

# 液体急凝固装置の性能と急凝固 Fe<sub>75</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>15</sub> 合金の作製条件

中川 恵友・金谷 輝人・森 保之\*・石居 佑斗

岡山理科大学工学部機械システム工学科

\*岡山理科大学大学院機械システム工学専攻

(2008年9月20日受付、2008年11月7日受理)

## 1. 緒言

近年、地球温暖化対策と関連して世界的に CO<sub>2</sub> 排出量削減が重要な課題となっている。これに伴い、自動車などの大型輸送用機器の軽量化・省エネルギー化が急速に進められており、今後も低燃費で環境に優しいエコカー（ハイブリッド車、電気自動車等）の需要増加が予想される<sup>(1)</sup>。

ところで、自動車には多数の各種モーターが使用されており、現在、これらに組み込まれている磁芯材料の大部分はケイ素鋼板である。これは、ケイ素鋼板が、特に優れた軟磁性特性をもつことによる。

これまで、急凝固 Fe 系合金材料は、鉄損、即ち電力交換の際のエネルギー損失が極めて小さいことや、高い飽和磁束密度を有する等、優れた軟磁性特性をもつことが知られており多数研究報告がある<sup>(2)</sup>。今後更に、磁芯材料を急凝固 Fe 系合金等の新材料により高性能化できれば、自動車の大幅な軽量化・省エネルギー化を実現することが可能である。

本研究では、岡山理科大学工学部に設置された液体急凝固装置（日新技研製 NEV-A3）および超小型真空アーク溶解装置（日新技研製 NEV-AD03）の基本性能を調べ、均一形状な急凝固 Fe<sub>75</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>15</sub> 合金の連続薄帯の作製条件について、主として、ロール回転数、噴出温度を種々変化させて詳細に検討した結果を報告する。

## 2. 単ロール液体急冷法の原理<sup>(3)</sup>

急凝固 Fe-Si-B 系合金の作製には、 $1 \times 10^6 \text{ } ^\circ\text{C/s}$  以上の冷却速度が必要であり、主として、液体急冷法が用いられる。これは溶融した金属および合金を急速に冷却して過冷させ、その構造を凍結させてアモルファスとする方法を総称して液体急冷法 (melt quenching) と呼ぶ。工業的に生産が可能な液体急冷法には、(a) 遠心法、(b) 単ロール法、(c) 双ロール法等があり、いずれも薄帯を連続的に生産することができる。各種液体急冷法の原理図を図 1 に示す。

単ロール液体急冷法は、冷却用回転ロール上で溶融液体を薄く引き伸ばし急凝固させアモルファス合金を作製する方法である。この場合の冷却速度は、同一合金の場合、主として、冷却用回転ロールの材質（熱伝導度、熱

容量等）と融体の厚さにはほぼ依存し、融体の厚さは噴出量（ノズル孔寸法と噴出圧力に依存する）と回転ロールの周速度との相互関係によりほぼ決定される。一方、合金の異なる場合には、噴出時の融体の性質（熱伝導度、熱容量、粘度、密度など）にも依存する。また、重要な因子として融体と接触する冷却板との間の熱伝達係数がある。

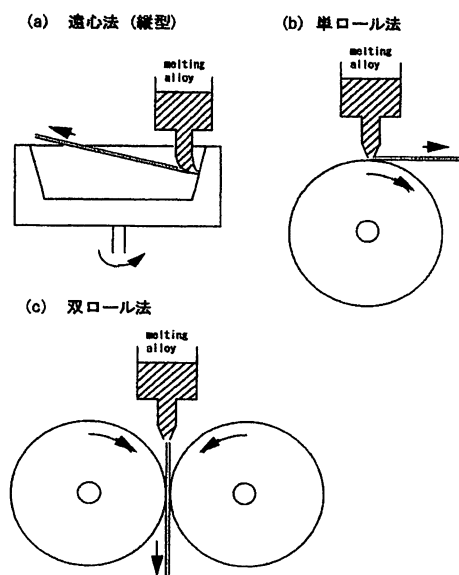


図 1 各種液体急冷法の原理図

ノズル孔から噴出した融体（温度  $T_1$ ）が  $T_0$  の温度をもつ冷却板と接するとき、厚み  $t$  の融体と冷却板との間の伝達過程は、熱伝達係数  $h$  により次の3つに分類される<sup>(3)</sup>。

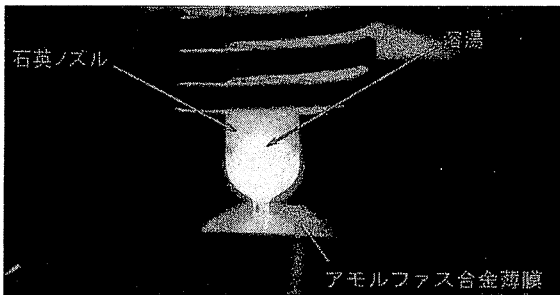
- ① 理想冷却の場合：冷却板と融体が理想的に熱接触して界面での熱伝達抵抗がない、 $h = \infty$  の場合。
- ② ニュートン冷却の場合：冷却板と融体間の熱伝達抵抗が非常に大きく、融体からの熱の吸収がない、 $h = 0$  の場合。
- ③ ①と②の間の場合：熱伝達がある範囲で起こる、 $0 < h < \infty$  の場合。

通常、溶融体と冷却板の間には熱伝達抵抗（酸化皮膜、気泡等）が存在しているので、熱伝達は  $0 < h < \infty$  の理想的冷却とニュートン冷却の中間過程により進行していると

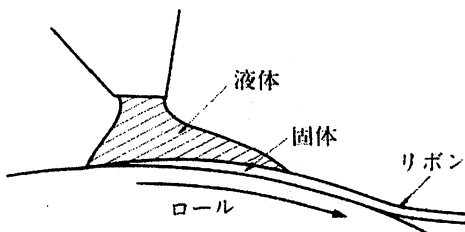
考えられる。この場合、冷却速度  $R$  (K/s)は次式(1)で表わされる。

$$R=h(T_f-T_0)/C_p\rho t \quad \dots (1)$$

ここに、 $C_p$ は融体の比熱、 $\rho$ はその比重、そして  $t$ は融体の厚みである。即ち、融体が同一で、 $T_f$ および  $T_0$ が一定である場合には、冷却速度  $R$ は、 $h$ に比例し、厚さ  $t$ に反比例する。単ロール法では、回転ロール(この場合、冷却板とみなす)上に熔融体を噴出するので、ノズルから噴出された熔融体は回転ロール上に湯だまり(パドル)を形成し、このパドル部分から凝固した薄帯が引き出される(図2(a), (b))。



(a) 急冷凝固  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$  合金薄帯形成の写真



(b) 合金薄帯形成の原理図<sup>(4)</sup>

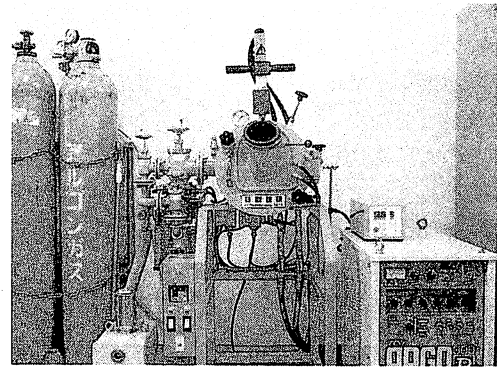
図2 急冷凝固  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$  合金薄帯形成の様子と合金薄帯形成の原理図

### 3. 超小型真空アーク溶解装置(NEV-AD03) および液体急冷凝固装置(NEV-A3)の概要と操作方法

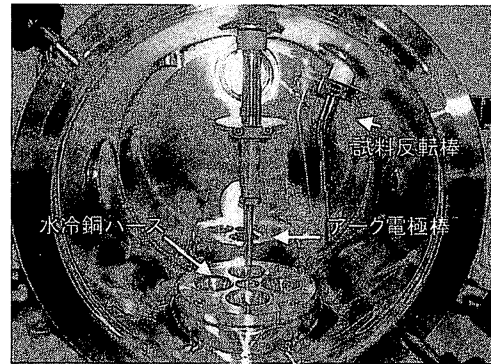
急冷凝固  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$  合金薄帯を作製するために、高純度  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$  母合金(以下、母合金と略記)を作製する必要がある。そこで、超小型真空アーク溶解装置(図3)を用いて母合金を作製した。高純度フェロボロン(以下、FHBと略記)および 99.999%Si の高純度純金属を溶解室内の水冷銅ハース(ハース形状: ボタン型  $\phi 25 \times t10$  (t: 深さ)を4個、 $\phi 12 \times t8$ を1個; 図3(b))にセットし、 $2 \times 10^{-3}$ Pa 付近

の高真空状態とした。その後、溶解室内をアルゴンガス雰囲気としてアーク溶解法による母合金の作製を行った。

アーク溶解では、ハース内にて合金を数回反転させ(試料反転棒, 図3(b))溶解を繰り返し行った。尚、この際、合金を完全に溶解させることが、その後の急冷凝固合金薄帯の作製において重要である。得られた母合金を図4に示す(形状: ボタン状、直径約 20mm、重さ約 10g)。



(a)装置外観



(b)溶解室内

図3 超小型真空アーク溶解装置 ((a)装置外観, (b)溶解室内)

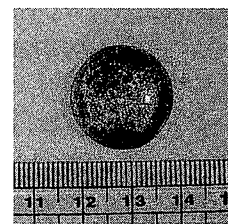
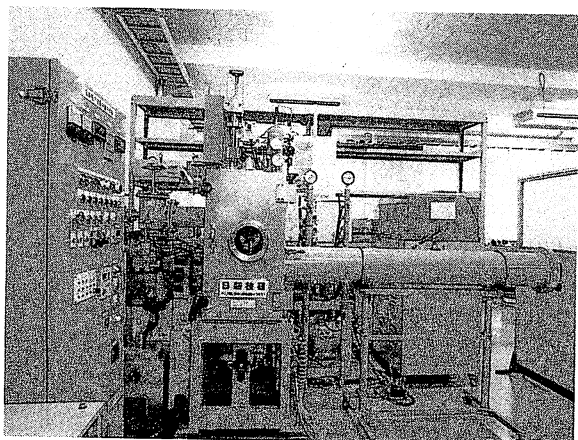


図4  $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$  母合金 (形状: ボタン状)

図5(a)および(b)は、単ロール法による液体急冷凝固装置の外観および装置本体内部の写真である。装置の構成は、本体と制御装置、本体に装着された飛行管から成る(図5(a))。均一形状の急冷凝固合金薄帯を作製するためには、本体内部を高真空状態にした後、アルゴンガス雰

雰囲気として母合金を所定の温度にて高周波溶解して熔融合金とし、高速回転する銅ロール表面に速やかに噴出し、急凝固合金薄帯を連続的に作製して飛行管内に送り出す必要がある。まず、母合金を挿入した石英ノズル（以下、ノズルと略記）を本体に装着する。この際、ノズル口先端部（矩形）の長辺側をロール回転方向に対して垂直に固定する。また、ノズル口先端部とロール表面との間隔を精密に調整する（本実験のノズル口先端部とロール表面との間隔は0.3mmである）。熔融合金の噴出は、本体内部を  $2 \times 10^{-3}\text{Pa}$  付近の高真空状態とし、その後アルゴンガス雰囲気とする。次に銅ロールを1800rpm~3000rpmの範囲にて高速回転させ（本装置の最高回転数は5000rpmである）、同時に母合金を1200℃~1500℃の温度範囲にて高周波溶解を行った（本装置の最高加熱温度は1550℃である）。この際、熔融合金の表面温度の測定は、装置上部に設置された放射温度計（CHINO製IR-CAQ）により行った。

熔融合金は、高速回転する銅ロール表面に噴出（本実験の噴射圧力は0.4Paである）され、急凝固  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  合金薄帯が連続的に飛行管内に放出される。図6は、ロール回転数が2800rpmの場合、母合金を1450℃より噴出して作製された急凝固  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  合金薄帯の写真である。

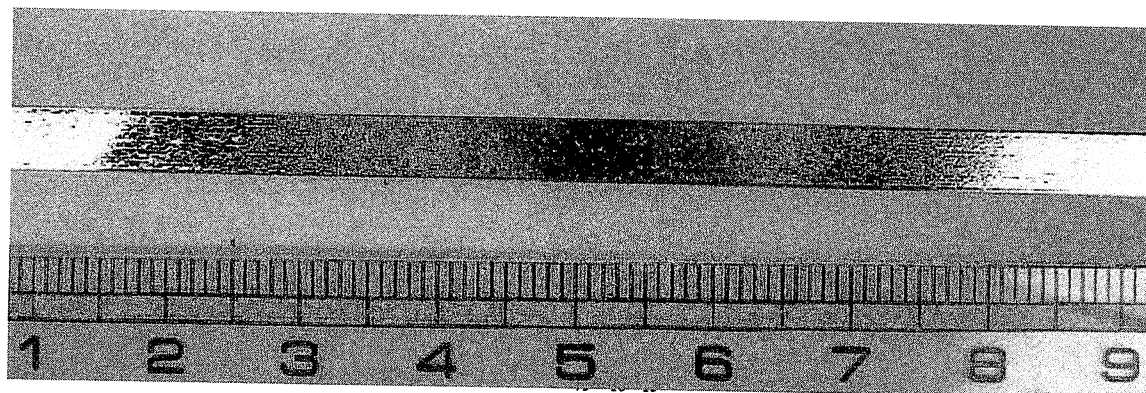


(a)装置外観（本体と制御装置、筒部は飛行管）



(b)装置本体内部

図5 液体急凝固装置 (NEV-A3 型) ((a)装置外観, (b)装置本体内部)



#### 4. 実験結果

図7は、1400℃、1450℃および1500℃の各噴出温度にて作製された急冷凝固  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  合金薄帯について、ロール回転数と合金薄帯の平均厚さとの関係を示す。いずれの噴出温度の場合もロール回転数の増加に伴い、合金薄帯の平均厚さは減少している。また、噴出温度が増加するに伴い、グラフは全体的に低下しており、即ち、噴出温度の増加と共に合金薄帯の平均厚さは減少することが判った。これは、熔融合金とロールとの接触状態が大きく影響していると考えられる<sup>6)</sup>。以上の結果から、本実験では、ロール回転数が1800rpm~3000rpmの場合、噴出温度が1400℃~1500℃の範囲にて、幅約5mm、平均厚さが約25 $\mu\text{m}$ ~約50 $\mu\text{m}$ の急冷凝固  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  合金薄帯の作製が確認された。

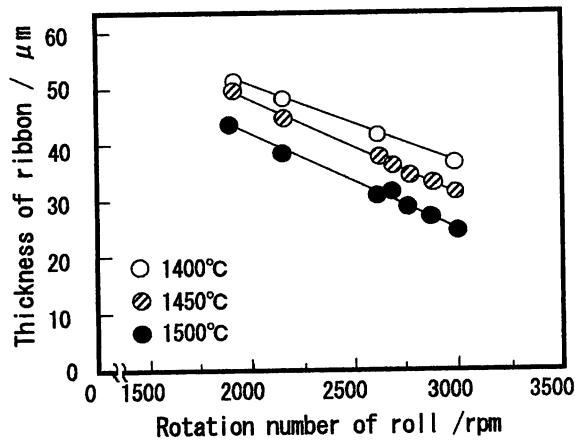


図7 ロール回転数と急冷凝固  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  合金薄帯の平均厚さとの関係

#### むすび

超小型真空アーク溶解装置(NEV-AD03)および液体急冷凝固装置(NEV-A3)について、各装置の基本性能と急冷凝固  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  合金薄帯の作製条件について調べた。

超小型真空アーク溶解装置(NEV-AD03)および液体急冷凝固装置(NEV-A3)の基本性能を確認すると共に、各装置により母合金の作製と急冷凝固  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  合金薄帯の作製を行った。急冷凝固  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  合金薄帯の作製条件について、ロール回転数と噴出温度を種々変えて詳細に調べた。その結果、ロール回転数の増加に伴い、合金薄帯の平均厚さは減少することが確認された。また、噴出温度が増加するに伴い、合金薄帯の平均厚さが減少することが確認された。以上について、今後、更に詳細な調査を行う予定である。

#### 謝辞

本研究を遂行するにあたり、ご協力頂いた学生諸氏ならびに高純度 FHB のご提供を頂いた日本電工(株)畑山様に感謝の意を表します。

#### 参考文献

- 1) 鈴木淳史編:エコマテリアルハンドブック, (2006) pp.105-107.
- 2) T. Naohara : The Effect of Metallic Elements on the Crystallization Behavior of Amorphous Fe-Si-B Alloys, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS VOL 27A (1996) pp.3424-3430.
- 3) 増本 健, 鈴木謙爾, 藤本啓安, 橋本功次:アモルファス金属の基礎 (1982) pp.14-18.
- 4) 水谷宇一郎, 星野善樹, 山田 裕:アモルファス合金作成の手引き(1987), p.7.
- 5) 森 保之, 中川恵友, 金谷輝人, 古都 瞬, 亀井靖典: 日本金属学会春期大会講演概要集 (2008), p.233.

## Performance of the Melt spinning apparatus and Fabrication conditions of rapidly solidified $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ alloy

Keiyu NAKAGAWA, Teruto KANADANI, Yasuyuki MORI \* and Yuto ISHII

*Department of Mechanical Systems Engineering,*

*Faculty of Engineering,*

*\*Graduate School of Engineering,*

*Okayama University of Science,*

*1-1 Ridai-cho, Okayama 700-0005, Japan*

(Received September 20, 2008; accepted November 7, 2008)

A rapidly solidified alloy ribbon was fabricated by using a melt spinning apparatus (NEV-A3) and a vacuum arc melting apparatus (NEV-A03), which were newly installed in Faculty of Engineering of Okayama University of Science. The melt spinning apparatus comprised a main trunk and a controller that had high performance in the mechanics of rotation and the high-frequency melting. The rapidly fabrication condition from the melting alloy to the solidified  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  was related to the conditions of the roll rotation number and the jetting temperature, respectively. The mean thickness of rapidly solidified  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  alloy ribbon decreased continuously with an increase in the roll rotation number but a decrease in the jet temperature. The condition of the interface between the melting alloy and the rotating roll surface is thought to be affected by the change in the mean thickness of the rapidly solidified  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  alloy ribbon.

**Keywords:** melt spinning technique; arc melting; rapidly solidified  $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$  alloy; amorphous ribbon thickness; cooling model.