研究成果報告書 科学研究費助成事業

一 左 **ふ**1⊓



交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文):本研究では、圧延強加工・集合組織化、熱処理、元素添加を中心に鉄コバルト合金の 磁歪特性及び機械的特性の特性向上に関する研究を行った。その結果、集合組織化や適切な熱処理によって通常 のバルク材よりも大きな磁歪量が得られた。また、第三元素の少量添加により、機械的特性の向上も見られた。 さらにアクチュエータの創製にも取り組み、Fe-Co系合金を芯材としてその周囲にコイルを設置して交番電流 を流し、芯材の共振振動を確認した。また、磁歪アクチュエータと同原理で稼働する振動発電機の創製にも傍ら で取り組み、エネルギーハーベスティングとしては比較的高い出力を得ることが出来た。

研究成果の学術的意義や社会的意義 本研究では、日本発の新しい磁歪合金として鉄コバルト合金に着目し、本研究を通して磁歪量の向上につながる 原理を明らかにする。本研究を遂行することによって優れた磁歪合金を作製することが出来たならば、従来より 米国特許に縛られて入手が困難なTerfenol-DやGalfonol磁歪合金に比べて格段に安価で入手しやすいため、日本 国内で簡単・手軽に高性能磁歪合金の入手が可能となり、民間企業の開発意欲(磁歪アクチュエータ、磁歪発 電、センサー用途など)を上昇させるなど社会への波及効果も期待できる。

研究成果の概要(英文): In this work, effects of heavy deformation, heat treatment and third element addition on magnetostriction and mechanical properties of Fe-Co alloys were studied first. As results, it was found that sharp texturization of microstructure caused by heavy deformation improved the magnetostriction of the alloys and that appropriate heat treatment also led to higher magnetostriction. Moreover, a small amount of third element addition increased the mechanical strength of the alloy. Furthermore, we tried to produce an actuator with the Fe-Co alloy. We obtained a fine resonant vibration of the alloy rod inside an activation coil. A power generator with the Fe-Co alloy rod which generates electricity by the same mechanism was also produced. It shows relatively high output as a small energy harvester.

研究分野: 金属材料工学

キーワード: 集合組織 熱処理 圧延 磁歪 アクチュエータ 発電

様 式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19(共通)

1.研究開始当初の背景

東日本大震災以後、省エネルギー技術や自然エネルギー利用発電技術の発展が時代の要請に なっている。本研究で着目する鉄系磁歪合金は、逆磁歪効果を用いた振動発電体やセンサデバ イスのコア材料として、また高性能な振動子やアクチュエータの振動体材料として、重要な役 割を果たす。

現在開発されている大磁歪材料としては、例えば Tb-Dy-Fe 合金(Terfenol-D)や Fe-Ga 合 金(Galfenol)などが知られている。しかしながら、これらの大磁歪合金は希土類元素(Tb, Dy) を含み、高価であること、米国特許に縛られていることから、世界的にも普及しているとは言 い難い。また、これらの合金が比較的脆く、疲労の観点から問題が有ることも、ソナー等の振 動発生源として適用されていない理由であると思われる。

最近、我々は Fe-Ga 合金に替わる新しい磁歪合金候補として Fe-Co 合金に着目している。 Fe-Co 合金は鍛造バルク材で約 70~90 ppm の比較的高い磁歪量を示し、組成や加工熱処理に よって微細組織を調整することによって、さらに磁歪量が向上すると期待される。さらに加工 熱処理によって微細組織を調整し、さらに磁歪量を向上させた Fe-Co 合金の応用として、振動 アクチュエータの試作を試みた。

2.研究の目的

本研究は、上記のような背景から、Fe-Co 合金の磁歪量・機械的特性の向上を目的として、 Fe-Co 合金の磁歪特性、機械的特性に対する加工・熱処理および第三元素添加の影響を調べた。 加工・熱処理としては、(1)深絞り加工による集合組織化、(2)熱処理後水焼入れについて検討を 行った。また、(3)第三元素添加の磁歪特性、機械的特性に対する影響についても検討を行った。

さらに、(4)振動アクチュエータの試作を行った。振動アクチュエータと同様に磁歪合金を使用し、原理的には同一で逆方向の効果(逆磁歪効果)による(5)振動発電体の試作も派生的に行った。

3.研究の方法

高周波熔解炉にて Co リッチ組成 Fe-Co 合金 (Co 66~70 at%) 熔製後鍛造した母合金をス タート材として、以下の実験を行った。

(1) 絞り加工集合組織化: 直径 12mmの Fe₃₀Co₇₀ 合金丸棒を熔製、熱間鍛造によって作製し、 得られた丸棒材を溝ロール圧延機を用いて直径 12mm 6mm 4mm 2mm 1 mmの順に細く絞っていき、各段階において試料を採取した。

(2)熱処理後水焼入れ:Fe₃₄Co₆₆ 合金熱間鍛造バルク材から 5 mm×8 mm×1 mm の板状試料 を切り出し、Ar 気流中で焼鈍(750~1000 , 3 h)を行い、その後、試料を水中に落下させ、水 焼入れを施した。

(3) Fe29Co70M1合金(M = C, V, Cr, Ni, Nb, Mo, Ti 1at%添加)を高周波溶解および鍛造にて作 製し、一部は冷間圧延(厚さ10mm 0.3mm)を行った。

それぞれの条件で作製した試料について X 線回折による相同定や SEM-EBSD/OIM 法を用 いた微細組織観察、振動試料型磁力計(VSM)を用いた飽和磁化、飽和磁歪量の測定、引張試 験機を用いた強度評価等を行い、集合組織化・熱処理履歴・第三元素添加との関係について検 討を行った。さらに、

(4)振動アクチュエータの試作については 2.5 mm の Fe-Co 系合金棒を使用し、その周囲にコ イルを巻き、合金端面に渦電流式変位計を用いて振動を測定した。

(5)振動発電体については、(4)と同様に 2.5 mm の Fe-Co 系合金棒を使用し、その周囲にコイルを巻き、合金棒上端部に衝撃を加えることによってコイルに発生する電力を測定した。

4.研究成果

(1)図1には Fe30C070合金丸棒を溝ロール圧延機を用いて、直径 12(スタート材) 6 4 2 1の順に直径を細く絞っていった際の各段階における試料の微細組織を示す。 図面上下方向が丸棒の軸方向である。さらに各微細組織マップ内には、丸棒の軸方向から見た 結晶方位分布を示している。図から明らかなように、丸棒の直径が絞られていくに従って軸方 向に明瞭に集合組織化し、軸方向の結晶方位分布も直径 12のスタート材では一様に分布して いる一方、直径 6まで絞ると、軸方向には[101]軸がほぼ揃うことが分かる。さらに直径を絞 っていくと、2材では[101]軸をメインとしつつ、[001]軸方向へわずかに分布していることが 見てとれる。さらに 1材では、[101]軸をメインとしつつ、[112]軸方向へのわずかな分布が見 られた。それぞれの試料の結晶粒径は、それぞれ約 25 µm (直径 12材)、30 µm (直径 6 材)、 20 µm (直径 4 材)、10 µm (直径 2 材)、2 µm (直径 1 材)であった。直径を絞るほど、粒径 も小さくなる傾向が見られたが、 12 材 6 材の場合は平均粒径が大きくなった。これは、 溝ロール圧延により結晶方位分布が[101]軸に揃うことにより、隣接する結晶粒同士が亜粒界や



図2 Fe₃₀Co₇₀ 言並れ倖材の海ロール圧延加工後の 経と飽和磁化、飽和磁歪量の関係

小傾角粒界を挟んで連結し、見かけ上 EBSD 解析で一つの結晶粒と見なされたためと思われる。 図 2 には、これらの試料の飽和磁化および飽和磁歪の値を示す。飽和磁化については、丸棒 の直径を絞っても約 210 emu・g⁻¹であまり変化は見られなかった一方、飽和磁歪量は丸棒の直 径を絞るに従って増大し、直径 2 材で本研究における最大値 115 ppm を示した。さらに直径 を 1 に絞ると磁歪量はわずかに低下した。これは試料差によるものか測定誤差の範囲か定か ではない。軸方向の結晶方位分布を見ると、前述のように、 2 材では[101]軸をメインとしつ つ[001]軸方向へわずかに分散しており、一方、 1 材では[101]軸をメインとしつつ[112]軸方 向へのわずかな分散が見られた。

(2)図 3 に、Fe₃₄Co₆₆ 合金板材を 750~1000 の温度範囲で焼鈍した後に水焼入れをした試料 の XRD 図形および磁歪量をそれぞれ示す。Fe-Co 二元系状態図を見ると、Fe₃₄Co₆₆ 組成では 温度 950 では bcc 相と fcc 相の二相領域付近、1000 では fcc 単相領域となる。しかしな がら、本研究の範囲では、水焼入れによっても fcc 相は見られず、750、850、900、950、1000 の全ての熱処理温度からの水焼入れで bcc 単相組織が得られた。一方、磁歪量を見てみると、 850 焼鈍後水焼入れを施した試料で最も大きな磁歪量 125.6 ppm が得られた。また、900 焼鈍後水焼入れを施した試料でも 109.2 ppm の比較的高い磁歪量が示された。それ以外の焼鈍 温度では、磁歪量はそれらより大幅に低く、90 ppm 以下であった。飽和磁化量はいずれの試 料も 210~220 emu·g⁻¹の範囲にあった。過去の薄膜の研究と一定の関連性が見られ、水焼入れ によって磁歪量が増大することが確認された。集合組織化だけでなく、Fe₃₄Co₆₆ 合金に適切な 熱処理を施すことによって、さらに高磁歪量を引き出せる可能性が、本研究で示された。

(3)図4には、各種第三元素を1%添加したFe29Co70M1合金(M=C, V, Cr, Ni, Nb, Mo, Ti)鍛造材の伸びと引張強度に対する第三元素添加の影響についてまとめた。左の2点は第三元素無添加の二元合金である。多くの場合、第三元素添加によって伸びは低下したが、Ni添加では伸びの低下は見られなかった。最も伸びが低下したのはNb添加であった。また、引張強度は伸びとは逆の傾向を示しており、Ni添加を除いて第三元素添加によって引張強度は上昇する傾向が見られた。最も引張強度が上昇したのもNb添加の場合であった。

図5には、鍛造後に圧延した薄板試料の飽和磁化および飽和磁歪量に対する第三元素添加の 影響についてまとめた。800 あるいは1000 で焼鈍した試料の測定結果も図中に示してい る。まず飽和磁化を見ると、第三元素添加による効果はほとんど見られず、すべての試料にわ



図3 各種温度で熱処理した Fe₃₄Co₆₆ 合金水焼入れ材の XRD 図形および飽和磁歪量



図 4 Fe-Co 合金鍛造材の伸び、引張強度に対する 第三元素添加の影響



図 5 Fe - Co 合金鍛造材・圧延材の飽和時飽和磁歪量 に対する第三元素添加の影響

たって約 200 emu·g⁻¹程度であった。さらに磁歪量を見ると、第三元素無添加の鍛造材で 70-90 ppm 程度であったが、鍛造材の場合はどの第三元素添加材でも磁歪量はほとんど変化がなかっ た。添加量が少ないからと思われる。また冷間圧延を施すことにより磁歪量は上昇した。冷間 圧延材は未熱処理材で磁歪量 100-120 ppm を示した一方、熱処理を施すと磁歪量は大きく低下 した。また、大まかな傾向としては、強度が上昇すると磁歪量が若干低下するようである。本 研究から、Fe-Co 系合金を用いてアクチュエータ等を作製する場合、機械的強度と磁歪量の傾 向を見ながら最適な第三元素を選択する必要があることが分かる。

(4) さらにアクチュエータの創製にも取り組み、 Fe-Co 系合金を芯材としてその周囲にコイルを設置 して交番電流を流し、芯材の共振振動を確認した。 振幅の精密測定も試みた。

図6に本研究で作製したFe-Co系合金の冷間圧延 材を示す。圧延材を積層し、積層型アクチュエータ の試作に取り組んでいる。試作は現在も継続中であ るが、作製ノウハウが得られつつある。

図 7 に実験装置の概略を示す。関数発生器・バイ ポーラ電源をコイルに接続し、励磁させた。コイル



図 6 Fe-Co 系合金の冷間圧延薄帯の外観写真



内部に Fe-Co 系合金材を設置し、その上端面の振動を渦電流式位置センサを用いて測定した。 得られた波形は PC に記録し、解析を行った。

図8には測定例を示す。これは0.249 mのFe-Co棒材を共振周波数5220 Hz(計算値)で 振動させた時に得られた波形である。渦電流位置センサを用いてkHz領域の振動(共振)を測 定することが可能であった。

(5)また、磁歪アクチュエータとほぼ同じ構成で稼働する振動発電機の創製にも派生的に取り組み、エネルギーハーベスティングとして比較的高い出力を得ることが出来た。

図 9 および図 10 に、その構成図と出力波形の例を示す。磁歪棒の周囲にコイルを設置し、 磁歪棒に衝撃を与えることで、逆磁歪効果を利用して発電を行う。開放電圧の peak to peak 値 で 386 V、1 kΩの負荷を接続して約 1 mJ の出力が得られた。



図 9 逆磁歪式振動発電素子の構成図

図10 逆磁歪式振動発電素子の発電波形例の例

5.主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計2件)

イジュラル ハシフ, 久保田 健, 松本 實, <u>山浦 真一</u>, 古屋 泰文 「Fe₃₀Co₇₀ 圧延薄板の磁化と磁歪への熱処理効果」 日本 AEM 学会誌 **26** (2018) 250-255.(査読有り)

山浦 真一, 浅賀 洋佑, 奥屋 和彦, 佐々木 敏夫, 関口 哲志 「Fe-Co-V 磁歪合金を用いた衝撃スライド型逆磁歪式振動発電機の試作と評価」 職業能力開発研究誌, **33** (2017) 36-41.(査読有り)

[学会発表](計2件)

<u>山浦 真一</u>, 奥屋 和彦, 古屋 泰文 「鉄系磁歪合金の加工組織制御」 職業大フォーラム 2017(2017年)

浅賀 洋佑,<u>山浦 真一</u>,奥屋 和彦,佐々木 敏夫,関口 哲志 「FeCo 磁歪合金を用いた小型振動発電機の作製と評価」 職業大フォーラム 2016 (2016 年) 〔図書〕(計1件)

<u>山浦 真一</u>

「磁歪アクチュエータの原理とその応用」 技術情報協会刊「アクチュエータの新材料、駆動制御、最新応用技術」第6章,第4節, pp.184-195, 2017.(総頁数:536頁)

6 . 研究組織

(1)研究分担者なし