

複合材料製造への磁場の応用

永井 寛* 井上裕之* 松浦 誠**

Research on Manufacturing of Metal Composite Using Magnetic Field

NAGAI Yutaka*, INOUE Hiroyuki*, MATSUURA Makoto**

抄録

機能性の高い金属材料開発を目的として磁性の異なる材料であるアルミニウムと鉄の配合材料を高磁場中で溶融・凝固させ、磁場を応用した複合材料の製造を試みた。

材料組成を Al-5mass%Fe として母合金を溶製し、無磁場 (0T) 及び強度 4T、6T、8T の磁場中 (磁場方向は重力と逆向き) において母合金を再溶融・凝固させた結果、4T、6T、8T のすべての場合にアルミニウム基地組織中に初晶として晶出する柱状の Fe-Al 金属間化合物を磁場方向に対して垂直に分散配列させる磁場効果を見出した。

この磁場効果の利用により、磁性の異なる材料を磁場中で凝固させる複合材料の新しい製造方法開発の可能性を見出すことができた。

キーワード：アルミニウム，鉄，金属間化合物，磁場中凝固，配向，複合材料

1 はじめに

材料開発では機能性の向上や新機能の発現が主要な開発目標である。金属材料に対しては材料特性向上の手法として組織の微細化や組織の配向制御等が考えられる。磁場のものづくりへの利用もその一つであり、筆者らは近年その利用が容易になった超伝導マグネット装置を利用して磁場効果に関する研究^{1), 2), 3)}を行い、磁気めっき等の金属表面反応への磁気対流や磁気異方性を利用して磁場による結晶の配向化や結晶成長、電析形状制御の可能性を明らかにしてきた。また、金属材料の溶融凝固過程への磁場の適用を検討し、磁場中で常磁性体 (アルミニウム) に強磁性体 (鉄) を添加して溶融・凝固させ、磁場による鉄の拡散進行や組織分散等の可能性を見出してきた⁴⁾。

そこで本研究では、常磁性体 (アルミニウム) に添加する強磁性体 (鉄) の濃度を 5mass% とし、高磁場中で溶融・凝固させることにより、複合材料製造過程への磁場の応用を試みた。

2 実験方法

2.1 母合金の溶製

磁場印加環境下で金属材料の溶融・凝固を行うために用いた装置を図 1 に示す。これまでと同様に超伝導マグネットとその内部に配置可能な水冷機構付きの磁場内加熱装

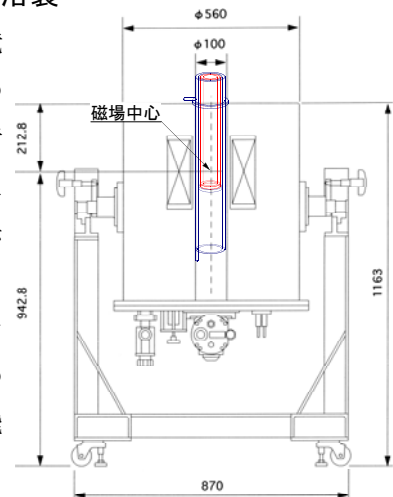


図 1 実験装置

* 材料技術部

** (株) 田島軽金属

置を用いた。加熱装置内での材料の溶解には内径 30mm 高さ 100mm のマグネシアるつぼを用い、超伝導マグネットの磁場中心位置をるつぼ底部から 20mm の高さに調整した。

供試材には大気溶解の抵抗加熱電気炉を使用して溶製した母合金を用いた。母合金の組成は磁場内加熱装置の加熱性能と Fe-Al 二元系状態図⁵⁾とから Al-5mass%Fe (以下、Al-5%Fe) とした。配合地金には 99.99%Al と Al-50%Fe 合金を用いた。Al-50%Fe 合金中に存在する Fe-Al 金属間化合物の融点が 1157 ~ 1171 °C であることから、溶解温度は 1250 °C とし、30 分間保持した。母合金の溶製では 1250 °C での保持中に複数個のるつぼを用いて溶湯の移し替えを行い、十分な攪拌・混合を図った後、磁場印加用のマグネシアるつぼに鋳込み、凝固させた。

2.2 Al-5%Fe合金への磁場印加

Al-5%Fe 合金への磁場印加を適切に行うため、最初に供試材の冷却曲線を求め、その初晶開始温度及び共晶停滞温度を測定した。その結果、初晶開始温度が 790 °C、共晶停滞温度が 650 °C と測定された。これらの値は文献値⁵⁾とほぼ一致していた。初晶開始温度-共晶終了温度が供試材の凝固温度範囲であるから、供試材への磁場印加温度範囲は、十分な余裕を含む 850 °C 以下 550 °C までの温度領域と定めた。供試材の加熱溶解温度と磁場印加条件を表 1 に、加熱溶解温度、印加磁場強度と時間との関係を図 2 に示した。

印可する磁場強度は昨年度の研究結果⁴⁾を考慮し、無磁場 (0T) 及び 4T、6T、8T とした。

磁場印可は供試材の温度が 850 °C に到達し安定した時点 (図 2 の時間 A) から開始し、上向き (重力と逆方向) に磁場を印加した。なお、磁場印加開始から設定磁場強度到達までの励磁速度は 4T で 0.05A/秒、6T 及び 8T では 0.1A/秒を採用した。

供試材を 850 °C で 40 分間保持した後 (図 2 の時間 B)、磁場内加熱装置の加熱を停止し、その後は自然冷却させた。磁場強度は温度が 550 °C に

表 1 溶解及び磁場印加実験条件

| | | |
|---------------------------|-------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 供試材(アルミニウム-鉄合金)の組成(mass%) | | Al-5.0%Fe |
| 設定磁場強度 | 磁場なし | 0T |
| | 磁場あり | 4T, 6T, 8T 及び 6T 徐冷 |
| 溶解温度 | | 850°C |
| 溶解温度保持時間 | | 40分 |
| 溶解温度保持時間経過後の冷却(冷却水量は一定) | 自然冷却 | ・炉入力OFFにして自然冷却 ・磁場強度: 4T, 6T, 8T の3条件 |
| | 徐冷 炉入力制御 | ・対自然冷却比: 1/3冷却速度 (制御温度範囲: 850-550°C) ・磁場強度: 6T 徐冷の場合のみ |
| 磁場印加のタイミングと磁場印加温度範囲 | | ・磁場印加開始: 850°C 到達時 ・磁場印加終了: 550°C 低下時 ・設定磁場強度到達後、温度が 550°C に低下するまで設定磁場強度を保持 ・磁場強度保持温度範囲: 850°C-550°C |
| 励磁速度 | | 0.05A/sec : 4T |
| | | 0.10A/sec : 6T, 8T |
| 設定磁場強度到達時間 | | 4T: 21分48秒 6T: 16分22秒 8T: 21分54秒 |
| 磁場印加方向 | | 上向き(重力と逆向き) |

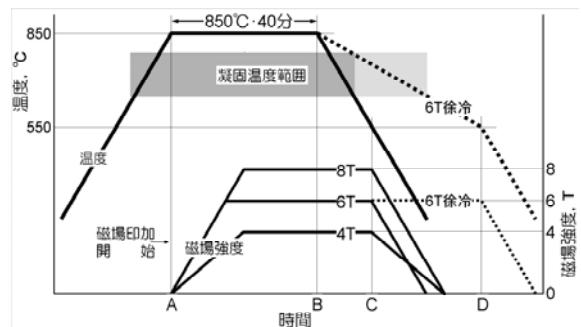


図 2 加熱溶解温度と印加磁場、時間の関係

低下するまで (図 2 の時間 C) 保持した後、低下させた。なお、磁場強度 6T の場合、凝固組織を成長させる目的で自然冷却だけでなく、磁場内加熱装置の入力を制御し、図 2 の点線で示す冷却速度を 1/3 とした徐冷過程での磁場印加実験を行った。この場合は温度が 550 °C に低下する時間 D まで、磁場を印可した。

凝固後の供試材は、縦に二分して断面のマクロ組織を観察するとともに、同一断面のマイクロ組織観察及び EPMA 観察を行った。

また、4T の磁場印加前後の供試材の内部の状態を X 線透過試験及び X 線 CT により確認した。

3 結果及び考察

無磁場 (0T) 及び 4T、6T、8T の磁場中で供試材を溶融・凝固させた Al-5%Fe 合金試料を中心から縦に二分した断面のマクロ組織写真を図3に示す。観察位置は、試料底部から 25mm までの断面領域である。これらの断面観察から、Al-5%Fe 合金基地組織中に黒色を呈した長さ数 mm から 10mm 程度に成長した細長い辺状又は針状の組織が観察される。この組織は磁場なし (0T) の場合、その配置に方向性はなく、ランダムに配置していることが分かる。しかし、磁場ありの 4T、6T、8T の場合には方向性が認められ、辺状又は針状の組織の多くが上向きの磁場に対して垂直な水平方向に配列していることが確認できた。なお、白色に観察される部位は、引け巣であって磁場なしの場合に多く観察される。

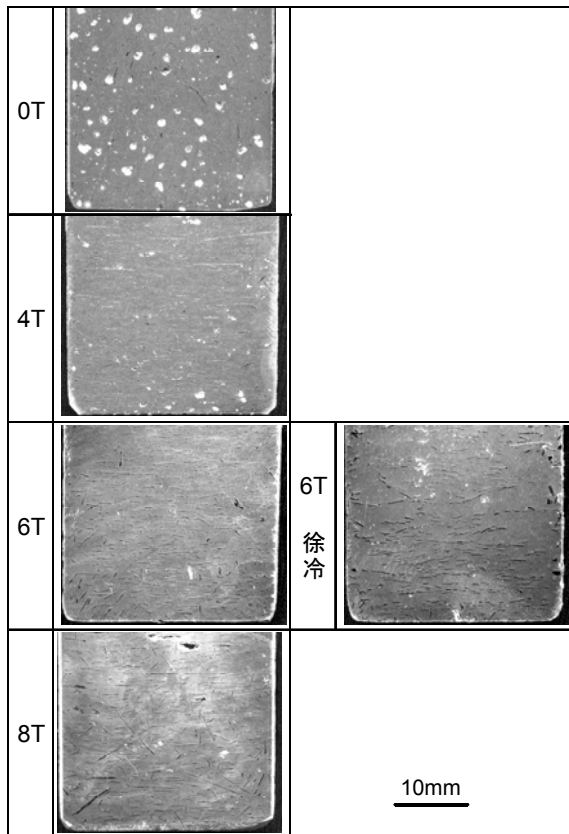


図3 磁場中で溶融凝固させた Al-5%Fe 合金のマクロ組織 (数字は磁場強度)

- ・観察領域は縦 25mm、横 26mm
- ・縦方向：試料底部から 25mm の領域
- ・横方向：試料中心から左右 13mm の領域
- ・磁場印加方向：図中、上向き (重力と逆向き)

しの場合に多く観察される。

マクロ組織を観察した試料断面におけるミクロ組織の写真を図4に示す。撮影倍率は 50 倍で観察した。磁場方向は写真上向きで、重力方向と逆である。磁場なし、磁場ありの試料ともに多くの長い辺状又は針状の組織があり、所々にデンドライト状組織が認められる。長い辺状又は針状の組織はデンドライト組織に隣接又は囲まれて存在している状態が観察される。磁場なし試料の場合には、長い辺状又は針状の組織に方向性は認められないが、磁場ありの場合には、磁場と垂直の方向によく伸び、方向がそろっている割合が高いことが分かる。また、基地組織中には非常の多くの微細な線状組織が存在しているが、この線状組織には磁場による明確な影響は認められない。なお、

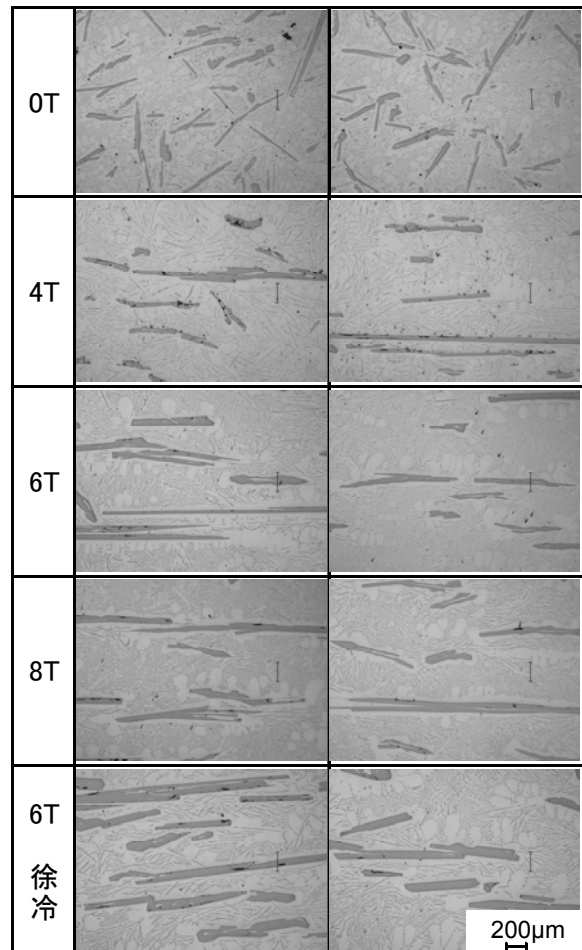


図4 磁場中で溶融凝固させた Al-5%Fe 合金のミクロ組織 (数字は磁場強度)

- ・磁場印加方向：図中、上向き (重力と逆向き)

小さく黒色に観察される部位は空洞である。

大きく成長した辺状又は針状の組織と基地組織中の微細な線状の組織は、Fe-Al 二元系状態図⁹⁾及び Al-5%Fe の冷却曲線から、前者が Al-5%Fe の熔融状態から 790℃強で初晶として最初に晶出した Fe-Al 金属間化合物(主に FeAl₃)であり、後者は 650℃強で α Al と Fe との共晶反応による組織であると考えられる。

6T、8T の磁場を印可して磁場中凝固させた試料の EPMA 解析結果を図 5 に示す。6T、8T 及び 6T 徐冷の磁場印加試料の解析から、水平方向に大き成長した辺状又は針状の組織は、Fe と Al とから構成されていることが確認できた。また、所々に観察されるデンドライト状の組織は、EPMA 解析から、Fe をほとんど固溶していない Al であることが認められる。Al-5%Fe の成分組成は Fe-Al 二元系状態図の亜共晶側に位置するため、Al が α Al としてデンドライト晶出するためには過冷が必要になる。図 4 の 6T 及び 8T のマイクロ組織写真と図 5 の解析結果から認められるように Al は Fe-Al 金属間化合物に隣接し、又は Fe-Al 金属間化合物を取り囲むように存在している。このため、この組織は先に晶出した Fe-Al 金属間化合物が磁場により配向し、これが核となって周囲に α

Al の結晶が成長し、さらに樹枝状に晶出したものと推定できる。

また、凝固温度範囲における冷却速度を 1/3 に制御した 6T 徐冷試料の場合、図 3 に示したマクロ組織写真から、黒色を呈した組織である Fe-Al 金属間化合物がより太く明瞭になっていることが観察される。さらに、図 4 のマイクロ組織写真及び図 5 に示した自然冷却の試料と比較すると、Fe-Al 金属間化合物の成長は磁場と垂直な方向への成長ではなく、磁場方向に太く成長して面積が大きくなっていることが認められる。このため、徐冷の場合には磁場と垂直方向への結晶成長よりも、磁場方向への結晶成長が促進されると考えられる。

図 6 に X 線透過試験と X 線 CT による観察結果を示した。4T の磁場印加前後の X 線透過試験結果と 4T 磁場印加後の二分の一断面上部の引け巣を含んだ距離 1mm の領域を磁場方向に 0.1mm ピッチでスキャンして得られた断面の X 線画像である。X 線透過試験結果から 4T の磁場印加前後で引け巣の形状が変化し、磁場と垂直方向に扁平に引き延ばされる力を磁場と垂直の方向に受けることが確認できた。また、0.1mm ピッチ断面の X 線画像から Fe-Al 金属間化合物の形状が直線状に成長した柱状組織であることが分かった。

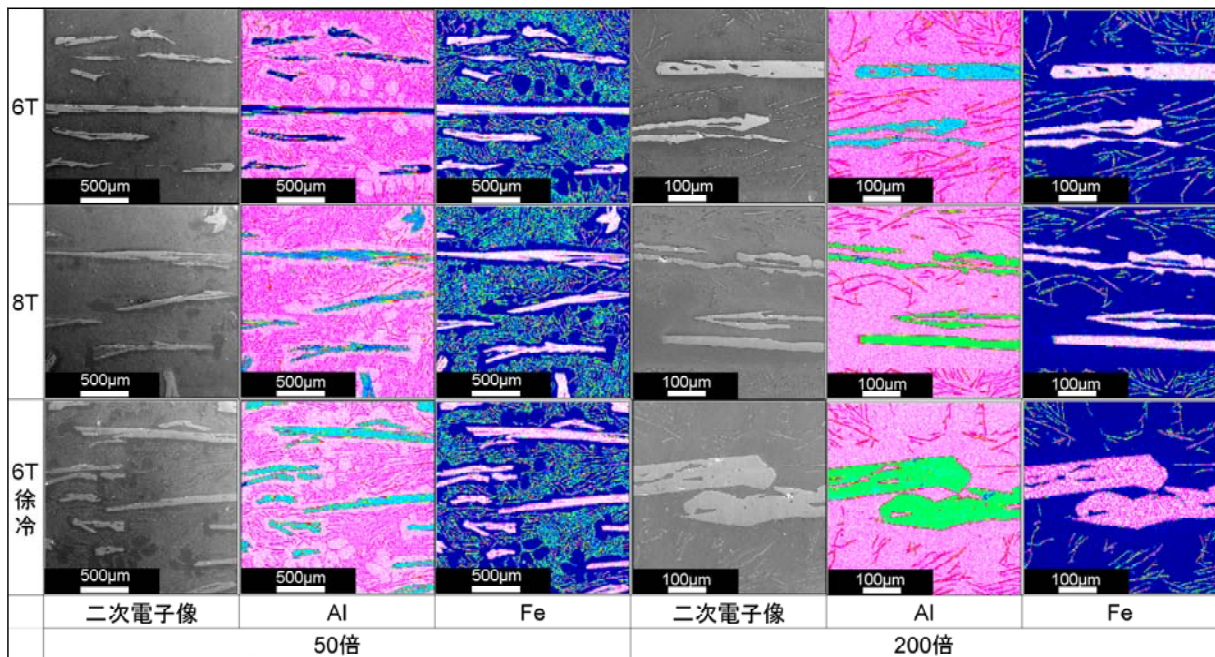


図 5 磁場強度 6T 及び 8T を印加して磁場中凝固させた Al-5%Fe 合金試料の EPMA 解析画像

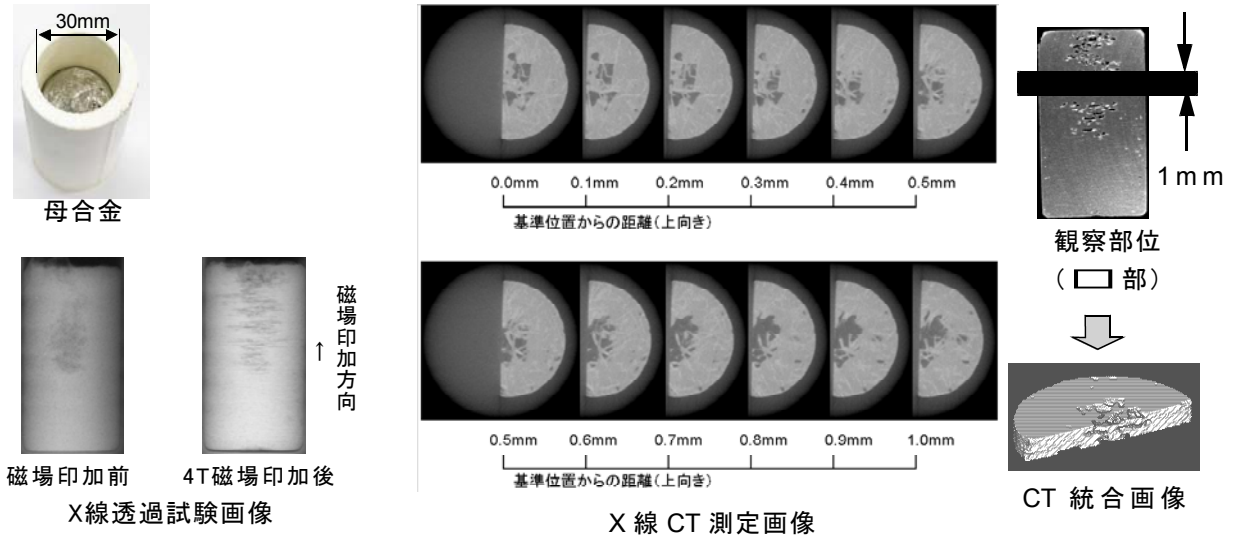


図6 Al-5%Fe合金試料の4T印加前後のX線透過試験結果と4T印加後のX線CT測定結果
X線CT測定は、観察部位(右上図の1/2断面上部の厚さ1mmの部位)を0.1mm間隔で走査した。

図3のマクロ組織、図4のミクロ組織、図5のEPMA解析、図6のX線CT測定結果から、4T、6T、8Tの磁場中でのAl-5%Fe合金の熔融・凝固により、Fe-Al金属間化合物を磁場と垂直方向に配向分布させることができることが分かった。

このように、組織の構成要素であるFe-Al金属間化合物を磁場によって分散して配向分布させることができることから、磁性の異なる各種の金属材料を用いた磁場中での複合化により、組織配向を利用した新たな材料製造法を開発できる可能性を見出すことができた。

なお、Fe-Al金属間化合物の磁場による配向前後の機械的性質の変化及び配向メカニズムの検討は今後の課題とする。

4 まとめ

Al-5%Fe合金に4T、6T及び8Tの磁場を上向きに印加して熔融・凝固させた結果、以下のことが分かった。

- (1) 晶出するFe-Al金属間化合物を磁場方向に対して垂直に分散配向させる磁場効果を見出した。
- (2) 磁場印加によりAl-5%Fe合金中に配向するFe-Al金属間化合物の形状は柱状であることを確認した。

謝辞

本研究を進めるにあたり、ご指導、ご助言をいただきました埼玉大学大学院教授の加藤寛先生に深く感謝いたします。

また、作製した試料のX線CTによる評価では東葛テクノプラザ研究員の蓮見薫氏に大変なご支援を受けました。記して感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 森本良一, 走出 真, 永井 寛, 青柿良一: 銅めっきに対する磁場効果の空間パワースペクトルによる検討, 表面技術, **53**, 7(2002)453
- 2) 佐竹健太, 永井 寛, 米持真一: 磁気を利用した効率的な大気浄化材料の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **2**, (2004)137
- 3) 杉山敦史, 走出 真, 森本良一, 永井 寛, 青柿良一: 強磁場中における電気化学的析出法を用いた単結晶成長と機能性複合膜形成, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **2**, (2004)162
- 4) 永井 寛, 井上裕之, 松浦 誠: 磁場を利用した材料の組織制御, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **4**, (2006)123
- 5) O. A. バニフ, 江南和幸, 長崎誠三, 西脇醇: 鉄合金状態図集(アグネ技術センター)(2001)4