となっている（簡単のため示さず）。当該一方向凝固法を M V 2 法（M a g n e t i c p r o c e s s V e r s i o n 2 : S + 摺動電極 + G C C + B z , S は s i n g l e c h a m b e r ）と称す。

20

【 発明の効果 】

【 0 0 2 1 】

上記 M V 1 法あるいは M V 2 法による本発明では次のような相乗効果（シナジー効果）が得られる。

（ 1 ）凝固中、液相における対流により凝固界面にもたらされるヒートパルスが無くなり、凝固が安定し固液共存相における横方向の流れが抑制される（すなわち軸方向に整流化される）。その結果、マクロ偏析が抑えられるとともに、異方位結晶欠陥の生成が抑制される。[m u s h y z o n e 中の液相流れが軸方向に整流化するとマクロ偏析を生じないことはよく知られている（例えば、非特許文献 7 の p . 2 5 2 , F i g . 7 - 3 5 参照）]

30

【 0 0 2 2 】

（ 2 ）また、後述の実施例で述べるごとく、単なる M 法に比べて所要静磁場強度を大幅に低減することができるので高価な超伝導コイルの価格を大幅に下げることができる。[超伝導コイルの価格は超伝導材料、ボアサイズと磁場の強さによって決まる。与えられた超伝導材料とボアサイズに対して価格は磁場強度に大きく依存するので、できるだけ低磁場に抑えることが本発明の重要な課題の一つである。] 加えて引出速度を上げることにより生産性を上げることができる。

【 0 0 2 3 】

（ 3 ）標準ブリッジマン法あるいは単なる M 法に比べてはるかに大きい冷却能が得られるので段落 0 0 0 5 で述べたごとく微細な結晶組織を得ることが可能となり、N i 基超合金ブレードの溶体化処理に要する加熱時間を大幅に短縮できるという経済的效果を生む。また、クリーブ破断強度の高い製品を作ることが可能となる（上述の非特許文献 5 参照）。

40

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 2 4 】

【 図 1 】 図 1 は本発明による一方向凝固装置の実施例を示す図である（M V 1 法と称す）。

【 図 2 】 図 2 は L M C 法による一方向凝固装置の一例である。

【 図 3 】 図 3 は本発明の摺動電極方式による一方向凝固装置の概要を示す図である。

【 図 4 】 摺動電極方式の応用例を示す概略図である（M V 2 法と称す）。真空容器 3、誘

50

導溶解炉4、冷却ガス循環システム21及び固液共存相に対して軸方向静磁場を印加するためのコイル40を示す。

【図5】図5はMV1法：標準ブリッジマン法によるNi-10wt%AlブレードのAl偏析標準偏差に及ぼす軸方向磁場の効果を示す図である。

【図6】図6は標準ブリッジマン法($R = 15 \text{ cm/h}$)及びMV1法($R = 30 \text{ cm/h}$)によるNi-10wt%AlブレードのAl偏析ヒストグラムを示す。

【図7(a)】図7(a)は標準ブリッジマン法($R = 15 \text{ cm/h}$)及びMV1法($R = 30 \text{ cm/h}$)によるNi-10wt%AlブレードのDAS分布に及ぼす軸方向磁場の効果を示す(横断面中心Z方向)。注：底面チルの厚さ4.5cm

【図7(b)】図7(b)は標準ブリッジマン法($R = 15 \text{ cm/h}$)及びMV1法($R = 30 \text{ cm/h}$)によるNi-10wt%AlブレードのAl分布に及ぼす軸方向磁場の効果を示す(横断面中心Z方向)。注：底面チルの厚さ4.5cm

【図8】図8は標準ブリッジマン法によるNi-10wt%AlブレードのAlマクロ偏析の形態を示す模式図である(厚さ方向中央縦断面)。

【図9】図(a)は標準ブリッジマン法によるNi-10wt%Alブレードの凝固界面前方の対流によるヒートパルスの模式図である($R = 15 \text{ cm/h}$ 、1/2凝固時、厚さ方向中央縦断面)。図(b)は図(a)の固液共存相における液相の流動パターンを示す模式図である。図(c)はMV1法を適用した場合の固液共存相における液相の流動パターンを示す模式図である($R = 30 \text{ cm/h}$ 、1/2凝固時、厚さ方向中央縦断面)。

【図10】図10はNi-10wt%Al長尺ブレード凝固界面の移動速度 R_{calc} (計算値)とAl分布の関係を示す図である(単なるM法、標準ブリッジマン法、引出速度 15 cm/h 、 $B_z = 1 \text{ T}$)。

【0025】

【図11】図11はMV2法(GCC冷却、摺動ブラシ移動速度 40 cm/h)によるIN718ブレードの偏析標準偏差に及ぼす軸方向磁場の効果を示す図である(各元素の標準偏差(表7)をそれぞれの元素の初期濃度で正規化した)。図中のSはSingle chamberを意味する。

【図12】図12は単なるM法(標準ブリッジマン法、引出速度 15 cm/h)及びMV2法(GCC冷却、摺動ブラシ移動速度 40 cm/h)によるIN718ブレードのNb偏析標準偏差に及ぼす軸方向磁場の効果を示す図である。

【図13】図13は単なるM法(標準ブリッジマン法、引出速度 15 cm/h)によるIN718ブレードのDAS分布に及ぼす軸方向磁場の影響を示す(横断面中心Z方向)。注：底面チルの厚さ1.5cm。No. II-3及びNo. II-6についてブレード上部の計算省略した

【図14】図14は単なるM法(標準ブリッジマン法、引出速度 15 cm/h)によるIN718ブレードのNb分布に及ぼす軸方向磁場の影響を示す(横断面中心Z方向)。注：底面チルの厚さ1.5cm

【図15】図15はMV2法(GCC冷却、摺動ブラシ移動速度 40 cm/h)によるIN718ブレードのDAS分布に及ぼす軸方向磁場の影響を示す(横断面中心Z方向)。注：底面ダミーチルの厚さ0.15cm(表6より)。No. II-1は標準ブリッジマンの結果。

【図16】図16はMV2法(GCC冷却、摺動ブラシ移動速度 40 cm/h)によるIN718ブレードのNb分布に及ぼす軸方向磁場の影響を示す(横断面中心Z方向)。注：底面ダミーチルの厚さ0.15cm(表6より)。No. II-1は標準ブリッジマンの結果。

【図17】図17は軸方向静磁場によって誘起されるLorentz力とmushy zoneにおけるflow patternの模式図(MV2法、No. II-10、GCC冷却、摺動ブラシ移動速度 40 cm/h 、 $B_z = 0.75 \text{ T}$)を示す。

【図18】図18はStatic Solid Cooling法の概略図(非特許文献14参照)である。

10

20

30

40

50

【図19】図19は本発明のMV2法による一方向凝固装置にStatic Solid Cooling法による鋳型を採用した概略図である（ただし、加熱及び冷却手段は本願発明手段による。また、軸方向静磁場を含む全体図は簡単のため省略）。

【図20】図20は本発明のMV1法（及びMV2法）による一方向凝固監視システムの概要を示す。

【発明を実施するための形態】

【0026】

本発明によるMV1法あるいはMV2法では単なるM法（標準ブリッジマン法に対して軸方向静磁場を印加する）に比べて凝固時の冷却速度を高めて凝固組織を微細化するとともに、マクロ偏析あるいは異方位結晶などの製造欠陥を解消し、同時に所要静磁場強度を低減し、超伝導コイルのコストダウンを図れるようにした。

10

【実施例】

【0027】

A. マクロ偏析形成のメカニズムについて

フレックル偏析をはじめとする種々のマクロ偏析は固液共存相における液相の流動に起因することはよく知られている。この流動を生ぜしめる駆動力として、凝固収縮、デンドライト間液相の密度差による対流、電磁力等外部からの力がある。

凝固過程におけるデンドライト間液相密度は液相中の合金濃度 C_1^L, C_2^L, \dots 、及び温度 T の函数として表されることから

【数1】

$$\rho_L = \rho_L(C_1^L, C_2^L, \dots, T) \dots \dots (1)$$

20

で与えられる（表3中の液相密度計算式参照）。

【0028】

凝固の進行につれて ρ_L が減少する合金を浮上型合金、逆に ρ_L が増す合金を沈降型合金と呼ぶ。浮上型合金となるかまたは沈降型合金となるかあるいはこれらの混合型合金（液相密度が凝固の進行とともに減少し再び増加するあるいはその逆となる合金）となるかは合金成分によって決まる。Ni-10wt%Alは浮上型合金、IN718は沈降型合金である（非特許文献6のFig. 13参照）。

30

【0029】

例えば、Niよりも軽いAlを含む合金においては、凝固の進行につれてAlが濃化するデンドライト間液相の密度は初期液相密度に比べて相対的に小さくなる。従って、このような合金を重力の方向と逆向きに凝固させる場合、固液共存相底部即ちデンドライト根元の液相の密度は固液共存相と液相の境界即ちデンドライト先端の液相の密度に比べて相対的に小さくなる。このような合金を本明細書では対流に対して‘溶質不安定’と呼ぶこととする。

【0030】

一方、温度分布はデンドライトの根元の方が先端よりも低く従って密度も大きいので対流を引き起こさない。即ち、‘熱的に安定’である。溶質不安定度が熱的安定度よりも大きい場合、密度逆転層が形成され固液共存相における液相は上昇対流を生じやすく、所謂フレックル(freckle)と呼ばれる結晶成長方向に発達したブルーム状のマクロ偏析を生じ易い。このような形態を持つフレックルは浮上型合金で生じやすいが、マクロ偏析は本来浮上型、沈降型あるいはこれらの混合型（凝固前期において浮上型、後期に沈降型となる。あるいはこの逆）合金にかかわらず製造条件によって様々な形態を呈するものである。

40

【0031】

また、対流によるヒートパルスによってデンドライトの溶断・分離(grain multiplication mechanism)と呼ばれる。非特許文献7のp. 1

50

5 4 参照) を生じデンドライト成長が破れ、そこからランダムな方位を有する異方位結晶欠陥を生じやすくなる。

【 0 0 3 2 】

B 静磁場による流動抑制効果

電気良導体である金属の固相及び液相中に温度勾配が存在すると温度勾配の方向に電流が (T h e r m o e l e c t r i c c u r r e n t) 発生することが知られている (S e e b e c k 効果と呼ばれる)。そこでオームの法則を用いて、電流場を記述すると固相あるいは液相に対して次式のごとく表される。

【 0 0 3 3 】

【数 2】

$$J = \sigma (-\nabla \phi - S \nabla T) \dots (2)$$

(注: Ni 基合金に対し S は負の値を持つ。表 3 参照)

ここに J は電流密度ベクトル (A / m 2)、 σ は電気伝導度 (1 / m)、 ϕ は電位 (V)、S は Seebeck 係数すなわち熱起電力 (T h e r m o e l e c t r i c p o w e r) (V / K)、T は温度勾配ベクトル (K / m) である。上式右辺第 2 項は S による熱電流 (T h e r m o e l e c t r i c c u r r e n t) による寄与項である。さらに液相 (あるいは固相) の流動と外部印加静磁場ベクトル B により誘導される電流密度 ($V \times B$) を考慮すると (3) 式が得られる。

【 0 0 3 4 】

【数 3】

$$J = \sigma (-\nabla \phi - S \nabla T + V \times B) \dots (3)$$

電流場に関する連続条件より

【数 4】

$$\nabla \cdot J = 0 \dots (4)$$

J と B によって生ずる電磁力 (L o r e n t z 力) f (N / m 3) は次式で与えられる。

【数 5】

$$f = J \times B \dots (5)$$

(3) 式を (4) 式に代入して $\nabla \cdot J$ に関する次式が得られる。

【数 6】

$$\nabla \cdot (\sigma \nabla \phi) = -\nabla \cdot (\sigma S \nabla T) + \nabla \cdot (\sigma V \times B) \dots (6)$$

(6) 式を解いて $\nabla \phi$ を求め、(3) 式より J を求め、続いて (5) 式より Lorentz 力 f を算出できる。ただし、V は運動方程式を含む後述の数値解析により計算する必要があり、流れ場と電磁場は高度な連成関係を有している。f は運動方程式の体積力項に取り込む。なお、ブレードと鋳型の境界 (ブレードと冷却チルの境界を含む) の電氣的境界条件は絶縁とした。

【 0 0 3 5 】

ここで、熱電磁力 (t h e r m o e l e c t r o m a g n e t i c f o r c e) を考慮したいいくつかの非特許文献に触れておく。非特許文献 9 は Al - Cu 合金の巾 5 m m x 高さ 5 m m x 厚さ 2 0 0 μ m の試料に対して厚さ方向に B = 0 . 0 8 T e s l a の静磁場を印加し、凝固過程における X 線その場観察を行った。そして高さ方向に生ずる温度

10

20

30

40

50

勾配に対して 0.08 T 程度の低磁場でも発生する Lorentz 力によって液相あるいは固相が流動することを実験的に示した。

【0036】

非特許文献10はAl-Cu合金(直径3mm x長さ200mm)の一方向凝固セル成長過程において静磁場を印加し、熱電磁力による対流がセルの形態に影響を及ぼすことを示した。すなわち、 0.5 T 以下の弱い磁場ではリング状のセル組織(同文献のFig. 6参照)が形成された。

【0037】

非特許文献11はAl-4.5wt%Cu合金の一方向凝固 dendrite 成長過程において($<001>$ 方位の4mm種結晶を使用)、軸方向静磁場を印加し、dendrite 形態に及ぼす影響を調べた。その結果2T以上の高磁場をかけると3次の枝が風車状に不均一に発達することを示した(同文献のFig. 2及びFig. 3参照)。そして直径 $100\text{ }\mu\text{m}$ x高さ $250\text{ }\mu\text{m}$ の円筒中に十字型の2次枝を持つ1個の dendrite を設定し駆動力 $S \times B$ と制動力 $(V \times B) \times B$ を考慮し熱電磁対流シミュレーションを行い、dendrite の成長方向に垂直な面内において1次の幹の周りに対流が生じることを示し、これが風車状3次枝発達の原因になると述べている。(参考までにこの時の典型的な流速は約 $25\text{ }\mu\text{m/s} = 2.5 \times 10^{-3}\text{ cm/s}$ 、成長速度は $50\text{ }\mu\text{m/s} = 5 \times 10^{-3}\text{ cm/s}$ 、 $B_z = 6\text{ T}$ である。同文献のFig. 7及び8参照)

【0038】

非特許文献12はNi基超合金DZ417合金(試料の径4mm x長さ180mm)の一方向凝固過程において、2T以上の軸方向静磁場を印加すると、柱状 dendrite がブレイクダウンし粒状晶が生成することを示した。この傾向は引出し速度(すなわち成長、速度)を遅くし、磁場強度を強くするほど顕著となる(同文献のFig. 2及びFig. 3参照)。

【0039】

非特許文献13はNi基超合金単結晶PWA1483合金(試料の径4mm x長さ130mm)の一方向凝固に際して、あらかじめ軸方向に対して 15° 傾いた種結晶を用い、軸方向静磁場を印加した(引出し速度 $50\text{ }\mu\text{m/s} = 18\text{ cm/h}$)。その結果、磁場を印加しないときは異方位結晶欠陥(stray grain)は生じなかったが $B_z = 5\text{ T}$ の高磁場を印加すると試料の外周にstray grainを生じる(Fig. 1(c)及び(d)参照)ことを示した。

【0040】

以上の文献はいずれも熱電流と静磁場によって誘起される駆動力 $S \times B$ による対流が dendrite の形態に影響を与えることを示したものである。しかしながら、マクロ偏析に及ぼす影響については言及されていない。

【0041】

一方、本発明では実際のNi基合金一方向凝固過程を想定した厳密な凝固シミュレーションによってマクロ偏析が形成されるメカニズムを明らかにするとともに、前述のごとく(段落0013)静磁場を適用することによりこれらの欠陥を解消する手段を明らかにするものである。

【0042】

C. 凝固解析手段

凝固現象を解析するために本発明者が開発した汎用凝固シミュレーションシステム(システム名CPRO)による数値解析方法の概要を以下に述べる。

凝固現象を記述するための物理変数は温度、凝固中液相及び固相中に再分配される元素の濃度(合金元素数分、 n 個とする)、温度と固相率の関係を与える液相温度、液相及び固液共存相における液相の流速(3つのベクトル成分)及び圧力によって与えられる。これらを本明細書では巨視的スケールにおける物理変数と呼ぶ。これら $n+6$ 個の物理変数に対応する支配方程式を表1に示す。

10

20

30

40

50

【表 1】

表 1 物理変数と支配方程式の関係 (n は合金元素数)

物理変数	支配方程式
温度	エネルギー保存式
液相中の溶質濃度	溶質再分布式 (溶質保存則)、n 個
液相温度	温度と固相率の関係式 (非線形系多元合金モデルによる)
液相の流速ベクトル	運動方程式 (Darcy の式を含む)
液相の圧力	圧力式
変数の数 n + 6 個	式の数 n + 6 個

10

【 0 0 4 3】

固液共存相における流れは Darcy の式 (7) によって記述されることが知られている (非特許文献 7 の p. 234 参照)。Darcy 流れ現象は表 1 の運動方程式中に流動抵抗項として含まれている。

【数 7】

$$\mathbf{v} = \frac{K}{\mu g_L} (-\nabla P + \mathbf{X}) \dots \dots \dots (7)$$

20

ここに、ベクトル \mathbf{v} は dendrite 間の液相流れ速度、 μ は液相の粘度、 g_L は液相の体積率、 K は透過率、 P は液相の圧力、 \mathbf{X} は重力、遠心力等の物体力ベクトルである。尚、 \mathbf{X} は本発明において導入される熱電磁駆動力及び電磁制動力も含むことに留意されたい。 K は dendrite の幾何学的構造によって決まり Kozney - Carman の式 (非特許文献 8 参照) より次式で与えられる。

【 0 0 4 4】

【数 8】

$$K = \frac{(1 - g_s)^3}{f S_b^2} \dots \dots \dots (8)$$

30

S_b は dendrite 結晶の単位体積あたりの表面積 (比表面積) であり、dendrite の成長時における形態解析 (本明細書において微視的スケールと呼ぶ) により求められる。すなわち、凝固は液相及び固相における一種の拡散律速過程であることから dendrite を円柱形の枝及び幹と半球の先端部からなるモデル化を行い固相及び液相における溶質の拡散方程式を解いて求めた。尚、dendrite の方向による K の異方性はないものと仮定した。無次元定数 f は多孔質媒体中の流動実験により 5 の値を持つことがわかっている。

40

【 0 0 4 5】

さらに、前記静磁場による熱電磁駆動力と電磁制動力の影響を当該数値解法に組み入れた。これによりこれらの力を考慮に入れた凝固現象を完全に記述することができる。ただし、固液共存相における固相は動かないものと仮定した。軸方向にのみ一様静磁場 B_z を適用した場合について、液相及び固液共存相中の液相にかかる Lorentz 力を具体的に書き下すと以下ようになる。

【数 9】

50

$$f_x = -\sigma \frac{\partial \phi}{\partial y} B_z - \sigma S \frac{\partial T}{\partial y} B_z - \sigma V_x B_z^2 \dots (9)$$

【数 1 0】

$$f_y = \sigma \frac{\partial \phi}{\partial x} B_z + \sigma S \frac{\partial T}{\partial x} B_z - \sigma V_y B_z^2 \dots (10)$$

【数 1 1】

$$f_z = 0 \dots (11)$$

10

(ただし、Ni 基合金に対し S は負の値を持つ)

これらの物体力は横方向にのみ作用し、軸方向 (Z 方向) には働かないことがわかる。

【0046】

以上、巨視的スケールにおける物理変数はすべて相互作用を有しており、さらに微視的スケールにおけるデンドライト成長とも深く関わっている (すなわち連成している) ので繰返し収束計算を行った。本数値解析法については本発明者の論文 (非特許文献 6) において詳細に記述されている。

20

【0047】

実施例 1 : 標準 Bridgeman 法による Ni - 10 wt % Al 合金長尺板ブレード

以下、本発明の実施例として、Ni - 10 wt % Al 合金タービンブレードの製造を模擬した板状インゴットのコンピュータシミュレーションによって MV 1 法 (強冷却 + 軸方向磁場) の効果について説明する。[予備的シミュレーションによって、単結晶成長のための種結晶 (厚さ 5 mm、初期温度 300) を設置してもしなくても計算結果は実質的に同じであったので本実施例の結果は両者の場合に対して適用される]。当該 MV 1 法では強冷却手段として GCC 法を用いた。計算に用いた鑄造パラメータを表 2 に、化学成分及び物性値を表 3 に示す。

【0048】

Konter ら (非特許文献 2) は GCC 法を用いる場合、断熱バツフル直下に設置した冷却ガスノズルの角度及びノズルと鑄型表面との距離を適正化することにより冷却能を高めることができることを示した (非特許文献 2 の Fig . 8 参照)。

30

すなわち、 $q = H_{GCC} (セラミックモールド表面温度 - 周囲温度)$ において

【数 1 2】

$$H_{GCC} = 1000 - 2000 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K}) \dots (12)$$

まで高められる。表 2 の $H_{GCC} = 1800 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ は以上を考慮して設定したものである。

40

【0049】

表 2 (つづき)

<p>GCC 法による鑄型表面強制ガス冷却 (非特許文献 2 参照):</p> $q = H_{GCC} (T_m - T_o) + Q_i \text{ (W/m}^2\text{)} \text{ (} q \text{ には上記 } Q_i \text{ を含む)}$ <p>不活性ガス冷却による表面熱伝達係数 $H_{GCC} = 1800 \text{ W/(m}^2 \cdot \text{K)}$</p> <p>$T_m$: 鑄型表面温度</p> <p>$T_o$: 冷却領域雰囲気温度 400K</p>	
<p>インゴット-鑄型境界エアギャップ形成による熱流束 (非特許文献 2 参照): 冷却領域において適用した。</p> $q = \frac{\sigma(T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{1}{\varepsilon_2} - 1} \text{ (W/m}^2\text{)}$ <p>T_1: 固体表面温度</p> <p>T_2: 鑄型内表面温度</p> <p>ε_1: 0.4 固体表面の放射率</p> <p>ε_2: 0.35 鑄型内表面の放射率</p>	10
<p>インゴット底面-チル境界熱流束の扱い:</p> $q = h (T_1 - T_2) \text{ (W/m}^2\text{)}$ <p>h: 熱伝達係数 418 W/(m² · K)</p> <p>T_1: インゴット底面温度</p> <p>T_2: チル上面温度</p> <p>チル底面水冷の扱い:</p> $q = h (T - T_w) \text{ (W/m}^2\text{)}$ <p>h: 熱伝達係数 84 W/(m² · K) と仮定</p> <p>T: チル底面温度</p> <p>T_w: 水温 293K</p>	20
	30

【 0 0 5 0 】

【表 3】

表 3 Ni-10Al 及び IN718 Ni 基合金の化学成分及び物性値

	Cr	Mo	Al	Ti	Fe	Nb	
Ni-10Al (wt%)	—	—	10.0	—	—	—	
IN718 (wt%)	19.0	3.05	0.55	0.90	19.40	4.85	
Ni-Al の平衡状態図	温度(°C) 1453 1430 1420 1405 1385						
液相及び固相線は非線形	液相濃度(wt%) 0 5.15 7.2 10.05 12.9						
	固相濃度(wt%) 0 4.17 5.85 8.2 10.9						
液相密度計算式 $\rho_L = \rho_0^L + \sum_n h_n C_n^L + h^0 T_L$ における定数: これらの定数については純液相金属の密度データより理想溶液を仮定して決定した: T. Iida and R. I. L. Guthrie: The Physical Properties of Liquid Metals, Clarendon Press, Oxford, UK, 1993, pp. 70-73 参照							
Alloy	ρ_0^L (g/cm ³)	h^0 (g/cm ³ °C)	h_n (g/cm ³ · wt%)				
			Cr	Mo	Al	Ti	Fe
Ni-10Al	9.380	-1.05x10 ⁻³	—	—	-0.0871	—	—
IN718	9.453	-1.022x10 ⁻³	-0.0145	0.0242	-0.0953	-0.0587	-0.0089 0.0029
デンドライトの比表面積 Sb 中の物性値 (非特許文献 6 の (28) 式参照): デンドライト形状係数 $\phi = 0.67$ 固相-液相界面エネルギー σ_{LS} (cal/cm ²): Ni-10Al に対して 6×10^{-6} 、IN718 に対して 5×10^{-6} Sb の補正係数 α : IN718 に対して 0.6、Ni-10Al に対して 0.4							
液相中の拡散係数 D^L	Ni-10Al		IN718				
	Al	Cr	Mo	Al	Ti	Fe	Nb
D^L (cm ² /s)	1.0x10 ⁻⁴	文献 8 記載データを参考にすべての元素に対して 2.3×10^{-5} と仮定					
	Ni-10Al	IN718	底板(ク*ミ)	シェルモート*			
液相の比熱(cal/g°C)	0.15(*)	0.15(*)	比熱=0.15	比熱=0.20			
固相の比熱(")	0.15(*)	0.15(*)	熱伝導率=	熱伝導率=			
液相の熱伝導率(cal/cm s °C)	0.064(*)	0.064(*)	0.064	0.0036			
固相の熱伝導率(")	0.064(*)	0.064(*)	密度=7.4	(非特許文献 2)			
Mushy 中の固相密度(g/cm ³)	7.4	7.94		密度=1.7			
固相の密度 (")	7.4	7.95					
凝固潜熱(cal/g)	50.0	50.0					
液相の粘度(poise)	0.05	0.07(*)					
液相の表面張力(dyn)	920.0	920.0(*)					

(*)付きデータは文献(M. Schneider, et al, Metall. Materi. Trans. A(1997), vol. 28A, pp.1517-31)記載データを参考に仮定

10

20

30

40

50

表 3 (つづき)

Ni-10Al 及び IN718 に対して :

液相の電気伝導度($1/\Omega\text{m}$) = 10^6

固相の電気伝導度($1/\Omega\text{m}$) = 10^6

Ni 基超合金データ(W.Xuan, et al., Metall. Mater. Trans.B, Vol.47B(2016), pp.828-833 の Table III)を参考に以下のごとく近似した

液相の熱起電力 S_l (V/K) $S_l = (-6.897 \times 10^{-3}T - 5.655) \times 10^{-6}$ ($T < 1500^\circ\text{C}$)

固相の熱起電力 S_s (V/K) $S_s = (-5.943 \times 10^{-3}T - 5.779) \times 10^{-6}$ ($T < 1400^\circ\text{C}$)

Cu チル:

比熱($\text{cal/g}^\circ\text{C}$) = $2.222 \times 10^{-5}T + 0.0915$ ($0 < T < 200^\circ\text{C}$)

比熱($\text{cal/g}^\circ\text{C}$) = $2.5 \times 10^{-5}T + 0.091$ ($200 < T < 600^\circ\text{C}$)

熱伝導率($\text{cal/cm s }^\circ\text{C}$) = $0.9554 - 1.222 \times 10^{-4}T$ ($0 < T < 200^\circ\text{C}$)

熱伝導率($\text{cal/cm s }^\circ\text{C}$) = $0.9595 - 1.425 \times 10^{-4}T$ ($200 < T < 600^\circ\text{C}$)

密度 = $8.0(\text{g/cm}^3)$

【 0 0 5 1 】

鋳型引出速度は予備的計算を行い、固液共存相 (mushy zone) が断熱バツフルとほぼ同じ水平位置になるよう調整した。標準ブリッジマン法の場合引出速度 $R = 15 \text{ cm/h}$ 、GCC法の場合 $R = 30 \text{ cm/h}$ (及び $HGCC = 1800 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$) とした。計算結果を表 4 にまとめて示す。

10

20

30

40

50

【表 4】

表 4 Ni-10wt%Al 合金長尺ブレードの計算結果 (MV1 法)

No	計算条件	標準偏差, wt%	平均値, wt%	最少-最大, wt%	凝固界面前方温度 変化, °C
I-1	R=15cm/h, Bz=0T	5.146E-02	9.998	9.447 -10.341	-4.84 ~ +10.65 at 5469sec, time step=2s
I-2	R=30cm/h, Bz=0T, Hg _{cc} =1800W/m ² /K	1.553E-02	10.019	9.871 -10.096	-5.14 ~ +4.68 at 2742sec, time step=2s
I-3	R=30cm/h, Bz=0.5T, Hg _{cc} =1800W/m ² /K	9.113E-03	10.028	9.936 -10.125	なし
I-4	R=30cm/h, Bz=0.75T, Hg _{cc} =1800W/m ² /K	8.222E-03	10.029	9.978 -10.170	なし
I-5	R=30cm/h, Bz=0.88T, Hg _{cc} =1800W/m ² /K	8.040E-03	10.030	9.985 -10.095	なし
I-6	R=30cm/h, Bz=1T, Hg _{cc} =1800W/m ² /K	8.440E-03	10.030	9.995 -10.075	なし
I-7	R=30cm/h, Bz=2T, Hg _{cc} =1800W/m ² /K	1.186E-02	10.030	9.993 -10.119	なし
I-8	R=30cm/h, Bz=3T, Hg _{cc} =1800W/m ² /K	1.324E-02	10.030	9.978 -10.133	なし
I-9	R=30cm/h, Bz=5T, Hg _{cc} =1800W/m ² /K	1.281E-02	10.031	9.978 -10.138	なし

注：Rは鋳型引出速度、Hg_{cc}はGCC法による熱伝達係数である

【0052】

偏析の程度を表す指標として標準偏差 (wt%) (各要素のAl濃度と平均値との差の2乗和の平方根)を用いた。が大きいほどAlの変動、すなわちマクロ偏析の程度が大きいことを示す。引出し速度R=15cm/h(No. I-1)の場合、 $\sigma = 5.146E-02$ wt%であるのに対し、引出速度をR=30cm/hに上げるとともにGCC法によって冷却領域を強冷すると(熱伝達率をHg_{cc}=1800W/m²/Kに設定)、 $\sigma = 1.553E-02$ wt%に減少する(No. I-2)。

【0053】

さらに軸方向静磁場Bzを印加すると図5に示すごとく変化を呈する。すなわち、Bz=0.88T付近で最小値(No. I-5)となりBz=1T以上の領域でBzを増して行くと σ は逆転して増大する。この最小値がマクロ偏析を最小化するための最適解である。

ただし、必ずしもこの最適解に設定する必要はなく最適値近傍で実用上問題のないレベルに抑制するに十分な磁場強度を採用すればよい。[例えばクリープ強さに関する規格(specification)を満たすことが求められる]

10

20

30

40

50

図6にこのときのヒストグラムを示す。ヒストグラムはほぼ正規分布を示しており、減少するにつれて、変動幅が小さくなって行く様子がよくわかる。また、横断面中心Z方向におけるデンドライトアームスペーシング(DAS)及びAl濃度分布をそれぞれ図7(a)及び図7(b)に示す。No. I-1の場合、DAS 250 μm、変動幅30 μmに対し、No. I-5ではDAS 190 μmと微細化し、変動はほとんど無くなっている。Alマクロ偏析に関しても同様、図7(b)に示すごとく通常のBridgeman(No. I-1)の場合の変動: 9.95 - 10.05 wt%に対し、最適解では変動はほとんど認められない。

【0054】

尚、マクロ偏析の模式図(Schematic diagram)を図8に示す。本実施例では、通常軸方向に発達するフレックルは生じておらず、大略水平方向に伸びるバンド状のマクロ偏析を生じている。

【0055】

凝固組織について

凝固過程における冷却速度は標準ブリッジマン法の場合、固液共存相における軸方向温度勾配 $G = 46.9 / \text{cm}$ (横断面中心、高さ方向中央において) 及び引出速度 $R = 15 \text{ cm/h}$ から、 $GR = 46.9 \times 15 / 3600 = 0.2 / \text{s}$ 、GCCの場合 $G = 59.8 / \text{cm}$ から $GR = 0.5 / \text{s}$ であり、これらに対応するデンドライトアームスペーシング(DAS)はそれぞれ250 μm及び190 μmとなり、凝固組織が微細化する。静磁場を印加するとさらに変動幅が小さくなる、すなわち、均質性が増す。GCCの場合、変動はほとんどなくなっている(図7(a)参照)。また、インゴット底部、すなわち凝固初期段階においてDASが小さくなっているのはチルの急冷効果によって凝固速度が速くなるためである(すなわち、図10に示すごとく凝固初期における凝固界面の移動速度 R_{calc} (計算値)は最初大きく徐々に小さくなり、極小値を経て一定値、すなわち所定の引出速度15 cm/hに落ち着く)。

【0056】

マクロ偏析の形態と静磁場の効果

標準ブリッジマン法による典型的な偏析の形態についてはすでに図8に示した(本例は肉厚中央縦断面)。他の縦断面においても似たような様相を示すので以降中央断面について述べる。偏析は縦方向に正負(それぞれ含有濃度10%より大あるいは小)の偏析を繰り返し呈している。水平断面においても同様の様相を呈しているが、縦方向に比べて、正負の頻度(繰り返し数)は少ない。このような形態を本明細書では‘バンド偏析’あるいは所謂‘banding’と呼ぶこととする。

【0057】

磁場なしの場合、bandingの変動が大きくなる理由は凝固界面前方において不可避免的に存在する水平方向温度勾配によって、対流を生じ凝固界面にヒートパルスをもたらす固液共存相における液相の流動パターンを大きく変動させるためである。ヒートパルスの一例を図9(a)に示す(標準ブリッジマン法、磁場なしの場合)。ヒートパルスはタイムステップ $t - \Delta t \sim t$ における温度変化の等高線で表した。上部からの高温下

降流れ(破線で概略的に示す)によって凝固界面付近の温度は最大10.65 °C上昇し、凝固界面で冷やされた液相が帰路において最大-4.84°Cまで冷やされている($\Delta t = 2 \text{ sec}$)。

【0058】

固液共存相は常時このようなヒートパルスの影響を受け、その温度、固相率、デンドライトの形態、固液共存相の形、そして最終的に液相の流動パターンに変動をもたらす(図9(b)参照)。その結果、バンド状のマクロ偏析(図8参照)が形成される。

【0059】

10

20

30

40

50

軸方向磁場 B_z を印加すると液相における対流は無くなり、ヒートパルスも無くなる（紙面の節約のため図示せず）。図 9（c）は計算番号 I - 3（ $B_z = 1 \text{ T}$ + 強冷却 + 高引出速度）の場合のインゴット中心縦断面における固液共存相中の流動パターンを示す概略図であり、固液共存相の巾が狭くなると同時に横方向の流れが減少する方向、すなわち、軸方向に整流化する方向に向く。その結果、既に述べたごとく A1 変動、即ちマクロ偏析は実質的に解消される。

【0060】

前述の図 10 における偏析極大部は B_z 印加により、対流による変動によって隠れていた現象が対流の鎮静化に伴って姿を現したものである。すなわち、一方向凝固において、凝固界面の移動速度が突然増速（または減速）するとマクロ偏析が増減する現象（例えば非特許文献 7 の P. 39、Fig. 2 - 6；P. 40、Fig. 2 - 7 参照）を生ずる。すなわち、凝固の初期遷移段階において、凝固界面の移動速度 R_{calc} （計算値）の変動と A1 極大が対応しており、その範囲は底面から約 13 cm 高さとなっている。これは前述のごとくチルの冷却効果によってもたらされたものである。[図 7（a）にて示した初期遷移段階における D A S も同様である。]

10

【0061】

以上、GCC 法による強冷効果と 1 T 以下の低磁場の相乗効果によりマクロ偏析は実用上問題ないレベルまで低減されたと見なすことができる。すなわち、小さい磁場で（従って低コストの超伝導コイルで）偏析を消滅することができるとともにヒートパルスが無くなり凝固が安定するので異方位結晶欠陥の生成が抑制される。また、結晶組織を微細化することによるメリット（creep rupture 強度の向上及び溶体化熱処理時間の短縮）をもたらすものである。

20

尚、表 4 において平均値と初期濃度の乖離はこのような難解な数値解析につきもののバックグラウンドエラーと考えられる。

【0062】

実施例 2：IN718 合金短尺ブレード

次に、IN718 短尺ブレードに対して単なる M 法（標準ブリッジマン法、 $R = 15 \text{ cm/h}$ 、 B_z ）及び MV2 法（S + 摺動電極 + GCC、 $R = 40 \text{ cm/h}$ 、 B_z ）を適用した場合のシミュレーションについて説明する（S は Single chamber を意味する）。表 3 に IN718 の物性値、表 5 に単なる M 法による鑄造パラメータ、及び表 6 に本発明の MV2 法による鑄造パラメータを示す。計算の準備として予備的計算を行い、固液共存相（mushy zone）が断熱バツフルとほぼ同じ水平位置になるよう鑄造パラメータを調整した。M 法の場合引出速度 $R = 15 \text{ cm/h}$ 、MV2 法の場合 $R = 40 \text{ cm/h}$ （及び $H_{GCC} = 600 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ ）とした。

30

【0063】

40

50

<p>ϵ_g : ヒーター及び冷却ゾーン炉体内表面の放射率 $\epsilon_g=0.3$ (ヒーター)、$\epsilon_g=0.4$ (炉体内表面)</p> <p>A_i : 鑄型表面要素 i の表面積</p> <p>A_g : A_i に相対する表面要素 (ヒーター、炉体内表面及び鑄型自身) の表面積</p> <p>Fig は形態係数 (view angle) であり、計算に際してメモリーを節約するアルゴリズム (J. Yu et al; J. Mater, Sci. Technol., vol. 23 (2007), p.47-54 参照) を採用した。</p>	
<p>インゴット-鑄型境界エアギャップ形成による熱流束 (非特許文献 2 参照) : 冷却領域において適用した。</p> $q = \frac{\sigma(T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{1}{\epsilon_2} - 1} \quad (\text{W/m}^2)$ <p>T_1 : 固体表面温度 T_2 : 鑄型内表面温度 ϵ_1 : 0.4 固体表面の放射率 ϵ_2 : 0.35 鑄型内表面の放射率</p>	10
<p>インゴット底面-チル境界熱流束の扱い :</p> <p>$q=h(T_1-T_2)$ (W/m^2) h : 熱伝達係数 418 $\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ T_1 : インゴット底面温度 T_2 : チル上面温度</p> <p>チル底面水冷の扱い :</p> <p>$q=h(T-T_w)$ (W/m^2) h : 熱伝達係数 84 $\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ と仮定 T : チル底面温度 T_w : 水温 293K</p>	20
	30
	40
	50

表6 (つづき)

インゴット-鋳型境界エアギャップ形成による熱流束 (非特許文献2 参照) :
冷却領域において適用した。

$$\underline{q} = \frac{\sigma(T_1^4 - T_2^4)}{\frac{1}{\varepsilon_1} + \frac{1}{\varepsilon_2} - 1} \quad (\text{W/m}^2)$$

T1 : 固体表面温度

T2 : 鋳型内表面温度

ε_1 : 0.4 固体表面の放射率

ε_2 : 0.35 鋳型内表面の放射率

チル底面水冷の扱い :

$$q = h (T - T_w) \quad (\text{W/m}^2)$$

h : 熱伝達係数 168 W/(m² · K) と仮定

T : チル底面温度

T_w : 水温 293K

10

20

【 0 0 6 4 】

計算結果

計算結果を表7 (a) 及び (b) にまとめて示す。

30

40

50

【表 7 (a)】

IN718 短尺ブレードの計算結果 (標準偏差 wt%)

No	Process	Cr, 19.0	Mo, 3.05	Al, 0.55	Ti, 0.9	Fe, 19.4	Nb, 4.85	凝固界面前方温度変化
II-1	Std Bridgeman R=15cm/h Bz=0	2.709E-01	4.583E-02	1.043E-02	2.806E-02	2.688E-01	1.537E-01	-17.92 ~ +22.61 at t=1190s
II-2	R→Std Bridgeman 15cm/h Bz=0.5T	1.420E-01	1.593E-02	6.716E-03	2.399E-02	1.273E-01	1.327E-01	なし
II-3	Std Bridgeman 15cm/h Bz=0.75T	1.082E-01	1.017E-02	5.455E-03	1.984E-02	9.431E-02	1.110E-01	なし
II-4	Std Bridgeman 15cm/h Bz=1T	1.192E-01	1.142E-02	6.024E-03	2.186E-02	1.040E-01	1.222E-01	なし
II-5	Std Bridgeman 15cm/h Bz=2T	1.427E-01	1.403E-02	7.230E-03	2.621E-02	1.246E-01	1.463E-01	なし
II-6	Std Bridgeman 15cm/h Bz=3T	1.512E-01	1.481E-02	7.656E-03	2.776E-02	1.320E-01	1.580E-01	なし
II-7	Std Bridgeman 15cm/h Bz=5T	1.481E-01	1.383E-02	7.463E-03	2.715E-02	1.292E-01	1.519E-01	なし
II-8	S+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=0	1.215E-01	2.219E-02	5.449E-03	1.573E-02	1.190E-01	8.584E-02	-26.74~+20.96℃ at t=502s
II-9	S+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=0.5T	2.813E-02	2.386E-03	1.425E-03	5.225E-03	2.422E-02	2.941E-02	なし
II-10	S+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=0.75T	1.990E-02	1.762E-03	1.011E-03	3.639E-03	1.722E-02	2.043E-02	なし
II-11	S+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=1T	2.037E-02	1.826E-03	1.039E-03	3.723E-03	1.764E-02	2.090E-02	なし
II-12	S+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=2T	2.302E-02	2.169E-03	1.176E-03	4.186E-03	2.005E-02	2.356E-02	なし
II-13	S+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=3T	2.596E-02	2.353E-03	1.324E-03	4.720E-03	2.257E-02	2.665E-02	なし
II-14	S+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=5T	2.986E-02	2.449E-03	1.507E-03	5.442E-03	2.584E-02	3.081E-02	なし

注: No. II-1~No. II-7 は単なる M 法; △t=2sec、No. II-8~No. II-14 は MV2 法; △t=1sec

10

20

30

40

50

【表 7 (b)】

IN718 短尺ブレードの計算結果 (標準偏差の最少、最大、及び平均値 wt%)

No	Process	Cr, 19.0 Min - Max (Ave)	Mo, 3.05 Min - Max (Ave)	Al, 0.55 Min - Max (Ave)	Ti, 0.9 Min - Max (Ave)	Fe, 19.4 Min - Max (Ave)	Nb, 4.85 Min - Max (Ave)
II-1	Std Bridgeman R=15cm/h Bz=0	17.494-19.547 (19.016)	2.7807-3.1065 (2.9959)	0.4949-0.5746 (0.5341)	0.7730-1.0020 (0.8842)	17.905-19.881 (19.388)	4.1565-5.3794 (4.5967)
II-8	\$+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=0	18.305-19.453 (19.110)	2.8703-3.0507 (3.0278)	0.51051-0.5504 (0.54120)	0.81115-0.90085 (0.87058)	18.658-19.800 (19.489)	4.3663-4.8567 (4.6870)
II-10	\$+摺動電極+GCC 40cm/h Bz=0.75T	18.984-19.111 (19.068)	3.0421-3.0519 (3.0459)	0.5441-0.5509 (0.5466)	0.87986-0.90114 (0.88793)	19.381-19.497 (19.458)	4.7346-4.8539 (4.7794)

10

20

30

40

MV2 法による各合金元素の正規化標準偏差 (元素間の相対値を見やすくするため σ を C_0

で正規化した) に及ぼす B z の効果を図 1 1 に示す。いずれの元素に対しても B z = 0 .
7 5 T 付近で

σ/C_0 は最小となり、以後 Bz が増すにつれて σ/C_0 は逆に増大する。M 法及び MV2 法による Nb

の標準偏差 (w t %) に及ぼす B z の効果を図 1 2 に示す。図 1 3 及び図 1 4 はそれぞ

50

れM法による横断面中心位置、軸方向におけるDAS及びNbの分布を示す。DASは主として凝固速度に依存するので、Bzを変化させても変わらない(図13)。一方、Nb分布については磁場なしの場合、thermal fluctuationの影響を受けて mushy zone中の液相のflow patternが乱れる結果、変動

幅は約0.3wt%($0.3/CO \times 100 = 6.2\%$)と大きくなっている。これに対して、磁場を印加した場合

thermal fluctuationは無くなりflow patternが安定するので変動は大幅に小さくなるが、標準偏差は図12に示す如くさほど小さくならない。これは磁場の印加によりmushy zone中の液相のflow patternが変化した結果(中心部から周辺への流れを呈する。簡単のため表示しない)、ブレード全体としてNbの変化がむしろ大きくなったためである。

【0065】

図11及び図12より引出し速度15cm/hから40cm/h(摺動ブラシの移動速度)へ上げ、強冷($Hg_{cc} = 600 W/m^2/K$)すると標準偏差は大幅に小さくなる(No. II-1 No. II-8への変化)。すなわちマクロ偏析は大幅に改善される。さらにNo. II-8に対して軸

方向静磁場Bzを印加すると、 σ (及び σ/CO)はさらに減少しBz=0.75T付近で最小とな

り、以降Bzを増すと逆に は漸増する。

【0066】

凝固界面の移動速度を15cm/hから40cm/hに上げると(No. II-1とNo. II-8の比較)、 が減少するのはMushy zone中のflow patternの乱れが減少するためである。しかしながら凝固界面前方のThermal fluctuationはそれぞれ ± 20 (No. II-1)及び ± 23 (No. II-8)のオーダーであり、顕著な対流を生じている(液相中の速度もそれぞれ $V_{max} = 1.08 cm/s$ 及び $0.88 cm/s$ とほぼ同じオーダーである、1/2凝固時・肉厚方向中心(Y,Z)断面)。一方、Bzを印加すると液相中のflow patternは乱流から層流へ変化する傾向を示し最小値(Bz=0.75T付近)で層流(下降流)を呈し、Mushy zone中のpatternもほぼ層流となった。これにより界面前方のThermal fluctuationは消滅した(紙面の節約のため図示せず)。

【0067】

[注:速度ベクトルの値に関して本明細書では(X,Y)面に対して

$$v = \sqrt{v_x^2 + v_y^2}, (Y,Z) \text{ 面に対して } v = \sqrt{v_y^2 + v_z^2}, (X,Z) \text{ 面に対して } v = \sqrt{v_x^2 + v_z^2} \text{ とする。}$$

Lorentz力に関しても同様である]

【0068】

Bz=0.75Tから強度を増して行くと は徐々に増大する。これは後述(段落0073参照)するごとく温度勾配による熱起電力と磁場の相互作用によって液相を流動させるdriving force(熱電磁気力 Thermoelectromagnetic force, TEMF)が増大するためと判断される。

【0069】

図15にそれぞれのプロセスに対するDASの比較を示す(XY横断面中心位置におけるZ方向分布)。No. II-1(M法、15cm/h)の場合 DAS 180 μ に対して、No. II-8(S+摺動電極+GCC法、40cm/h、Bz=0)、No. II-10(MV2:S+摺動電極+GCC、40cm/h、Bz=0.75T)、及

びNo. II - 13 (MV2: S + 摺動電極 + GCC、40 cm/h、 $B_z = 3\text{ T}$)ではそれぞれ115 ~ 120 μm へ微細化しており、且つ変動巾も20 μm から5 μm のオーダーに減少している。

【0070】

図16には当該位置におけるNb分布の比較を示す。磁場なしのNo. II - 1及びNo. II - 8に対して B_z を印加したNo. II - 10及びNo. II - 13では偏析の変動巾が大巾に改善すると同時に初期濃度(4.85 wt%)へ近づいており均質性が改善されている。

【0071】

考察：液相のflow patternについて

段落0065で述べた如く磁場を印加しない場合、凝固界面前方のThermal fluctuationはそれぞれ ± 20 (No. II - 1)及び ± 23 (No. II - 8)のオーダーであり、顕著な対流を生じ、凝固界面の形状を乱し、mushy zoneにおけるflow patternを乱す。これに対して $R = 40\text{ cm/h}$ 、最適磁場($B_z = 0.75\text{ T}$)を印加したNo. II - 10においては、液相領域における流れはほぼ軸方向に整流し $V_{\text{max}} = 1.08\text{ cm/s}$ (No. II - 1)及び 0.88 cm/s (No. II - 8)オーダーから $V_{\text{max}} = 0.04\text{ cm/s}$ (No. II - 10)のオーダーに抑制されている。界面前方のThermal fluctuationは消滅し、凝固界面形状は安定している。mushy zone中の流れは軸方向にほぼ整流する(幅方向両端において若干扇型に広がる)。

【0072】

B_z を印加すると、液相に作用するLorentz力($f = J \times B$)は水平方向に生じ、軸方向には生じない。このとき、mushy zoneにおけるLorentz forceおよびflow patternの概要を図17(a)および図17(b)に示す(No. II - 10)。f分布に対応してXY平面内に一つの渦と二つの半渦を生じている。 $B_z = 0 \sim 0.75\text{ T}$ の範囲において B_z を増して行くと液相にかかるLorentz力(図(a))に対応してmushy zone中の乱れた流れは図(b)に示すような流動パターンに落ち着く、すなわち流れの乱れは消滅する。このときの水平方向速度成分(V_x 及び V_y)はZ方向の速度成分 V_z に比べて極小さく、凝固界面の移動速度($R = 40\text{ cm/h} = 0.011\text{ cm/s}$)に比べてもはるかに遅く、従ってマクロ偏析にはほとんど影響しない。以上が静磁場による対流抑制のメカニズムであり、これによりNbのは0.1537 wt% (No. II - 1)から0.0204 wt% (No. II - 10)へ減少した(表7参照)。本明細書では以上の磁場を低磁場と呼ぶ。

【0073】

磁場強度を $B_z = 0.75\text{ T}$ から上げていくと、XY平面内、水平方向のLorentz力は徐々に強くなる。 $B_z = 5\text{ T}$ のとき、前述のMushy zone(図17で示した位置におけるXY面)におけるLorentz力は $f_{\text{max}} = 5.82\text{ dyn/cm}^3$ ($B_z = 0.75\text{ T}$)から $f_{\text{max}} = 41.4\text{ dyn/cm}^3$ へ増大し、流速は $V_{\text{max}} = 3.6 \times 10^{-5}\text{ cm/s}$ ($B_z = 0.75\text{ T}$)から $V_{\text{max}} = 2.2 \times 10^{-4}\text{ cm/s}$ へ増す。flow patternは基本的に変わらない。液相中のflow patternも基本的に変わらず、最大流速 V_{max} (No. II - 10、時刻502 sec、肉厚中心YZ断面)は 0.043 cm/s ($B_z = 0.75\text{ T}$)から 0.01 cm/s へ減少する。すなわち、が最小値($B_z = 0.75\text{ T}$)から漸増するのはMushy zone中の有害な水平方向速度成分が漸増するためである(図12参照)。本明細書ではこのような磁場範囲を中磁場と呼ぶこととする。

【0074】

上記mushy zone中のflow patternはdriving forceである熱電磁力(thermoelectromagnetic force, TEMF)と電磁ブレーキ力(EMBF)、ならびに電場の強さと B_z によって生じる力($J \times B$)のバランスで決まるものであるが、本例の場合、 $B_z = 0.75\text{ T}$ の低磁場が

10

20

30

40

50

ら比較的高い $B_z = 5 \text{ T}$ の範囲（すなわち低 - 中磁場）では $TEMF$ が優位に働いている。本例の場合、 B_z が最小値となるのは $B_z = 0.75 \text{ T}$ 付近であるから、これ以上強くするのは実用的にも意味がないので省略する。

【0075】

凝固組織について

結晶組織の微細化及び均一性の向上はクリープ強度の向上させるとともに、Ni 基合金において鑄造後に行う溶体化（デンドライトアームスペーシング範囲におけるミクロ偏析あるいは γ' 相（ γ prime）、炭化物等の第2相を γ 相中に固溶させる熱処理）、及びその後に行う時効処理時間（ γ 相から γ' 相を析出させる熱処理）を短縮できる。例えば、溶体化の際の所要時間は概略 $DA S^2 / D_s$ （ D_s は固相中の合金元素の拡散係数）に比例するので $DA S$ を $1/2$ に小さくすれば所要時間は $1/4$ へ減少する（非特許文献7の P. 332, Eq. (10-6) 参照）。

10

【0076】

本発明の原理

$Mushy \ zone$ における流れは液相と固相の密度差に基く凝固収縮によって生ずる（ $mushy \ zone$ 中の流れの扱いについてはC. 凝固解析手段において述べたとおりであるが、ここでは凝固収縮に注目して述べる）。すなわち、流れを生ずる駆動力は凝固収縮に伴う吸引力（ $suction$ ）であり、それはデンドライトの根元から順次先端側に伝わる。従って、 1 : 固相領域の冷却能を高め $mushy \ zone$ の移動速度 R を速くするとこの傾向は強くなり、その結果、 $flow \ pattern$ は軸方向への流れが強くなると考えられる。実地例1及び2のシミュレーションにおいて、強冷し R を増すと偏析標準偏差 σ が小さくなるのは $flow \ pattern$ が軸方向に整列化しようとすることを示すものであり上記のメカニズムの妥当性を理論的・定量的に証明するものである。

20

【0077】

しかしながら、すでに述べた如く、強冷し R を速くしても、凝固界面前方のヒートパルス無くすことは出来ず $mushy \ zone$ 中の $flow \ pattern$ を乱す。そこで 2 : 少なくとも $mushy \ zone$ 全体に対して軸方向磁場を印加することにより凝固界面へのヒートパルス無くし、 σ を小さくできることを示した。すなわち $mushy \ zone$ 中の流れを軸方向に整えることができる。

30

【0078】

上記 $1 + 2$ の相乗効果により $mushy \ zone$ 中の流れを実質的に整流化し、凝固を安定化することによりマクロ偏析を解消するとともに不整方位結晶欠陥の発生を防止することが可能となる。[注：以上の原理は浮上型、沈降型あるいはこれらの混合型にかかわらず適用される]

【0079】

その他の事項

(1) Static Solid Cooling (SSC) について

最近、Lianら（非特許文献14）は、高熱伝導率及び高熱拡散率を有する $Pyrolytic \ Graphite$ （ PG 、熱分解グラファイト）鑄型を用いて冷却能を強化する方法を提案している。その概略図を図18に示す。本法は熱伝達層（ PG 層）と断熱層を交互に積層した固体によって鑄型を囲み、その内側にブレードの形状にフォローアップするよう前記積層固体を配置するものである。鑄型そのものは極く薄い塗型を施されている。加熱と冷却はそれぞれ熱伝達層の外周に配された抵抗加熱ヒーター及び水冷により行われる。一方向凝固は加熱 - 冷却サイクルを電氣的ネットワークによって一段一段上方に動かすことにより行われる。彼らは当該法により GCC あるいは LMC よりもはるかに高い冷却能が得られると述べている。

40

本発明による強冷手段として当該 SSC 法による鑄型を用いることも可能である。ただし、加熱及び冷却手段は本願発明手段による（本願発明の $MV2$ 法に当該 SSC 法による鑄型を用いた例を図19に示す）。

50

【 0 0 8 0 】

(2) 加熱手段における副ヒーターの目的は固液共存相の凝固界面温度の温度低下を防ぎ固液共存相の軸方向温度勾配の低下を防ぐためである。

また、本明細書では印加磁場に関して、シミュレーション上固液共存相及び液相全域に対して平行静磁場 B_z を印加したが、実操業に際しては必ずしもその必要はなく、少なくとも固液共存相の全体に対して印加すればよい(このとき、実質的な平行磁場は凝固界面前方のかなり広い液相領域をカバーするので問題は無い)。

【 0 0 8 1 】

(3) 一方向凝固における冷却能に関して、明瞭な定義はないが、一例として非特許文献 2 では単純な熱伝達モデルを仮定し、大型ブレードに対する熱流束 Q を概略試算している：すなわち、*Bridgeman* 法の場合 $Q = 60 \text{ kW/m}^2$ (弱冷) に対して；溶融錫を用いた *LMC* 法の場合 $Q = 86 \text{ kW/m}^2$ ；*GCC* 法の場合 $Q = 101 \text{ kW/m}^2$ 。本明細書では *LMC*、*GCC*、及び前記 *SSC* 法鑄型による冷却を強冷と呼ぶこととする。

静磁場の強度に関しても同様明瞭な定義はないが、本明細書では段落 0 0 3 5、0 0 6 1、0 0 7 2、及び 0 0 7 4 において述べた磁場(いずれも 1 T 以下)を低磁場；段落 0 0 7 3 において述べた磁場(1 ~ 約 3 T)を中磁場と呼ぶこととする。ただし、これらの境界について明確な定義は無い。

【 0 0 8 2 】

(4) その他凝固に及ぼす要因として、鑄物のサイズ・形状(断面の拡大・縮小)、断熱バツフルの厚さ等が指摘される。固液共存相の形はこれらの鑄造条件によって決まるが、出来るだけフラットであることが望ましい。これらの事項については *C PRO* シミュレーションを行い凝固界面の移動速度、加熱・冷却条件などを調整すればよい(後述の凝固監視システム参照)。

【 0 0 8 3 】

(5) 本明細書ではバンド状偏析について述べたがマクロ偏析は合金の成分、ブレードのサイズ・形状、鑄造パラメータ等によって様々な形態を呈するものであり、究極的には *mushy zone* における *flow pattern* によって決まる。どんな形態を取るにせよ液相における対流を抑制してヒートパルス無くし *mushy zone* における *flow pattern* を実質的に整流化することによりこれらの欠陥をなくすることができるので本発明の知見は一方向凝固におけるマクロ偏析に対して一般性・普遍性を有するものである。異方位結晶欠陥についても同様の効果を有する。

【 0 0 8 4 】

まとめ

本発明による *MV1* 法及び *MV2* 法の特徴・メリットをまとめると以下の通りである。(*Ni* 基合金 *SX* または *DS* タービンブレードの一方向凝固に関して述べる)

(1) マクロ偏析及び異方位結晶欠陥の解消：固相領域を強冷却するとともに凝固界面の移動速度を速くし、軸方向静磁場 (B_z) を印加することにより液相における対流が鎮静化し、凝固界面にもたらされるヒートパルスが無くなる。これらの相乗効果により固液共存相における有害な横方向液相流れが抑制され、軸方向に整流化される。これによってマクロ偏析が解消されるとともに凝固が安定するので異方位結晶欠陥発生の原因が除かれる。

【 0 0 8 5 】

その際、比較的低い静磁場領域において磁場を増して行くとマクロ偏析標準偏差が最少となる領域が存在することが見出され、それ以上磁場強度を上げて行くと効果はあるものの無駄なエネルギーレベルになってしまうことがわかった。この効果は本発明によってはじめて明らかにされた発見であり、これにより所要磁場強度を低く抑えることができるようになった。[段落 0 0 2 1 で述べた如く *mushy zone* 中の液相流れが軸方向に整流化するとマクロ偏析を生じない(非特許文献 7 の p. 252, Fig. 7-35 参照)]

【 0 0 8 6 】

(2) 結晶組織の微細化・均質化：上記軸方向静磁場 (B_z) と固相領域の強冷による相乗効果により結晶組織を微細且つ均質化することができるので、鑄造後に行う溶体化熱処

10

20

30

40

50

理時間を大巾に短縮することができる（生産性の向上）。

（３）経済性、生産性の向上：従来の単なるM法に比べて、はるかに小さい軸方向静磁場（ B_z ）で効果を発揮するので高価な超伝導コイルの価格を大巾に低減することができる。また、引出速度の向上により生産性を上げることができる。

【0087】

上記の特徴・メリットは、従来の単なるM法（本願発明者の特許文献3及び非特許文献6記載の標準ブリッジマン法+ B_z 法）に比べて、大きく進歩した改良点であり、本願において初めて明らかにされた知見である。

【0088】

以上のごとくマクロ偏析あるいは異方位結晶欠陥が無くクリーブ破断強度に優れた高品質タービンブレードを効率的に製造することができる。尚、固相領域の冷却能と B_z を調整することにより所望の結晶組織（DAS）を得ることができることを付記しておく。また、本実施例では強冷方法としてGCC法を用いたが、ほぼ同等の冷却能を有するLMC法、あるいは、さらに高い冷却能を有するStatic Solid Cooling法による鑄型を用いても同様の効果が得られることは原理的に明らかである。

【0089】

リアルタイム凝固監視システム

本発明は所定の鑄造パラメータ（操業パラメータ）に基づいて一方向凝固を行うに際して、凝固状況を監視するためのリアルタイム凝固監視システムを備える。これにより製品ごとに高品質ブレードを製造するための最適鑄造条件を短期間に効率よく確立することができる。そこで、図20に凝固シミュレーションシステムCPROを組み込んだ当該凝固監視システムの概要を示す。

【0090】

図20において、61は検出部であり、後述する操業パラメータそれぞれの検出を行ってデータとして出力するものである。また、62はコンピュータであって、前記検出部61より出力されたデータを入力条件として本実施例1及び2で詳しく述べたCPROによる凝固シミュレーションを行い、凝固状態を画像化して観察出来るように処理する機能を有する。

【0091】

63及び64は当該コンピュータ62に接続されたモニター装置であってモニター装置63は操業パラメータの表示に、また、モニター装置64は凝固シミュレーション結果の画像表示に供される。

【0092】

図20の検出部61における操業パラメータの測定項目は以下の通りである。

MV1法の場合：

- ・主ヒーター及び副ヒーターへの電力及び温度
- ・鑄型及び鑄物各部の温度（鑄型は動くので熱電対による測定は難しい）
- ・GCCによる鑄型表面熱伝達係数またはLMCによる熔融金属浴の温度
- ・水冷チルジャケットの水量、水温、チル表面温度
- ・鑄型の引出速度
- ・超伝導マグネットまたは電磁マグネットの電圧、電流及び静磁場強さ
- ・真空容器の真空度

MV2法の場合：

- ・主ヒーター及び副ヒーターへの電力及び温度
- ・鑄型及び鑄物各部の温度（鑄型は静止しているので熱電対による測定は可能）
- ・GCCによる鑄型表面熱伝達係数及び温度
- ・水冷チルジャケットの水量、水温、チル表面温度
- ・摺動システムの移動速度
- ・超伝導マグネットまたは電磁マグネットの電圧、電流及び静磁場強さ
- ・真空容器の真空度

10

20

30

40

50

【0093】

リアルタイム凝固状況監視項目は以下の通りである。

- ・ 鋳物及び鋳型各部の温度
- ・ 凝固界面における温度勾配及び固液共存相の形
- ・ D A S 分布
- ・ 液相流速 + 偏析 + 固相率重ね合せ表示によりマクロ偏析の有無をモニター
- ・ マクロ組織表示により異方位結晶欠陥の有無等をモニター

【0094】

凝固監視システムの運用方法

これにより時々刻々変化する凝固現象を可視化できるのでブラックボックスとして今まで分からなかった凝固現象、すなわち、温度変化・温度分布、固液共存相の形、液相及び固液共存相における液相流れの様相、マクロ偏析が形成される様子などをリアルタイムで観察することが可能となるので凝固現象を深く理解することができる。

従って、従来の試行錯誤的あるいは実験計画法による鋳造実験回数を最小あるいは無くすることができるので、当該実験に掛る過大な時間と費用を大幅に削減することができる。

【0095】

上記運用方法の要点は以下の通り。

- (1) 実測データに基づいているのでシミュレーションの精度は高い。
- (2) 本システムは生産現場 (on-site computer) 及び遠隔場所 (off-site computer) の両方に設置することにより、現場ではリアルタイム監視するとともに研究室などの遠隔場所での研究・開発に利用される。
- (3) 製品ごとに最適鋳造条件 (前記操業パラメータ) を求める。

【産業上の利用可能性】

【0096】

本発明では Ni - Al 合金及び IN718 Ni 基超合金について述べたが本発明は凝固過程においてデンドライトあるいはセル組織を生ずる合金系、例えば、Ni 基超合金、チタ

ン合金、Co 基合金、Fe 基合金等に対して同様の凝固現象と効果を発揮することは原理

的に明らかである。従ってこれらの合金系は本発明の適用対象となる。

【0097】

以上の如く、本願発明によれば Ni 基超合金タービンブレード等の各種タービンブレードの高品質一方向凝固鋳物あるいはインゴットの製造を可能にし、これら重要部品の安全性、長寿命化及びガスタービンの効率向上による省エネルギー及び温暖化対策に大いに貢献できるようになる。すなわち、発電用ガスタービンの燃焼効率を上げるための最も有効な手段はタービンの燃焼ガス入口温度を上げることであることは広く知られており、本願発明は過酷な使用環境に耐える大型単結晶ブレードの実用化を可能にすることにより燃焼ガス入口温度を上げることが出来る (ブレード材の単結晶化による融点の向上、クリープ強度の向上等による効果)。

一方、航空機用ジェットエンジンの分野においては、Ni 基超合金単結晶タービンブレードが実用されているが、本願発明を適用することにより鋳造歩留りをさらに向上させることが可能となり、燃料効率、CO₂削減に貢献するものである。

【符号の説明】

【0098】

- 1 鋳型
- 2 鋳物またはインゴット (溶融金属)
- 3 セレクタ
- 4 冷却チル (水冷チル)

10

20

30

40

50

5 a	主ヒーター	
5 b	副ヒーター	
6	断熱スリーブ	
7	断熱上蓋	
8	注湯口	
9	断熱バツフル	
1 0	誘導溶解炉	
1 1	冷却ガス噴出ノズル	
1 2	冷却ガス吸込み口	
1 3	冷却ガス循環ポンプシステム	10
1 4	超伝導コイル	
1 5	真空ポンプ	
1 6	真空容器	
1 7	外筒	
1 8	熔融金属浴	
1 9	ステンレススチールチル	
2 0	熔融金属浴容器	
2 1	鋳型引出アーム (ステンレススチール)	
2 2	断熱層 (アルミナビーズ)	
2 3	攪拌器	20
2 4	下注誘導溶解炉	
	【 0 0 9 9 】	
2 5	M V 2 法のための主ヒーター	
2 6	M V 2 法のための断熱スリーブ	
2 7	M V 2 法のための主ヒーター摺動接触端子	
2 8	M V 2 法のための主ヒーターブラシ	
2 9	M V 2 法のための主ヒーター電源	
3 0	M V 2 法のための副ヒーター	
3 1	M V 2 法のための副ヒーター用銅ケーブル	
3 2	M V 2 法のための副ヒーター電源	30
3 3	M V 2 法のための断熱バツフル	
3 4	M V 2 法のための冷却ガス導入パイプ	
3 5	M V 2 法のための冷却ガスノズル	
3 6	M V 2 法のための冷却ガス吸込口	
3 7	M V 2 法のための冷却ガス循環ポンプシステム	
3 8	M V 2 法のための真空ポンプ	
3 9	M V 2 法のための外筒	
4 0	M V 2 法のための超伝導コイルまたは電磁石	
	【 0 1 0 0 】	
6 1	一方向凝固装置の検出部	40
6 2	システムコンピュータ (オンサイト / オフサイト)	
6 3	操業パラメータの表示用モニター	
6 4	凝固シミュレーション結果の画像表示用モニター	

【要約】

【課題】ジェットエンジンや発電用ガスタービン用ブレードの一方向凝固過程において発生するマクロ偏析、異方位結晶欠陥等の鑄造欠陥を無くす。

【解決手段】上記鑄造欠陥の発生のメカニズムを明らかにし、固相領域を強冷するとともに軸方向静磁場を印加しこれらの相乗効果により、液相の対流による凝固界面へのヒートパルスを抑制し、固液共存相中の有害な横方向液相流れを抑制できることを明らかにした。これによりマクロ偏析、異方位結晶欠陥等の鑄造欠陥を無くすとともに凝固組織を微細化することにより機械的性質（クリープ強度）に優れた高品質の製品を作ることができる。静磁場の強度に関して、比較的低い磁場領域においてマクロ偏析が極小となる領域が存在することがわかった。これにより、所要磁場強度を低く抑えることが可能となり、高価な超伝導コイルの価格を大幅に下げることができる。また、引出速度を速くすることにより生産性を上げることができる。

【選択図】図 1

10

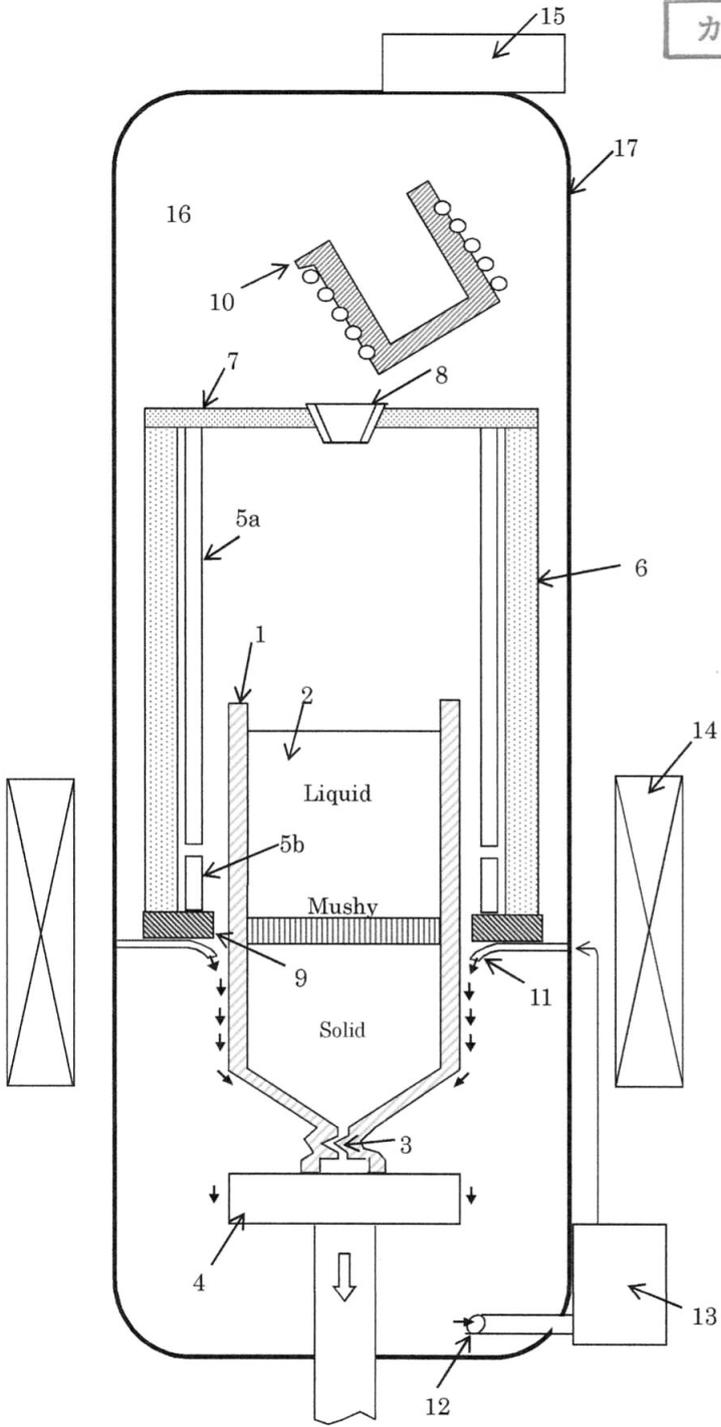
20

30

40

50

カラー



10

20

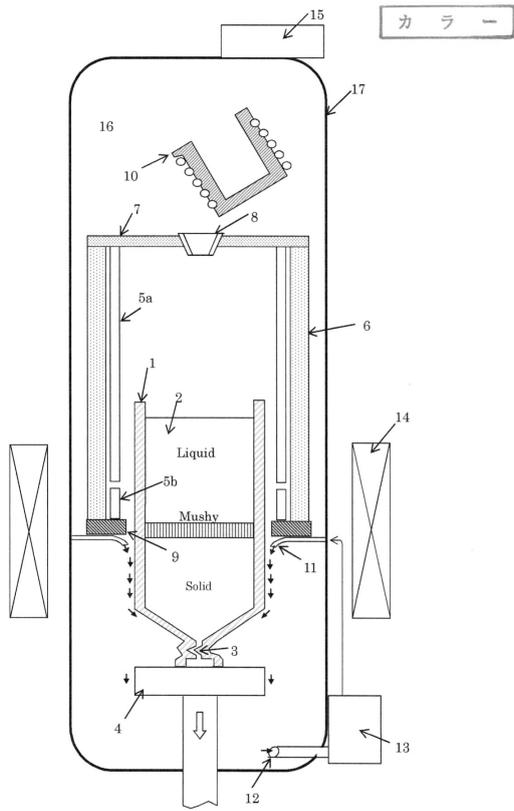
30

40

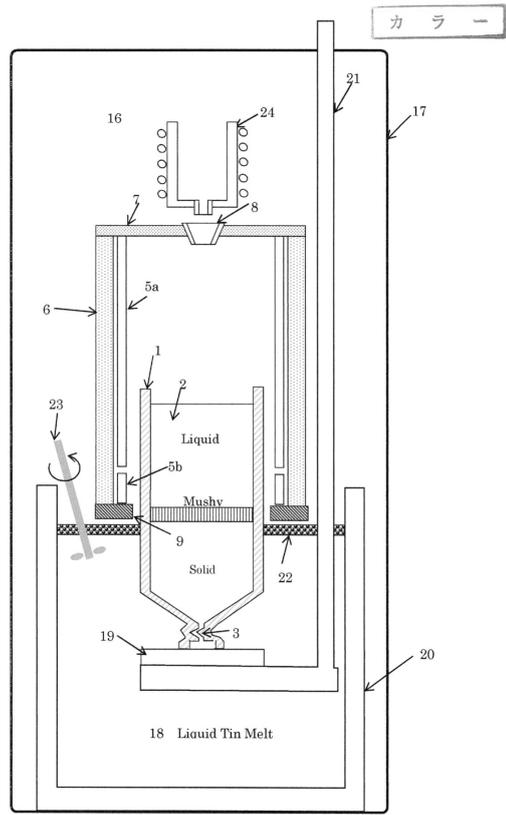
50

【図面】

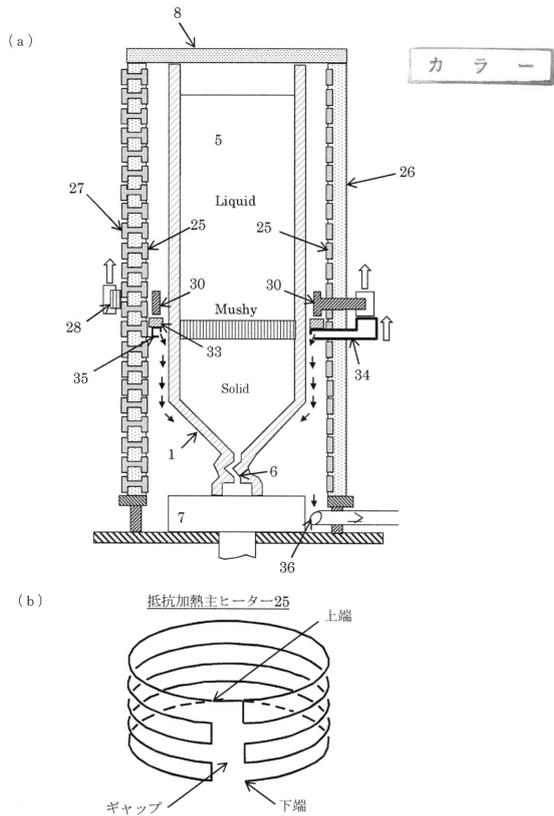
【図 1】



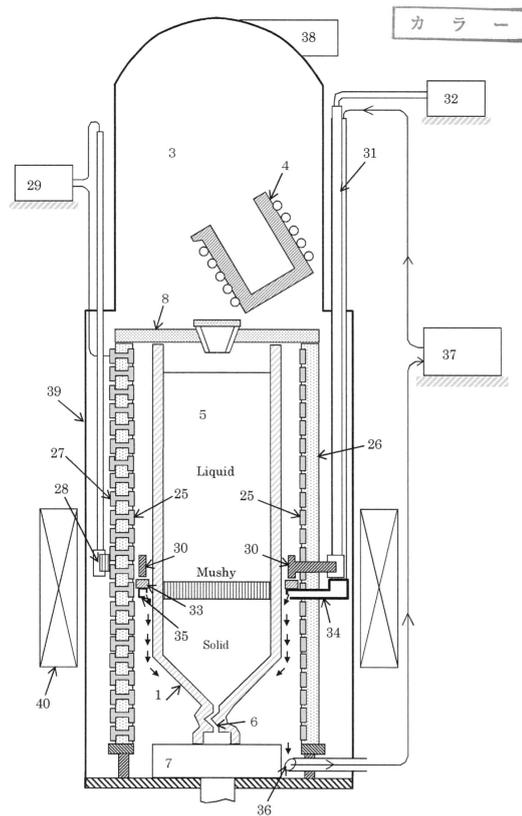
【図 2】



【図 3】



【図 4】



10

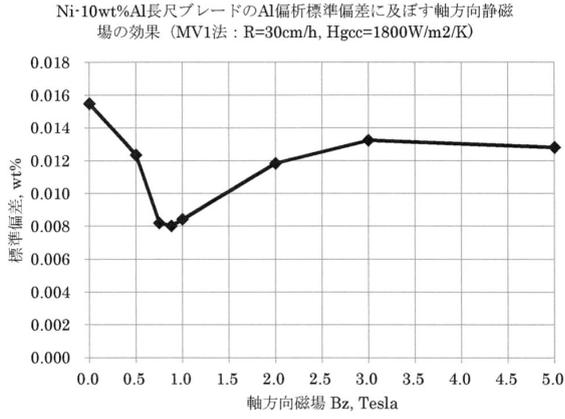
20

30

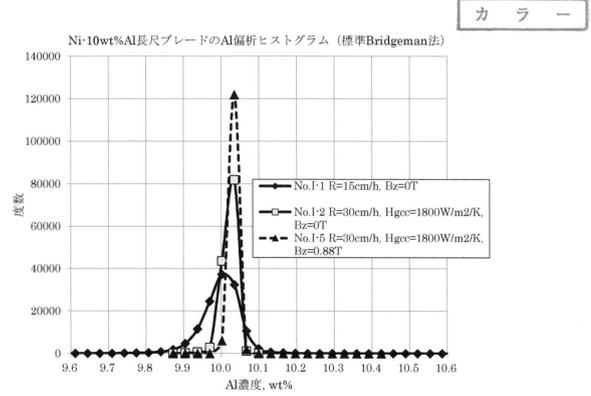
40

50

【 図 5 】

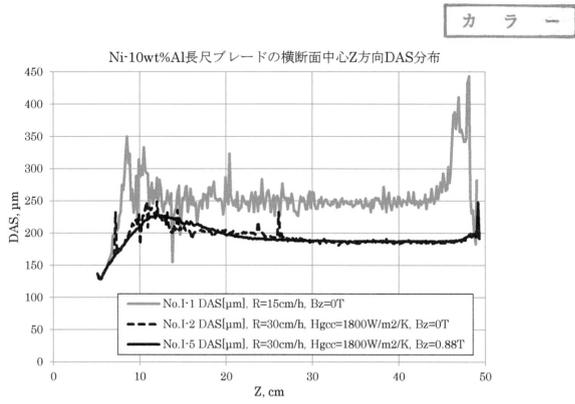


【 図 6 】

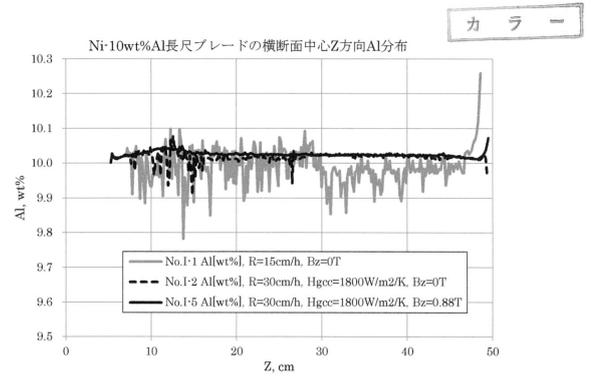


10

【 図 7 (a) 】



【 図 7 (b) 】



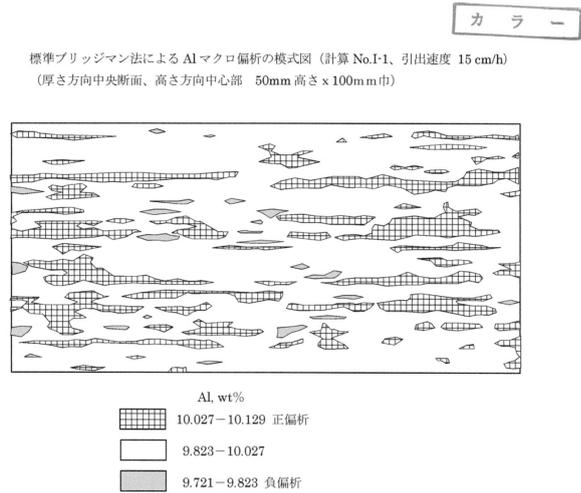
20

30

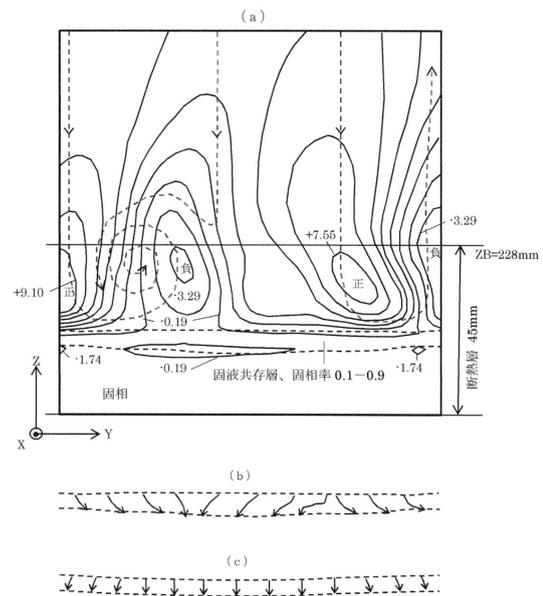
40

50

【 図 8 】



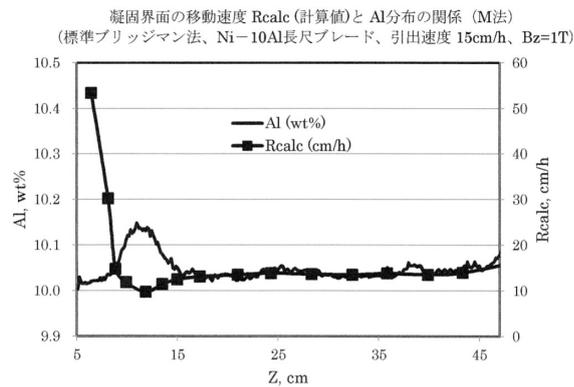
【 図 9 】



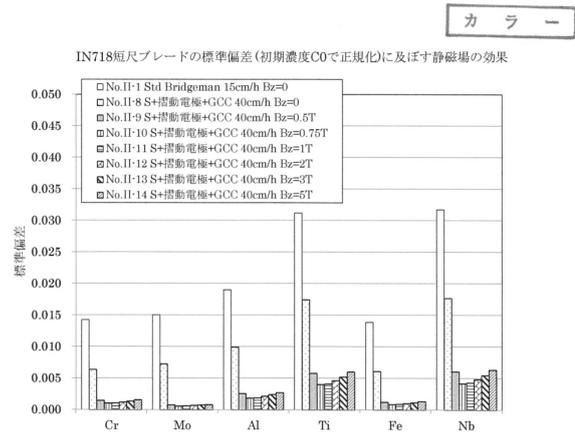
10

20

【 図 10 】



【 図 11 】

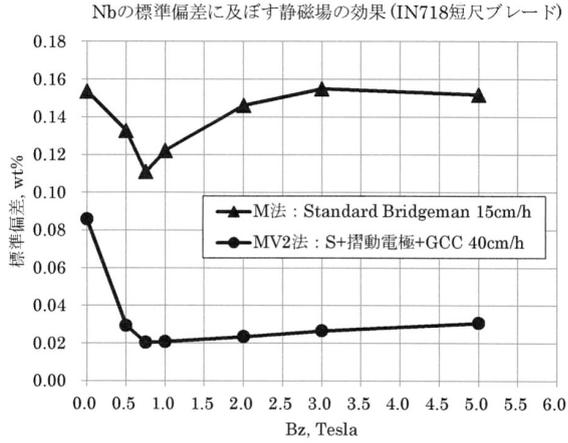


30

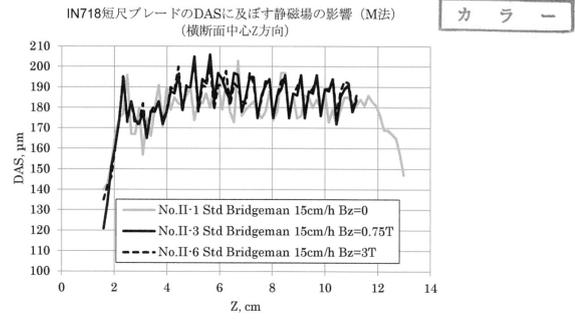
40

50

【図 1 2】

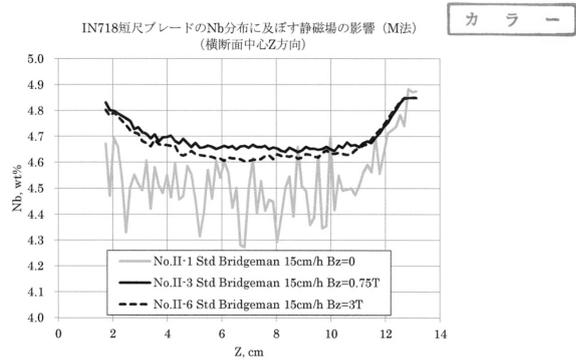


【図 1 3】

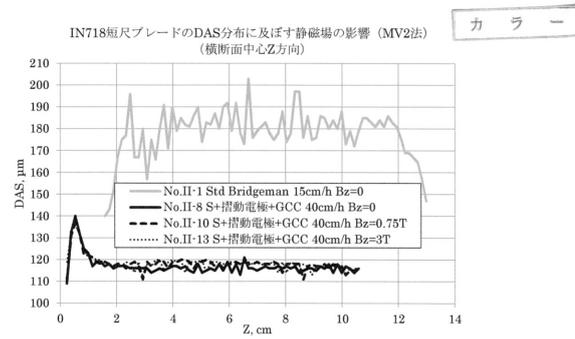


10

【図 1 4】



【図 1 5】



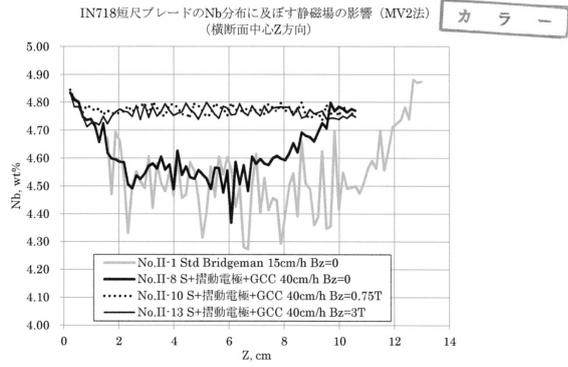
20

30

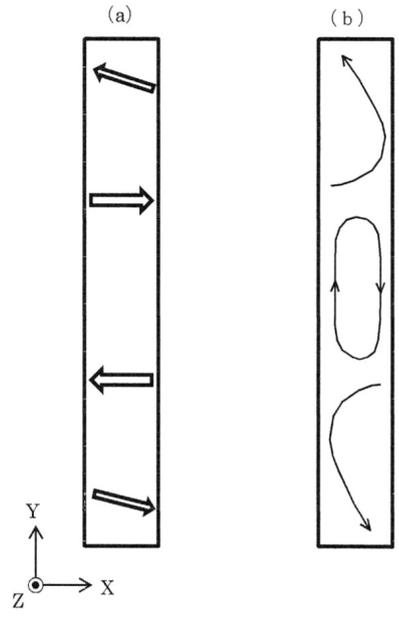
40

50

【 図 1 6 】



【 図 1 7 】



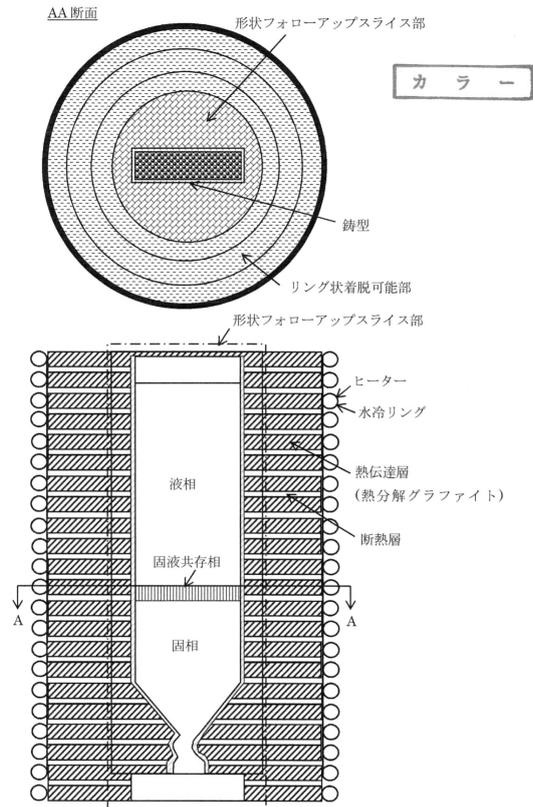
10

IN718 ブレード一方向凝固に及ぼす軸方向静磁場の効果
 (X,Y)平面における (a) Lorentz 力 f の模式図、および (b) mushy zone における flow-pattern の模式図

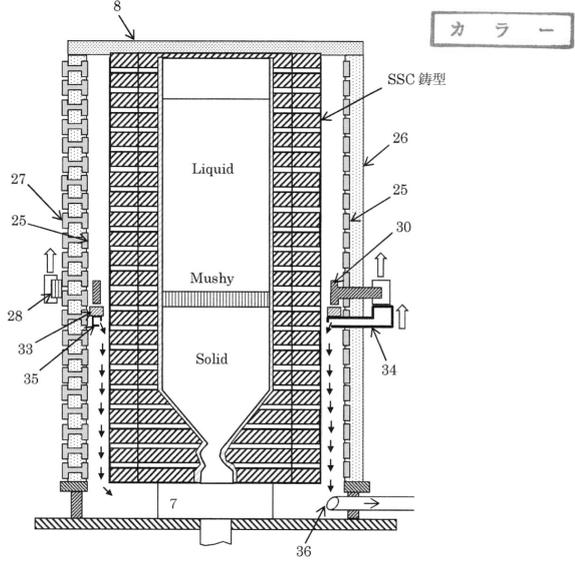
20

(No. II-10, at K=37(middle position in Z-dir), time=502se,
 固相率 \approx 0.45, f_{max} =5.82dyn/cm³, v_{max} =3.6e-5cm/s)

【 図 1 8 】



【 図 1 9 】

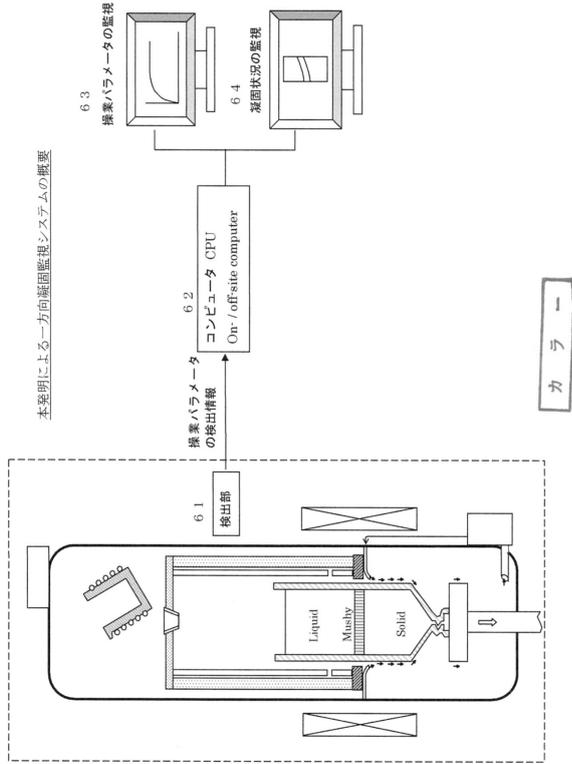


30

40

50

【 図 2 0 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 国際公開第 2 0 0 7 / 1 2 6 1 1 4 (W O , A 1)
米国特許出願公開第 2 0 1 4 / 0 1 2 7 0 3 2 (U S , A 1)
米国特許出願公開第 2 0 1 4 / 0 2 9 0 8 9 6 (U S , A 1)
米国特許出願公開第 2 0 1 0 / 0 1 3 2 9 0 6 (U S , A 1)
特開昭 5 7 - 1 8 4 5 7 2 (J P , A)
米国特許出願公開第 2 0 2 0 / 0 1 8 0 0 1 9 (U S , A 1)
Yuanyuan Lian et al. , Static solid cooling: A new directional solidification technique , Journal of Alloys and Compounds , ELSEVIER , 2016年 , vol.687 , pp.674-682 , <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.06.165>
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
B 2 2 D 2 7 / 0 4