

鉛-すず合金のせん断粘度測定

Measurement Method and Measurement of Shear Viscosity of Melt Pb-Sn Alloy

(山形大工) (学)手塚彰裕、(正)西岡昭博、(正)杉本昌隆、(正)谷口貴志、(正)小山清人

Pb-Sn alloy has the temperature range at which the solid and the liquid coexist. For example, in Pb55%-Sn45% alloy, the temperature range is 183 to 227 . But, melt viscosity of metal is quite lower than polymer melt. Low viscosity sample cannot be measured by parallel plates, because the sample will leak from the gap between parallel plates. We developed the cup shaped jig, and establish a measurement method by Pb-Sn alloy using the cup shaped jig.

Keywords: Pb-Sn alloy, Viscosity, Measurement method

1. 緒言

単一の金属である鉛 (Pb) とすず (Sn) は融点がそれぞれ 327、232 だが、この合金の熔融温度はその組成比によって熔融および固化する温度が変化する。例えば鉛 38%、すず 62%の合金は 183 で熔融・固化するが、鉛 55%、すず 45%の比の場合、固相線は 183 で、液相線は 227 となる。これらの温度範囲は高分子用のレオメータで測定可能範囲である。しかし熔融金属の粘度は高分子よりも低い。そのため、従来高分子で材料用に用いられている平行プレートを用いることは難しい。そこで、我々は平行プレートに近い形状であるカップ型の治具を作成した。

2. 装置

装置はTA インストルメント社製のひずみ制御型レオメータ、ARES を使用した。治具は上が直径 40mm、高さ 5mm の円板、下は内径 42mm、深さ 7.75mm のカップ型である(Fig.1)。

ARES には、カップ型治具に適用できる計測ソフトがないため、計測法と補正式を導出する必要がある。補正式を求める実験においてシリコンオイルを使用した。ここで、シリコンオイルの液面が凹型になるため治具の中央に 1mm の穴を

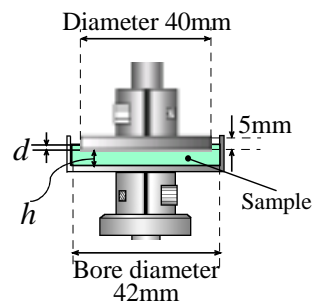


Fig.1 Cup shaped jig.

開けた。まずこの治具を直径 40mm の平行プレートと仮定し、平行プレートの計測ソフトで測定する。しかしこの治具は下治具がカップ型のため、平行プレートにはない側面の壁の影響が出てしまい、見かけの粘度は本来の粘度よりも大きくなってしまふ。よって補正式を導出する必要があった。

3. 実験と結果

3-1. 補正式

下治具の壁の影響を調べるため、4種類の粘度のシリコンオイル(信越化学工業株式会社)を

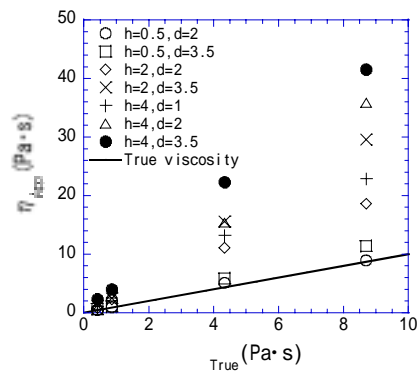


Fig.2 Effect of d and h value on apparent viscosity

Akihiro TETSUKA*, Akihiro NISHIOKA,
Masataka SUGIMOTO, Takashi TANIGUCHI and
Kiyohito KOYAMA: Yamagata University,
*Faculty of Engineering, Yamagata University,
4-3-16 Jonan, Yonezawa, Yamagata, 992-0038,
JAPAN
TEL: 0238-26-3058 FAX: 0238-26-3411
E-mail: tetsuka@ckpss.yz.yamagata-u.ac.jp

用い、Fig.1 の h と d の値を変えて測定した。測定は定常流測定で、せん断速度は 10s^{-1} 、測定温度は 30 に固定した。その結果を Fig.2 に示す。Fig.2 をみると、カップ型による見かけの粘度 (η_{App}) はサンプルの真の粘度 (η_{True}) よりも大きくなり、その差は Fig.1 にある h と d が大きいほど大きい。

これらの結果から以下のような補正式を導出した。

$$\eta_{\text{True}} = (-0.100h - 0.068d + 0.833) \eta_{\text{App}} \quad \dots (1)$$

この補正式を Fig.2 に適用させると Fig.3 のようになる。この補正式を用いると全ての h と d の組み合わせの η_{App} が η_{True} に近づくが、 h と d が小さいと誤差が大きくなる。 $h=4\text{mm}$ の時、 η_{App} の誤差は 10% 以内である。よって以降の測定では $h=4\text{mm}$ で行った。

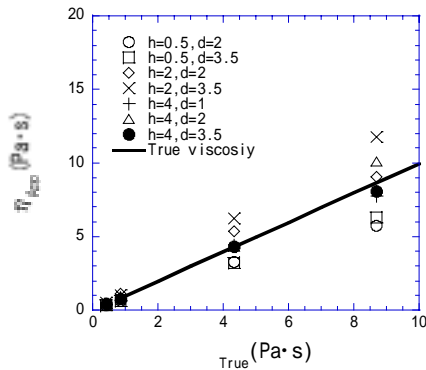


Fig.3 Apparent viscosity used correction formula.

3-2. 溶融金属の測定

鉛-すず合金を測定するに先だって、純すず (Sn100%) を用いて実験を行った。その結果、いくつかの問題が見つかった。

まずサンプルの量が少ないと治具間のすきまにサンプルが広がらず、不均一な分布になってしまう。よってカップの底が見えないくらいのサンプルを必要とする。

次に鉛-すず合金と治具との濡れを良くするために治具の材質に真鍮を用いたが、測定後には下治具の測定面がえぐれてしまった。この現象は鉛-すず合金と濡れにくいアルミを用いた治具でもみられた。しかし、ステンレスの治具を用いたときはこのような現象が見られなかったため、材質に用いた金属がやわらかかったためにえぐれてしまったと考えられる。

上治具をサンプルに沈めるとき、溶融合金の場合では壁と上治具との隙間に入るサンプルの分

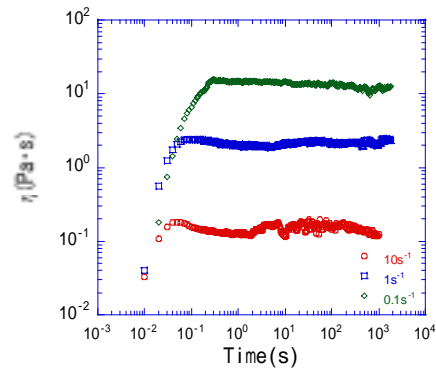


Fig.4 Shear viscosity used couette.

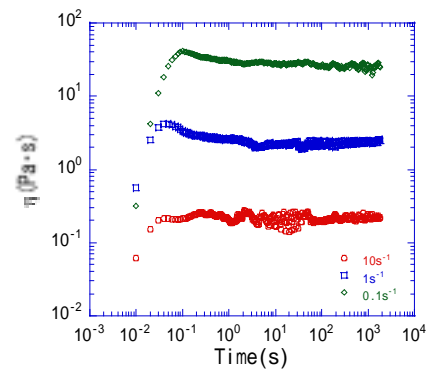


Fig.5 Shear viscosity used cup shaped jig.

布が不均一であった。この不均一さは測定値がばらつきやすくなる原因になるとおもわれる。この問題は二重円筒治具を用いたときに障害となる。

溶融金属を用いたときの二重円筒治具とカップ型を比較する実験を行った。使用したサンプルは純すず (Sn100%、融点 231.9) で、測定温度は 250 、せん断速度は $0.1, 1, 10\text{s}^{-1}$ で行った。その結果を Fig.4 と Fig.5 に示す。Fig.4 は二重円筒の結果で、Fig.5 はカップ型の測定結果を補正式(1)で補正したものである。Fig.4 と Fig.5 を比較すると、Fig.4 の方が若干粘度が低い。これは壁面の不均一さがせん断によってサンプルが上方向に逃げ、二重円筒の場合はサンプル量が減りトルクが減少していると思われる。カップ型の場合は d の領域の不均一さによってサンプルが集中し、一部で予定の d よりも大きくなってトルクが増大すると思われる。カップ型の場合、 d の値を小さくすることによりこれを最小限に抑えることができると考えられる。

鉛-すず合金の結果は当日発表する。