

粒界ネットワーク解析を用いた Al_2O_3 微小結晶球製造における凝固開始時のメカニズム解明

Elucidation of the mechanism of solidification initiation in the production of Al_2O_3 microcrystal spheres using grain boundary network analysis

名大院工¹, 名大未来研², 理研 AIP³, 名大院情報⁴, 名大未来機構⁵

○(M2)池田 翔太郎¹, 沓掛 健太郎^{1,2,3}, 工藤 博章⁴, 勝部 涼司¹, 宇佐美 徳隆^{1,2,5}

Grad. Eng. Nagoya Univ.¹, IMASS², AIP, RIKEN³, Grad. Info. Nagoya Univ.⁴, InFuS-Nagoya Univ.⁵

○Shotaro Ikeda¹, Kentaro Kutsukake^{1,2,3}, Hiroaki Kudo⁴, Ryoji Katsube¹, Noritaka Usami^{1,2,5}

E-mail: ikeda.shotaro.c1@s.mail.nagoya-u.ac.jp

【はじめに】 Al_2O_3 微小結晶球は、熱伝導フィルターとして広く実用化されており、 Al_2O_3 の熱伝導率を上昇させることで放熱効率の向上が可能になる。バルクの多結晶材料において、結晶粒界は熱伝導を妨げることから、微小結晶球においても結晶粒が少ないほど熱伝導率が高くなると考えられる。しかし、結晶粒が少ない微小結晶球の製造プロセスは確立されていない。我々は、簡便な装置で大量製造が可能な火炎法に着目し、結晶成長メカニズムの解明に基づき高熱伝導率の結晶成長条件の確立を目指している。これまでに、結晶粒間の相対方位関係を可視化する粒界ネットワーク解析より、結晶成長過程での双晶発生、凝固完了後の小角粒界発生などのメカニズムの推定が可能となった[1]。しかし、凝固開始時のメカニズムは未解明であり、原料が完全に溶融してから凝固したか、原料が部分的に溶融した状態から未溶融原料を起点として凝固したかは分かっていなかった。そこで本研究では、凝固開始時のメカニズム解明に向けた知見獲得を目指した。

【実験方法】焼結体の Al_2O_3 粉末を原料とし、火炎法で製造した微小球結晶を解析した。まず、結晶球を樹脂に埋め込み、研磨して断面出しを行った。次に、EBSD 法で結晶球断面の結晶方位分布を取得し、双晶関係と小角粒界関係を判定し、これらの関係を粒界ネットワークグラフにより可視化した。

【結果と考察】結晶球の結晶方位分布と粒界ネットワークグラフを Fig. 1 に示す。粒界ネットワークグラフはノード（点）とエッジ（線）で構成されており、ノードは結晶粒、エッジは結晶粒界関係に対応している。エッジの色は結晶粒界関係の種類を示している。また、近接するノードが、エッジで結ばれず孤立している場合は、結晶粒間には大角粒界があると推定できる。粒界ネットワーク解析の結果、Fig. 1 (b, d) に示

すように連結性が高いケースとほとんど連結していないケースが存在した。連結性が高いケースは小角粒界と双晶粒界が多い。これらは結晶成長過程や凝固完了後に発生していると推定でき、連結したノード同士は共通の結晶核から成長した結晶粒を示すと考えられる[1]。よって、このケースは結晶成長した領域が大きいことを示しており、原料の大部分または全部が溶融してできたと推定できる。一方で、ほとんど連結していないケースは大角粒界が多い。そこで、ほとんどの溶融・凝固プロセスでは大角粒界が多数形成する可能性は稀であることや、結晶粒径が原料である焼結体と比較して大きいことを考えると、このケースは部分的にしか溶融していなかったと推定される。

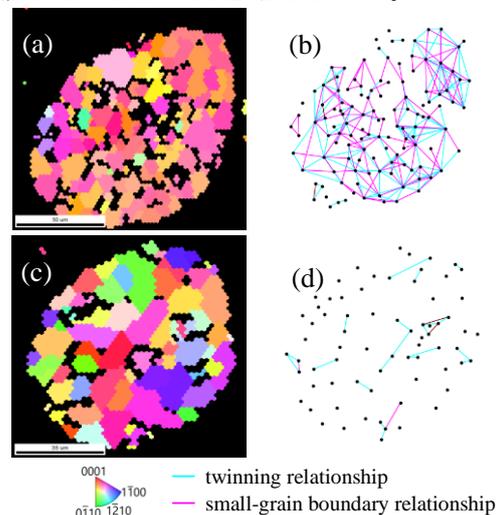


Fig. 1. IPF map (a, c) and grain boundary network graph (b, d) of crystal spheres solidified from a most or all molten state (a, b) or a partial molten state (c, d).

【謝辞】本研究は、JST CREST (JP MJCR17J1) の支援のもと行われた。

【参考文献】 [1]池田他, JCCG-52, 06a-P02, 2023