



Title	酸化・還元処理を施した固体鉄に対する液体金属の特異な濡れ現象およびその応用に関する研究
Author(s)	高平, 信幸
Citation	大阪大学, 2008, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/48591
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、大阪大学の博士論文についてをご参照ください。

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

氏名	高平信幸
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第22024号
学位授与年月日	平成20年3月25日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科マテリアル生産科学専攻
学位論文名	酸化・還元処理を施した固体鉄に対する液体金属の特異な濡れ現象およびその応用に関する研究
論文審査委員	(主査) 教授 田中 敏宏 (副査) 教授 野城 清 教授 鍾井 建夫 教授 中嶋 英雄

論文内容の要旨

本研究では、濡れ性に対して大きな駆動力を有する特異拡張濡れ現象の機構解明を目指して基礎実験を行い、さらにその濡れ現象の材料プロセスへの応用展開を検討した。

第1章では、本研究の背景、目的および本論文の構成について述べた。

第2章では、表面酸化した固体鉄と還元性雰囲気下で接触した液体 Cu が、その固体鉄試料表面に広く濡れ拡がり、良好な濡れ性を示すことを明らかにした。固体鉄表面に生成した酸化鉄層が還元されると、鉄試料表面には厚さ 80 μm 程度のポーラス層が形成された。このポーラス層は開気孔から成り、3次元的に互いに細孔がつながっており、ポーラス層内へ液体 Cu の浸透が可能となり、固体鉄試料に液体 Cu が広く濡れ拡がることがわかった。

第3章では、平滑固体鉄基板上の液体 In および Bi の接触角を測定し、表面にポーラス層を有する鉄基板上におけるこれらの液体金属の濡れ挙動との関連を調べた。その結果、特異拡張濡れに対しては平滑固体鉄基板上の液体金属の接触角が重要であり、その値が 90° 以下になると特異拡張濡れが観察され、本現象が毛細管現象によって生じていることを確認した。

第4章では、鉄基板の表面に生成した酸化鉄層を $773\sim1473\text{ K}$ の温度範囲で還元し、下地の鉄基板の有無が酸化鉄層の還元形態ならびにその形態に対する液体 Ag の濡れ挙動に与える影響を調べた。その結果、表面ポーラス層の支持材となる下地鉄基板があると、細孔の分布が均一でその多くが3次元的につながったポーラス鉄を形成しやすい傾向が確認され、液体金属の特異拡張濡れに適していることを明らかにした。

第5章では、鉄基板表面を酸化して作製したスケール層中 wüstite 相の熱処理による分解形態の調査ならびに制御を試み、さらに分解後のスケール層を還元し、作製したポーラス層の構造およびその層に対する液体 In の濡れ挙動を調べた。まず、wüstite 相から成るスケール層を初析 magnetite の析出が速い比較的低温に短時間保持した後に、より高温に保持して更なる核生成を抑えつつ、低温で析出した magnetite の成長の促進を図る二段階の熱処理を施した。その結果スケール層の熱処理条件によっては鉄試料表面に細孔分布が傾斜的に変化するポーラス層を作製できる可能性を示した。さらに、そのポーラス層に液体 In を接触させると、液体 In はポーラス層内に広く浸透し、細孔が3次元的につながっていることを明らかにした。

第6章では、特異拡張濡れ現象を用いて3種類の材料プロセスへの応用を試みた。①酸化・還元処理により銅基板

表面にポーラス層を作製し、液体 Bi がその層内に浸透して特異拡張濡れが生じることを確認し、その濡れ現象を用いて銅材料の接合を試みた。②液体 Ag を鉄ポーラス層へ浸透させた試料や水熱反応を用いて非結晶質 SiO_2 およびソーダ石灰ガラスから热水に過飽和に溶出させた成分をポーラス鉄中の細孔に析出させた試料から鉄だけを除去することによって、Ag や酸化物のポーラス膜を作製できた。③冷間鍛造において、低炭素鋼の表面ポーラス層に液体潤滑剤を浸透させることによって、未処理材にリン酸塩皮膜を用いる潤滑性（通常法）に近い摩擦係数の値が得られることがわかった。

第 7 章は結論であり、本研究の内容を総括した。

論文審査の結果の要旨

固体金属と液体金属との濡れ性は各種材料プロセスにおいて重要な現象のひとつであり、その機構解明のために多くの研究がなされているが、特に本研究では、表面を酸化した固体鉄を還元性雰囲気下において液体銅と接触させた際に、異常に濡れ広がる新規の現象を見出している。本論文はこの特異な拡張濡れ現象の機構の解明と、新たな材料プロセスへの応用展開を目指して詳細な検討を行った成果をまとめたもので、得られた結果は以下の通りである。

- (1) 表面酸化した固体鉄を還元性雰囲気下で液体銅と接触させると、液体銅が固体鉄表面に異常に濡れ広がる現象を見出している。その過程を詳細に検討し、固体鉄表面に生成した酸化鉄層が還元されると固体鉄表面にはポーラス層が形成され、このポーラス層は 3 次元的に繋がった開気孔からなるために毛細管現象によって液体金属が浸透し、特異拡張濡れ現象が発現することを明らかにしている。
- (2) 平滑固体鉄基板上の液体 In および Bi の接触角を測定し、表面にポーラス層を有する鉄基板上におけるこれらの液体金属の濡れ挙動との関連を調べ、平滑固体鉄基板上の液体金属の接触角が 90° 以下になると特異拡張濡れが観察されることを示し、本現象が毛細管現象によって生じることを実証している。
- (3) 鉄基板の表面に生成した酸化鉄層を還元し、下地の鉄基板の有無が酸化鉄層の還元形態ならびにその形態に対する液体金属の濡れ挙動に与える影響を調べている。その結果、表面ポーラス層の支持材となる下地鉄基板がある場合には、細孔の分布が均一でその多くが 3 次元的に繋がったポーラス層が形成されやすい傾向にあり、液体金属の特異拡張濡れの発現に適した基板となることを明らかにしている。
- (4) wustite 相から成る酸化鉄層を初析 magnetite 相の析出が生じやすい比較的低温に保持した後に、より高温に保持して新たな核生成を抑えつつ低温で析出した magnetite 相の成長を促進させる二段階の熱処理を考案し、その表面を還元すると固体基板表面に対して垂直方向に細孔分布が傾斜的に変化するポーラス層を作製できることを見出している。
- (5) 特異拡張濡れ現象を利用したいいくつかの新たな材料プロセスを提案している。先ず、酸化・還元処理により銅基板表面にもポーラス層が生成することを見出し、特異拡張濡れを銅材料の接合に利用できることを示している。また、液体 Ag を鉄ポーラス層へ浸透させた試料や、水熱反応を用いて非結晶質 SiO_2 およびソーダ石灰ガラスから热水に過飽和に溶出させた成分をポーラス鉄中の細孔に析出させた試料から鉄基板だけを除去することによって、Ag や酸化物のポーラス膜の作製に成功している。さらに、低炭素鋼の表面に生成させたポーラス層に液体潤滑剤を浸透させることによって鋼の冷間鍛造時に良好な潤滑性が得られることを見出している。

以上のように、本論文は、酸化・還元による表面処理を施した固体金属に対する液体金属の特異な濡れ現象の機構解明とその応用展開について新たな知見を多数含んでおり、材料工学の発展に寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。