静磁場印加電磁浮遊法による超高温耐熱材料の高精度密度計

Precise density measurement of high-temperature materials by electromagnetic levitation with static magnetic fields

学習院大·理 渡邉匡人,青柳智勇,丹野浩光,水野章敏, 東北大·多元研 福山博之,小畠英和 東北大·金研 淡路智

M. Watananbe¹, T. Aoyagi¹, H. Tanno¹, A. Mizuno¹, H. Fukuyama², H. Kobatake², and S. Awaji³ ¹ Department of Physics, Gakushuin University ² Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials, Tohoku University ³ Institute of Materials Research, Tohoku University

1. はじめに

我々は,これまでに本共同利用研究を通し,東北大 多元研福山教授グループと共同で高温融体の密度の 精密計測手法を開発してきた.磁場中では,融体試料 でも表面振動が抑止されるため,固体状態での密度計 測の精度が融体状態の密度計測にも適応できる.また, 磁場中では,金属試料の並進運動が電磁力により抑止 されるため,浮遊試料位置が固定される.このため,磁 場中での電磁浮遊法を用いた密度計測では,融体の 表面振動を抑止しさらに試料位置を固定して測定でき ることが大きな利点である.この手法を利用し, Si 融体 が過冷却領域において最大密度をとることを明らかにし [1,2], さらにステンレス(SUS304)などの鉄鋼材料融体 密度の精密計測に成功してきた[3,4]. また最近では, 試料の冷却過程での密度変化を直接観測できる方法も 確立しつつある.この手法が確立できれば,融体からの 凝固,冷却過程での密度計測がおこなうことが可能とな る. 融体での密度精密計測の結果は凝固シミュレーショ ンに役立ち,さらに凝固過程と冷却過程での精密密度 計測は相変態時における体積膨張を検出できるため, 金属材料製造プロセスにおける組織制御に必要な情報 を与える.

このような測定技術開発と測定方法の蓄積から,本 研究では,電磁浮遊した高温試料に静磁場(~5T)を 印加し,試料の併進運動と融体試料における表面振動 を抑制し,Niベース合金や鉄鋼材料の密度を融体か ら低温の固体状態にかけて精密計測する手法を確立し, これらの材料のプロセス制御に役立てる熱物性データ ベースを構築することが目的である.このような目的を達 成するため平成20年度では,冷却過程での密度変化 の直接計測手法をSUS304等の鉄鋼材料を用いて確 立し,この手法を超高温耐熱材料であるNiベース合金 の密度を融体から個体まで連続して精密計測すること を目指した.装置の関係上,今年度において融体の測 定をおこなうことができなかったが,密度計測の精密化 のため変形のない固体試料を用いて試料形状の測定 の精密化をおこなった.これまでの研究で,静磁場印加 による表面振動抑止の効果を確認してきたが,並進運 動の抑止も密度計測精密化に必要であった.しかし, バックライト光の調整により試料が,変形を伴わない並 進運動であれば,密度計測に影響を与えないことを今 年度において確認した.また,非接触法による密度測 定の結果をアルキメデス法と比較し,非接触法による密 度測定の校正をおこなった.以上を用いて,鉄鋼材料 であるSUS304 固体試料の液相線温度近傍の高温での い密度計測をおこなった.

2. 実験

2.1 静磁場印加電磁浮遊装置

電磁浮遊法ではコイル内に試料を設置し、そのコイ ルに高周波をかけることで試料の浮遊力を得る。静磁 場を試料に印加するため、コイルを強磁場・超伝導材料 研究センターの超伝導マグネット(6T-CSM)内に設置し た。Ni 合金や SUS304 などの鉄鋼材料は質量が大きい ため大きな電磁力を印加しなくてはならず,このため試 料温度が上昇しやすく、冷却することが難しいという問 題があった. そこで, 試料に効率よく冷却ガス(He ガス) を拭きつけて冷却する方法を採用した.このため, Fig.1 に示すように石英管内に試料を配置し,この管の下方 から He ガスを浮遊している試料に直接噴きつけて冷却 できるようにした.この石英管には試料形状が正確に測 定できるように、平面窓が設置されており液滴形状を歪 むことなく観察できるようにした. 試料温度は 2 色放射 温度計(測定波長 900nm,1350nm)を用いて試料の下 方から測定した.

2.2 バックライト光学系の調整

高温の融体試料からの輻射による自己発光を用いて 液滴形状を観測すると、高温時と低温時で発光強度が 変化し、密度の温度依存性が高温領域と低温領域で異 なってしまう.また、磁場印加による液滴変形のメカニズ ム解明には、液滴形状のわずかな変化を計測する必要

があった.このため、試料後方から平行光に成形した レーザー光(532nm)を試料に照射し、試料前方から試 料の影を撮影して,液滴形状を観察するような観測系を 構築した. 通常のレーザー光を光源とした場合, レー ザー光強度がガウス分布をしているため, 平行光とした 場合にわずかに光の強度がことなり, 試料位置が変化 した場合, 試料のエッジの鮮明さが異なり, 歪んだ試料 形状として計測してしまう.このため、レーザー光の強度 をガウス分布から、フラットなパルス状強度へ変換する 光学系(製品名:πシェーパー, デルフトハイテック社製) を用いて、レーザー光をフラットな形状の強度分布に変 換し、ビームエクスパンダーで拡大し、平行光となるよう にしてバックライトとした. また, Ni 合金や鉄鋼材料では, 融体試料温度が高くバックライトのレーザー光よりも輻 射光のほうが強度が強いため,分可能 1nm の干渉フィ ルターをカメラ前方に挿入し, 試料からの輻射光をカッ トし液滴形状の影を撮影できるようにした.このようにし て, 撮影したベアリング用の Ni 合金固体球の計測結果 を Fig.3 に示す. 形状計測が正しくおこなえるかを確認 するために, 試料が融解しないよう温度は融点以下に 設定して観察した. Fig.3 からバックライトを用いることに より試料と背景の境界がより明瞭となっていることがわか る.この状態で冷却しながら試料形状を観察していった が,自己発光の場合には低温では強度が弱くなり観察 可能な温度領域が限られてしまったが,バックライトを使 用した場合には室温まで試料形状を観察することが可 能であった.この結果,バックライト光学系を用いること により、より正確な試料形状の観察が可能となり、また試 料温度によらない形状観察ができるようになった. さらに、 試料の並進運動による試料位置の変動に対しても,そ の影響を受けずに静止状態と同様の精度で密度計測 が可能となった.



Fig.1 バックライト光学系による浮遊試料形状観測シス テム

3. 実験結果と考察

3.1 固体試料密度の測定精度

以上のような計測光学系を用いて室温で SUS304 の密度測定をおこなった.試料は浮遊せずに,基板 上に設置して形状を計測し,質量を別途測定して密 度を算出した.また同一の試料をアルキメデス法に より密度測定をおこなった.この結果を Table1に まとめる.Table1にはそれぞれの測定での不確か さを併せて示した.この表より,バックライト光学 系を用いた形状計測とアルキメデス法による結果が 一致しており,校正の必要なく密度が算出できるこ とが確認された.

次に Ni 合金固体試料の高温で密度を測定した. 使用した Ni 合金は市販のベアリング用のものであ り組成は Ni:99%, Fe:0.4%, Mn:0.3%, Cu:0.2%, Si:0.3%, C:0.15%, S:<0.01% であり, ほぼ Ni で構 成されているが FeとCuが少量含まれているもので ある. この試料の密度の測定結果を Fig.3 に示す. この図には、同一の光学系を用いて、学習院大学の 電磁浮遊装置を用いて同一の試料を測定した結果を 併せて示してある. また, 過去の純粋な Ni 固体密 度の結果と比較すると、合金であるため密度の値は 合金なの大きくなっているが、温度係数はほぼ同じ である.この結果より、東北大学の磁場中で測定し た結果と学習院大学で磁場印加せずに測定した結果 で, 密度の測定結果が一致していることが確認され る. つまり, 浮遊装置を変えても密度を再現性良く 測定できることがこの結果からわかる.これは、レー ザー光の強度分布をフラットにしたことで、レー ザー光強度に対して試料位置をどこにしても良く なったので,正確な位置合わせをしなくても再現性 良く試料形状が計測できるようになったことが確認 された.



Fig.2 改良したバックライト光学系で撮影した Ni 合金球

 Table1 2 つの方法での SUS304 固体試料の室温での

 密度と不確かさ

Method	Density[x10 ³ kg/m ³]	Uncertainty [%]
EML with magnetic fields	7.90	5%
Archimedean method	7.91	1%



Fig.3 Ni 合金固体試料密度の温度依存性. 違う電磁 浮遊装置(学習院大と東北大)を用いて測定した結果

3.2 SUS304 固体試料の密度測定

上記で述べた方法で, SUS304 固体試料の密度を 融点近傍までの高温で測定した. ステンレス鋼は Fe-Cr-Ni を主成分としており、これらの組成により 高温での相変態が変化し、組織制御をおこなってい る.このため,相変態温度を知ることが重要である. 今回 SUS304 (C:<0.1%,Si:<1%,Mn:<1%, Ni:8%, Cr:18%, P,S:<0.1%) について、1170K から1700K ま で温度範囲において測定した.Niと同様に学習院大 学での静磁場なしでの測定結果と東北大学での 4T の静磁場を印加して測定した結果を併せて Fig.4 に示す.この図には過去に報告された結果[5]と熱力 学計算による相と相変態の温度も併せて示してある. この結果より, SUS304 密度の測定結果は, 過去の Mizukami らの報告例[5]と一致していることがわか る. また, K 付近での σ 相と σ+γ 相の変態温度と K 付近での σ+γ 相と γ 相の変態温度において, 密度の 温度依存性が変化しており,本測定により固体金属 の相変態を検出できることがわかり、本測定手法が 固体金属の相変態を検出できる程度精度を有してい ることも明らかとなった. 今回の測定では、測定温 度点が少ないが多くの温度において測定することに より,相変態温度を精度良く決定できるはずである.



Fig.4 SUS304 固体試料の密度の温度依存性. 過去に 報告された Mizukami ら[5]の結果を併せて示してある

4. まとめ

Ni 合金および SUS304 固体試料の密度を静磁場印 加電磁浮遊法により計測した.浮遊液滴形状を正確 に計測するためにレーザービーム強度をフラットに 変化し,平行光束にすることで試料位置の変動によ るエッジ検出のばらつきなくし,従来よりも精度よ く形状計測できるようにした.この結果,測定装置 などの条件に左右されず,浮遊試料の密度計測が可 能となった.SUS304 の密度測定では,過去の報告 と一致した測定結果が得られ,本手法により金属の 高温での相変態温度の検出が可能であることを明ら かにした.

謝辞

本研究の一部は,JST 先端計測分析技術・機器開 発事業と科研費(19560747)の助成を受けたもので あり感謝いたします.

参考文献

- M. Watanabe *et al.*, Faraday Discuss. 136 (2007) 279.
- [2] 渡邉ら,日本マイクログラビティ応用学会誌,24 (2009)印刷中.
- [3] T. Aoyagi et al., 18th ECTP (2008, Pau).
- [4] 青柳ら,日本鉄鋼協会第 156 回秋季講演大会 (2008, 熊本).
- [5]H.Mizukami *et al.*, ISIJ International, 40 (2000) 987.