

磁場を利用した材料の組織制御

永井 寛* 井上裕之* 松浦 誠**

Research of Material Structure Control Using Magnetic Field

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

抄録

アルミニウムに強磁性体である鉄を 1.0、2.0、4.5mass % 添加した材料を電気炉により溶製した後、無磁場 (0T) 及び磁場強度 2T、4T の環境中において再溶融・凝固させ、添加元素の挙動変化や溶融金属の流動、結晶配向への磁場の影響について検討した。

Al-4.5mass%Fe (以下 Al-4.5%Fe) 合金の凝固組織は、アルミニウム基地への鉄の固溶がほとんど認められず、アルミニウム基地中に粗大な初晶のアルミニウム-鉄金属間化合物の生成と微細針状のアルミニウム-鉄共晶の晶出が見られた。この合金への磁場による影響として、鉄元素の拡散が進行してアルミニウム-鉄共晶の晶出密度が高くなる傾向が認められた。また、磁場強度 4T の場合、アルミニウム-鉄金属間化合物が磁場方向に垂直に配向した組織の形成が認められた。

キーワード：アルミニウム，鉄，磁場中凝固，磁場効果

1 はじめに

材料開発では新機能の発現が目標の一つである。このための手法として材料組織の微細化や結晶組織の配向等の組織制御が考えられる。

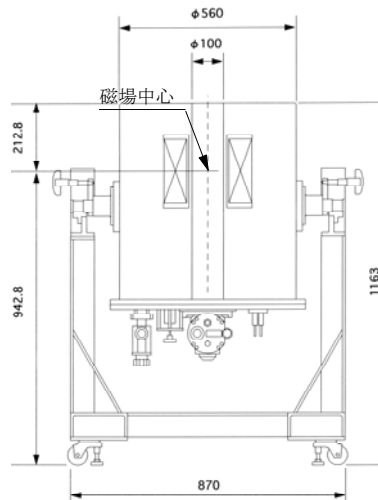
これまで、著者らは磁場効果に関する研究により、磁気めっき等の金属表面反応に磁気対流や磁気異方性を利用して結晶配向、結晶成長や電析形状を制御できる可能性を示してきた^{1), 2), 3)}。

そこで、本研究では、金属材料の機能性向上を目的として、アルミニウム合金を検討の対象材料として、その溶融・凝固過程に磁場を適用することから、組織や結晶配向への磁場印加の影響について検討した結果を報告する。

2 実験方法

2.1 磁場内加熱装置の作製

磁場印加環境下で金属材料の溶融・凝固を行うため、超伝導マグネットにより磁場を与え、超伝導マグネット内部に配置可能な水冷ジャケットを



設けた磁場内加熱装置 (最高加熱温度：850 °C) を作製した。用いた超伝導マグネットの形状を図1に、作製した磁場内加熱装置の形状を図2に示す。試料は磁

図1 超伝導マグネット装置

* 材料技術部

** (株) 田島軽金属

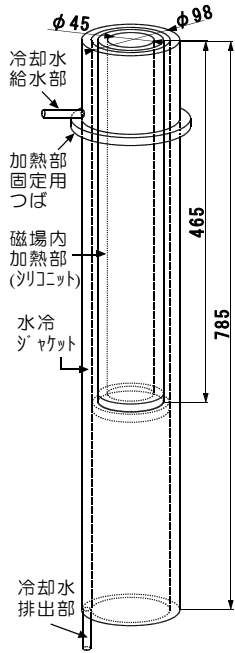


図2 磁場内加熱装置

場内加熱装置内部に置いたるつぼで加熱・熔融した。なお、超伝導マグネットの磁場中心はるつぼ底部から20mmの高さに調整した。

2.2 Al-Fe母合金の溶製

磁場印加の影響を検討するためにアルミニウムに配合する合金材料には強磁性体の鉄を選定し、母合金を溶製して実験に供した。母合金とする Al-Fe 合金中の Fe 濃度は、磁場内加熱装置の最高加熱温度が 850 °C

であること及び Fe-Al 系状態図⁴⁾から、最高加熱温度 850 °C において 50 °C 以上の過熱温度を確保することができる融点 800 °C 以下となる濃度範囲を検討し、1.0、2.0、4.5 % の 3 条件とした。

母合金の溶製は抵抗加熱式電気炉を用いて大気中で行った。溶解材料には 99.99% Al と Al-50% Fe 合金を用い、所定の配合材料を磁場印加溶解用の内径 30mm 高さ 100mm のマグネシアるつぼに入れ、1250 °C に加熱して 30 分間保持し、炉内で凝固させた。

なお、4.5 % Fe 試料の母合金の場合、上記と同一の方法で溶製した母合金のほか、内径 40mm 高さ 100mm のマグネシアるつぼを用いて抵抗加熱式電気炉により溶解した溶湯を磁場印加溶解用るつぼ (内径 30mm 高さ 100mm のマグネシアるつぼ) に移し替え、大気中で凝固させて溶製した母合金も作製した。

2.3 Al-Fe合金への磁場印加

母合金の溶解及び磁場印加実験の条件を表 1 に示す。磁場印加実験では再溶解温度を 850 °C とし、40 分間保持した。この間、無磁場 (0T) 及び磁場強度 2T 及び 4T まで印加し、磁場による組

表 1 溶解及び磁場印加実験条件

		アルミニウム-鉄合金の Fe 濃度 (mass%)		
		1.0	2.0	4.5
溶解保持温度		850 °C		
溶解温度保持時間		40 分		
磁場印加タイミング		炉内温度 850 °C 到達時から印加		
磁場印加開始から最大磁場強度までの到達時間		(2T の場合) 10 分 56 秒 (4T の場合) 21 分 48 秒		
磁場強度	磁場なし	0T		
	磁場あり	2T, 4T		
磁場印加方向		重力方向の逆 (加熱炉配置に対して上向き)		

織への影響を検討した。

磁場印加は炉内雰囲気温度が 850 °C に到達した時点から開始した。磁場印加開始から最大磁場強度 2T 及び 4T への到達にはそれぞれ 10 分 56 秒及び 21 分 48 秒を要した。

実験後の鑄造試料は、縦に二分して断面のマクロ組織を観察するとともに、中央部から試料を採取し、ミクロ組織観察及び EPMA 観察に供した。

また、磁場印加 (再溶解) の前後でマグネシアるつぼの外部から X 線透過試験を行い、るつぼ内合金部の非破壊観察を行った。

3 結果及び考察

3.1 磁場印加による Al-Fe 合金組織の変化

無磁場 (0T) 及び 2T、4T の磁場を印加した Al-4.5% Fe 合金のマクロ組織を図 3 に示す。

マクロ組織の観察部位は試料底部の 5mm を除いた試料上部側の縦 17mm × 横 10mm の領域である。この観察領域よりも上部側では、磁場強度 0T、2T、4T の試料ともに試料中央に引け巣が発生していた。

図 3 に示したマクロ組織の観察から、黒色を呈し、長さ数 mm に成長した多数の針状組織の存在が認められた。この組織は磁場なし (無磁場: 0T) の場合よりも、磁場強度 2T、4T の磁場あり

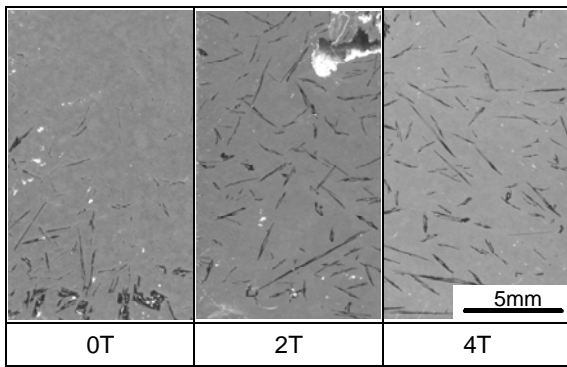


図3 Al-4.5%Fe合金のマクロ組織

各試料とも観察領域は縦 17mm、横 10mm
 縦方向：試料底部から 5～22mm の領域
 横方向：試料中心から横方向 10mm の領域
 磁場印加方向：図中、上向き
 重力方向：図中、下向き
 (磁場強度 2T の試料上部には引け巣が観察される。)

の場合の方が試料の下部から上部にわたりより広範囲に、より多く生成していることが観察された。

この粗大な針状組織及びその周辺組織を EPMA により解析して二次電子像を図4に、Fe 及び Al のマッピング像を図5に示した。

これらの結果から、粗大な針状組織における主要元素は Fe であり、また、濃度は低いが Al の存在も認められた。Fe-Al 系状態図⁴⁾によると Fe 濃度 4.5% の場合、初晶として FeAl₃ 金属間化合物が晶出する。このことから、粗大な針状組織は Fe と Al の金属間化合物であると考えられる。

図5に示した粗大な Fe-Al 金属間化合物の周辺に観察される微細な針状組織を EPMA により解析した結果を、図6の二次電子像、図7の Fe 及び Al のマッピング像に示した。

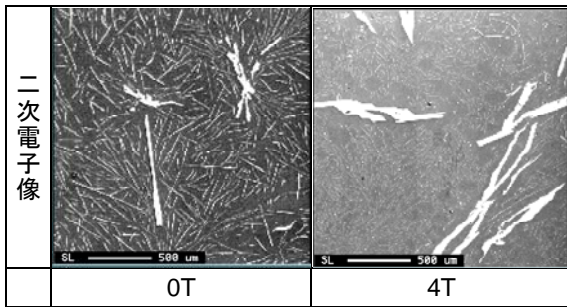


図4 Al-4.5%Fe合金における粗大な針状組織の二次電子像(左側：0T, 右側：4T)

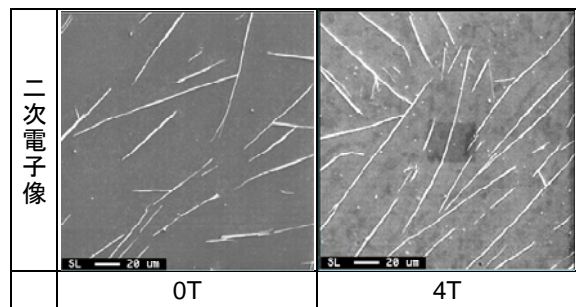


図6 Al-4.5%Fe合金における微細な針状組織の二次電子像(左側：0T, 右側：4T)

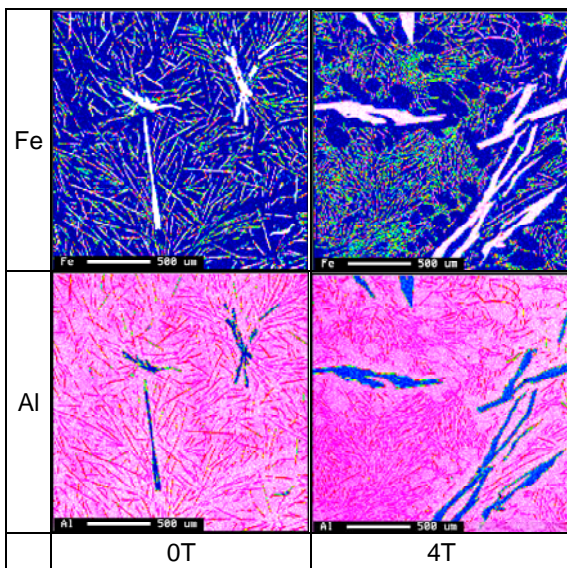


図5 Al-4.5%Fe合金における粗大な針状組織のFe, Alマッピング像(左側：0T, 右側：4T)

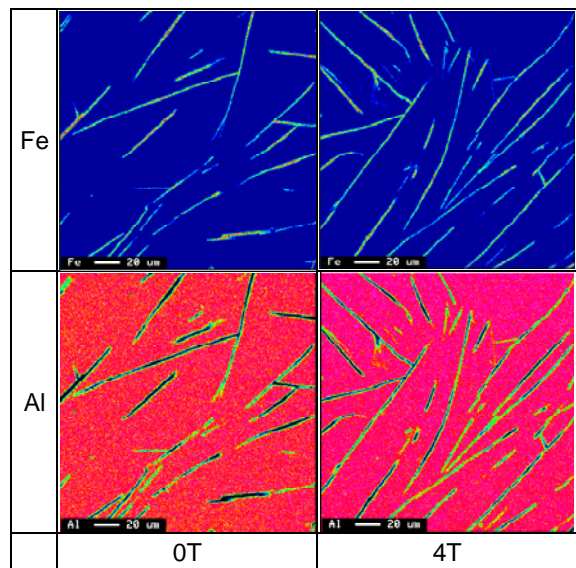


図7 Al-4.5%Fe合金における微細な針状組織のFe, Alマッピング像(左側：0T, 右側：4T)

図7から、Al 基地組織中には Fe はほとんど固溶しないことが確認できる。また、粗大な Fe-Al 金属間化合物周辺に観察される微細な針状組織は、Al と Fe から構成されていることが分かる。この Al と Fe とからなる微細な針状組織は Fe-Al 系状態図⁴⁾から、 α -Al と Fe との共晶であると考えられる。

また、この Al-Fe 共晶晶出過程への磁場による影響について、図5及び図7に示した Fe のマッピング像から考察すると、磁場印加により、Fe の拡散がより進行し、Al-Fe 共晶の晶出サイトが増加することから共晶組織が細化している可能性が考えられる。なお、この点の解明には局所的定量分析等による解析が必要であり、詳細については今後検討を進めることとする。

3.2 Al-4.5%Fe母合金の組織均一化と磁場効果

本研究で溶製した Al-4.5%Fe 母合金について、磁場印加用るつぼを用いて電気炉内で凝固させた試料 A と電気炉での溶解後に磁場印加用るつぼに溶湯を移し替えて大気中で凝固させた試料 B の磁場印加前及び磁場印加後 (4T : 試料記号 B2)

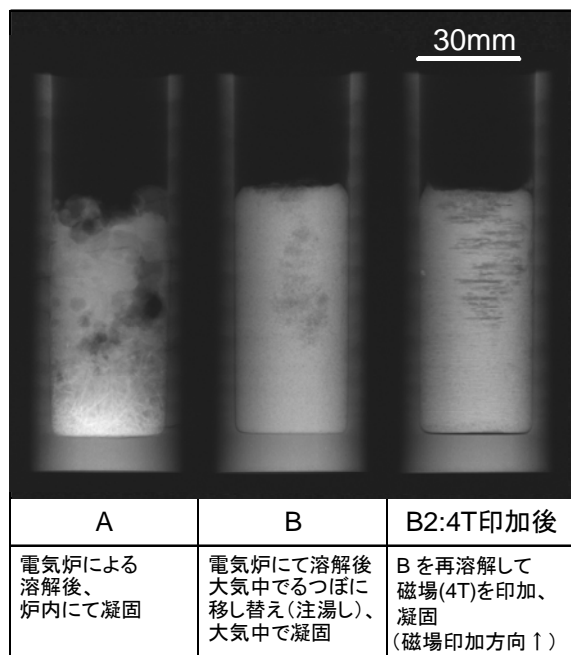


図8 製造過程の異なるAl-4.5%Fe母合金試料A及びB並びに試料Bに4Tの磁場印加後の状態(試料B2)のX線透過写真

における X 線透過写真を図8に示した。

X 線透過写真では高密度部位は白色に、低密度部位は黒色に観察される。例えば、同一厚さの均一材料では同一の黒色濃度(黒化度)を示す。均一な黒化度領域内に黒化度の異なる領域があれば、当該部位は密度が異なり、例えば空洞部であると判断される。

図8の試料 A の底部には白色部位が観察される。この白色部位の X 線透過写真を詳細に観察すると、針状に大きく成長した形状の組織から構成されていることが認められた。この部位は白色を呈することから周辺組織よりも高密度であり、試料 A の組成が Al-4.5%Fe であることから、Fe を主成分とする組織により構成されていると推定できる。そこで、試料 A の底部のマクロ組織観察及び EPMA 解析を行ったところ、図3及び図4に示した粗大な針状組織と類似の組織であることが分かった。すなわち、この白色針状組織は溶解後の炉内冷却時に初晶として生成して粗大に成長し、溶湯中で凝固・沈殿したことから試料底部に集中して観察される Fe-Al 金属間化合物であると考えられる。

一方、試料 B には X 線透過写真から明確に観察されるほどの粗大な針状物質の存在は認められない。これは Fe-Al 金属間化合物は生成するが、周囲の組織全体の凝固速度が速いために Fe-Al 金属間化合物は大きく成長する前に全体の凝固が完了したことによると推定できる。

また、図8における試料 A、B の比較から、電気炉内で溶融・凝固させた試料 A が、より大きな空洞部を含んでいることが分かる。電気炉内で溶融・凝固させた Fe 濃度 1.0%及び 2.0%の母合金試料の場合においても、X 線透過写真からほぼ同程度の空洞部の存在が認められた。

以上のことから、母合金の製造は組織均一化の点から、試料 B の方法が望ましいと考えられる。

また、試料 B2 の X 線透過写真に示されるように 4T の磁場印加により試料 B の空洞部が形態を変えて水平後方へ引き延ばされ、薄層化した様相が観察された。空洞部下方組織の X 線透過写真か

らも広範囲にわたる水平方向の縞状濃淡模様が観察された。この模様は異なる密度の組織が水平方向に配列していることを示している。このことはるつぼ内で熔融した材料が凝固時に磁場方向に対して垂直な方向の力を受け、この作用する力が密度の異なる組織に対して異なる影響を及ぼした結果であろうと推定することができる。

そこで、試料 B2 を縦に二分し、試料底部の 5mm を除いた縦 21mm 横 28mm の領域を切り出し、断面のマクロ組織を観察した結果を図 9 に示した。図中に観察される白色部は引け巣である。組織中に長さ 1mm に満たない程度の片状組織と長さ数 mm の粗大な針状組織が観察された。図の周辺部を除くとこれらの組織配置には明確に方向性を有し、上向きの磁場方向に対してほぼ垂直な配向を示した。このように配向した組織を EPMA により解析すると、図 4 及び図 5 に示した粗大な針状組織と同様の結果が得られ、初晶の Fe-Al 金属間化合物であることが分かった。

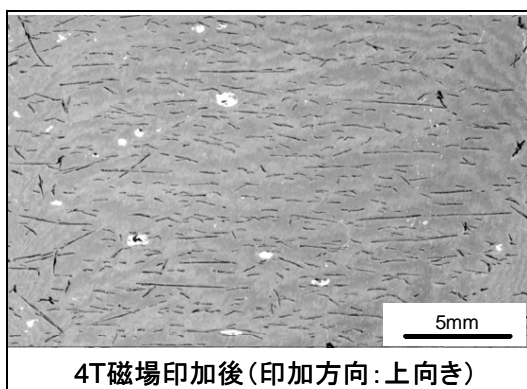


図 9 電気炉溶解後、溶湯を移し替えて作製した母合金 (Al-4.5%Fe) への磁場の影響 (磁場強度: 4T, 磁場印加方向は図中、上向き)

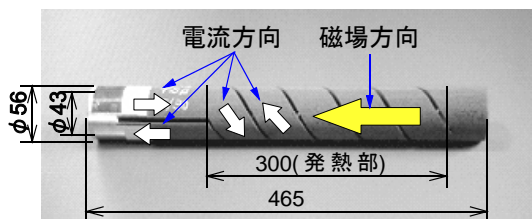


図 10 シリコン窒素発熱体の形状及び寸法と電流の流れる方向、発熱部の長さ及び磁場の印加方向

図 10 に磁場内加熱装置の加熱装部であるシリコン窒素発熱体の形状と寸法、電流方向、磁場印加方向を示した。スパイラル状の発熱体が往復する構造で最大 6.3kW の直流電流が流れる。Fe-Al 金属間化合物の磁場による組織の配向は、4T の磁場とこの電流との相互作用により Al-4.5%Fe 合金における Fe-Al 金属間化合物の晶出過程に作用した磁場効果により生じたと考えられる。

4 まとめ

4.5mass%の鉄を添加したアルミニウム溶湯に 2T 及び 4T の磁場を印加して磁場中で凝固させ、凝固組織に対する磁場の影響を検討した結果、以下のことが判明した。

(1) Al-4.5%Fe 合金の熔融・凝固時への 2T 及び 4T の磁場印加により、Fe の拡散が進行する磁場効果が確認できた。

(2) Al-4.5%Fe 合金の熔融・凝固時への 4T の磁場印加により、Fe-Al 金属間化合物を磁場方向に対して垂直に配向させることができた。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、御指導と御助言いただきました埼玉大学工学部教授の加藤 寛先生に深く感謝いたします。

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) 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