

|              |  |
|--------------|--|
| Title        | 結晶成長を制御した強磁性合金繊維の製造に関する研究  |
| Author(s)    | 小野, 芳樹   |
| Citation     | 大阪大学, 1999, 博士論文   |
| Version Type |  |
| URL          | <a href="https://hdl.handle.net/11094/42945">https://hdl.handle.net/11094/42945</a>  |
| rights       |  |
| Note         | 著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a>〉</a> をご参照ください。 |

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

|            |  |
|------------|--|
| 氏名         | 小野芳樹   |
| 博士の専攻分野の名称 | 博士 (工学)  |
| 学位記番号      | 第 14842 号                                      |
| 学位授与年月日    | 平成 11 年 5 月 28 日                               |
| 学位授与の要件    | 学位規則第 4 条第 2 項該当                               |
| 学位論文名      | 結晶成長を制御した強磁性合金繊維の製造に関する研究                      |
| 論文審査委員     | (主査)<br>教授 大中 逸雄<br>(副査)<br>教授 南埜 宜俊 助教授 掛下 知行 |

## 論文内容の要旨

本論文は、溶融紡糸法による強磁性合金の繊維化と結晶方位の制御技術に関するものである。特に、回転液中紡糸法を用いた試みを発端に、実用化を目的とした新たな製造技術について述べている。本論文は 6 章から構成されている。

第 1 章は序論であり、従来の金属繊維の製造方法及び金属溶融紡糸法についての従来の研究について調査し、金属溶融紡糸法において、繊維軸方向への結晶成長に着目した生産技術的な取り組みをした報告は殆どない事を述べている。

第 2 章では、まず回転液中紡糸法によって、従来線引きが困難であり飽和磁歪定数が極めて小さい軟磁性材料として興味深い Fe-6.5 mass%Si 合金の繊維を作製し、その組織と磁気特性を調べた結果を述べている。そして直径 70  $\mu\text{m}$  前後の繊維において、磁化容易方向 [100] が繊維軸に配向した繊維が得られ、直流磁化曲線において大バルクハウゼンジャンプ (LBJ) 特性を示す事を見出している。但し本方法では、デンドライト一次アームの繊維軸方向への成長が途中で阻まれると考えられ、繊維全長に渡り配向した組織の繊維を製造する事は困難であることを述べている。

第 3 章では、[100] 配向組織の連続制御法として、新たにガス中凝固回転液中巻取法を構想し、その基礎検討結果について述べている。クエンチガスはノズル直下に He ガス、ジェットの破断長内に  $\text{O}_2$  ガスがジェットに当たる様に設定するのが適当であること、ガス中を直進するジェット中に凝固成長点を発生させる事により、デンドライト一次アームが連続的に配向成長した組織を有する 10 m 以上の長繊維が得られること、得られた Fe-6.5 mass%Si 繊維は全て、直流磁化曲線において LBJ 特性を示すことなどを述べている。

第 4 章では、第 3 章で検討した方法を実用化するにあたって、必要となる要素技術の検討結果について述べている。供試合金は、アークプラズマスケル溶解法で作成したものが適していること、ノズルとしては緻密な  $\text{Al}_2\text{O}_3$  セラミックスが使用でき、最小内径  $\phi 50 \mu\text{m}$ 、最大長さが内径に対して 20 倍のノズル加工が可能であることを述べている。このノズルと内径 1.4 m、有効幅 0.5 m の巻取ドラムを使用し、クエンチガスを、ノズルの下側に配置した石英質の二重管で整流し、ジェット速度に対するドラム周速度の比を 0.98~1.02 とすることで、繊維軸に [100] 配向した Fe-Si 系繊維

維の安定した連続製造が可能であることを述べている。

第5章では、ガス中紡糸回転液中巻取法の応用として、Fe-6.5 mass%Si 以外の強磁性合金繊維を作成した結果について述べている。またセンシングデバイスを試作検討した結果についても述べている。すなわち、Fe-Si、Fe-Si-X (X = Mo、Ni) 合金で直径  $\phi 50\sim 100\ \mu\text{m}$  の繊維を作成し、保磁力が  $16\sim 160\ \text{A}\cdot\text{m}^{-1}$  間の各値で LBJ を示す繊維が得られること、硬質磁性材料であるアルニコ、Fe-Cr-Co 系合金および半硬質磁性材料である Cu-Mn-Al 合金を紡糸したところ、円柱状結晶位が長手方向に繋がった竹状組織を有する繊維が得られること、Fe-24Cr-15Co 合金 (数字は mass%) は柔軟性のある繊維状磁石となる可能性があることを述べている。また、Fe-Si 系繊維を被検知体とした物品監視システムを試作し、実用化できる可能性がある事や、耐熱磁気センサーへの応用が可能である事などを述べている。

第6章では、本研究を総括している。

## 論文審査の結果の要旨

組織制御された強磁性合金繊維を、溶融合金から直接製造するという、従来ほとんど試みられた事のない独特な製造法を開発し、得られた合金繊維の磁氣的性質とその応用について研究・開発している。本研究で得られた主な成果は以下の通りである。

1. 従来線引きが困難であり、飽和磁歪定数が極めて小さい軟磁性材料である Fe-6.5 mass%Si 合金を、[100] 配向成長させた組織の連続繊維として、溶融合金から直接製造するガス中紡糸回転液中巻取法を世界で初めて考案し開発に成功している。本方法は、溶融合金ジェットのカエンチ用ガスとして、ノズル直下にヘリウム、次いでジェットの破断長以内に酸素がジェットに当たるように設定し、ガス中で直進するジェット中に凝固成長点を発生させ、回転液中で巻き取る方法である。

2. 上記のガス中紡糸回転液中巻取法で得られた Fe-6.5 mass%Si 繊維は全て、直流磁化曲線において急峻な磁化反転、即ち大バルクハウゼンジャンプ特性を示す事を見出している。

3. ガス中紡糸回転液中巻取法によって、大バルクハウゼンジャンプを発生する磁界が  $16\sim 160\ \text{A/m}$  の間で異なる繊維直径が  $50\sim 100\ \mu\text{m}$  の Fe-Si、Fe-Si-Mo、Fe-Si-Ni 系合金繊維を製造できることを見出している。

4. ガス中紡糸回転液中巻取法で作成された硬質磁性材料であるアルニコ、Fe-Cr-Co 系合金、および半硬質磁性材料である Cu-Mn-Al は、円柱状の結晶粒が長手方向に繋がった竹状組織を有する繊維となること、Fe-24Cr-15Co 合金 (数字は mass%) は柔軟性のある繊維状磁石となることを見出している。

5. ガス中紡糸回転液中巻取法によって作成された Fe-Si、Fe-Si-Mo、Fe-Si-Ni 系繊維をマーカーとした物品監視システムや、耐熱磁気センサーを開発し、実際に適用できることを実証している。

6. ガス中紡糸回転液中巻取法による実生産スケールを想定した紡糸装置の要素技術を検討し、実用可能性を実証している。紡糸用ノズルとして緻密アルミナ質セラミックスを使用できることを見出し、このセラミックスで最小内径  $50\ \mu\text{m}$ 、最大長さが内径に対して20倍のノズルを加工する技術を開発している。さらに、内径1.4 m、巻き取り有効幅0.5 m の巻き取りドラムで、ジェットの速度に対するドラムの周速度の比を  $0.98\sim 1.02$  の範囲とすることで、紡糸が安定して行われる事を見出している。

7. 従来の回転液中紡糸法によっても、Fe-6.5 mass%Si 合金で、部分的には磁化容易方向 [100] が繊維軸方向に配向した直径  $70\ \mu\text{m}$  前後の繊維が得られ、大バルクハウゼンジャンプ特性を示すが、結晶の繊維軸方向への成長が途中で阻まれ、繊維の連続的な製造は困難である事を明らかにしている。

以上のように、本論文は従来得られたことのない結晶方位が制御された様々の強磁性材料繊維を溶融合金から直接製造する新しいガス中紡糸回転液中巻取法を開発し、得られた合金繊維の磁氣的性質を明らかにすると共に、種々のセンサに利用できることを示したものである。これらの研究成果は新しい材料加工法と機能性材料の創製に一つの道を開いたもので、機能性材料工学に寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。