

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成 25 年 3 月 31 日現在

機関番号：14401
研究種目：若手研究（B）
研究期間：2011～2012
課題番号：23760667
研究課題名（和文） マクロ・ミクロ相分離型新規低鉄損アモルファス軟磁性合金の開発
研究課題名（英文） Development of new-type metallic glasses by using multi-step liquid phase separation
研究代表者 永瀬 文嗣（NAGASE TAKESHI） 大阪大学・超高压電子顕微鏡センター・講師 研究者番号：50362661

研究成果の概要（和文）：

Co-Si-B-Cu 二相リボンの作製を、汎用の単ロール法を用いて達成した。二相リボンは、Cu ナノグロビュールが分散した Co-Si-B アモルファスと、Cu 金属結晶からなる、ミクロ・マクロ相分離組織を形成していた。相分離組織の形成要因は、Co-Cu 系の液相分離と、Co-Si-B 合金系におけるアモルファス形成であると考えられた。

Fe-Si-B-Cu 合金系では、アーク溶解型抽出紡糸法により、マクロ相分離組織を示す特殊なワイヤーが得られた。すなわち、この合金系において、Fe-Si-B アモルファスコアと Cu カバーレイヤーからなる、相分離ワイヤーの作製が達成された。

研究成果の概要（英文）：

A dual-layer ribbon of Co-Si-B-Cu alloy was prepared by the single-roller melt-spinning method. The substrate surface comprised Co-Si-B-based amorphous phase with Cu crystalline nanoscale globules, while the free surface showed a thin crystalline Cu layer. A macroscopically separated unique structure was obtained by the simultaneous occurrence of liquid phase separation of the Co-Cu-based alloy system and amorphous phase formation in the Co-Si-B alloy layer.

Rapidly-solidified wire with macroscopically separated structure was formed in Fe-Si-B-Cu alloy by Arc-melt-type melt-extraction method. Unique core-wire / surface-cover-layer structure composed with core Fe-Si-B amorphous based alloy and cover Cu crystal was formed through liquid phase separation during rapid quenching of thermal melt.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：アモルファス材料・金属ガラス

1. 研究開始当初の背景

資源小国である我が国にとって、資源・エネルギー問題は直視すべき最重要課題の一つである。アモルファストランス用軟磁性合金は、従来型の変圧器にもちいられるケイ素鋼板にくらべ、原子配列がランダムであるという材料特性に起因して無負荷損失(待機電

力)を約3分の1～4分の1に低減でき、その省エネルギー効率は80%にまで達する。しかし、現状の特性では未だに急速な普及は達成されておらず、従来までの既成概念にとられない新規発想に基づくさらなる特性の飛躍的改善・低コスト化が強く求められている。

2. 研究の目的

独自開発技術である「マクロ・マイクロ相分離アモルファスリボンの創成」と、最先端電子顕微鏡による組織・構造評価手法術をもとにした、新規発想に基づくマクロ・マイクロ相分離型アモルファストランス用軟磁性合金の開発を試みた。具体的には、マクロ相分離による抜熱用高熱伝導Cu層/マイクロ相分離により不均一構造化した高性能軟磁性アモルファス合金からなる、新規アモルファス合金の相分離組織形成メカニズムを解明し、この成果をもとに新規アモルファストランス用低鉄損軟磁性合金の開発を試みた。

3. 研究の方法

Fe-Cu および Co-Cu 二液分離合金系を基準に、さらに金属ガラス形成三原則を考慮した新規設計合金の作製を行なった。特に、これら合金におけるマクロ・マイクロ液体分離発現傾向の、組成依存性およびプロセスパラメータ依存性を解明することを目的とした合金系を選択した。

試料は、汎用の単ロール法にくわえ、アーク溶解型溶融抽出紡糸装置による試料作製を試みた。

新規マクロ・マイクロ相分離アモルファス合金の組織・構造を、超高压電子顕微鏡と球面収差補正機搭載電子顕微鏡の併用による最先端電子顕微鏡技術を用いて、マクロスケールからナノスケールのトランススケール観察によって明らかにし、相分離組織形成メカニズム解明を試みた。

4. 研究成果

Co-Cu-Si-B 合金において、汎用の単ロール液体急冷装置を用いることにより、マクロに相分離した二層合金リボンの作製を達成した。XRD の観察から、このマクロ分離二層合金リボンの主要構成相が、Cu 結晶とアモルファス相からなることを明らかとした。熱分析の結果より、アモルファス相の形成を確認した。SEM および EPMA 観察より、マクロ層分離組織が、Fcc-Cu 結晶相と、Co-Si-B アモルファス相より構成されていることが確認された。SEM、TEM、超高压電子顕微鏡を用いた HVEM 観察、および HREM 観察の結果、Co-Si-B アモルファス相中に Fcc-Cu グロビュールが分散していることが確認された。この Fcc-Cu グロビュールの形成は、マルチステップ液体相分離によるものと考えられた。以上の結果より、マクロに相分離した二層合金リボンの特異な組織は、液体分離に起因して形成されたと考えられた。

一方、Fe-Cu-Si-B 合金では、汎用の単ロール液体急冷装置により作製した液体急速凝固リボンにおいて、マクロに相分離した組織が形成されず、マイクロ相分離組織の形成を確

認した。この結果より、マクロ相分離組織は、合金および組成依存性が存在することが確認された。

また、Fe-Cu-Si-B 合金では、アーク溶解型抽出紡糸装置により、マクロ相分離二層ワイヤーの開発を達成した。以下に Fe-Cu-Si-B マクロ相分離二層ワイヤーに関する研究結果を述べる。液体急速凝固ワイヤーの作製は、図1に示すアーク溶解型溶融抽出紡糸装置を用いた。なお、合金組成は、 $(\text{Fe}_{0.75}\text{Si}_{0.1}\text{B}_{0.15})_{70}\text{Cu}_{30}$ [at. %]とした。

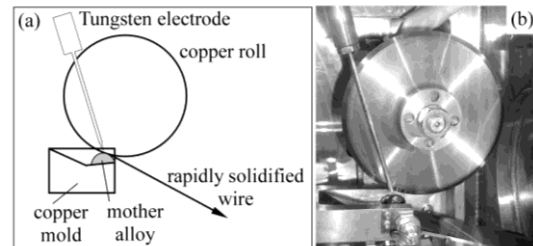


図1 アーク溶解型溶融抽出紡糸装置
(a) 模式図、(b) 外観図

図2に、作製ワイヤーの外観図を示す。金属特有のメタリックシルバーではなく、銅色を示した。

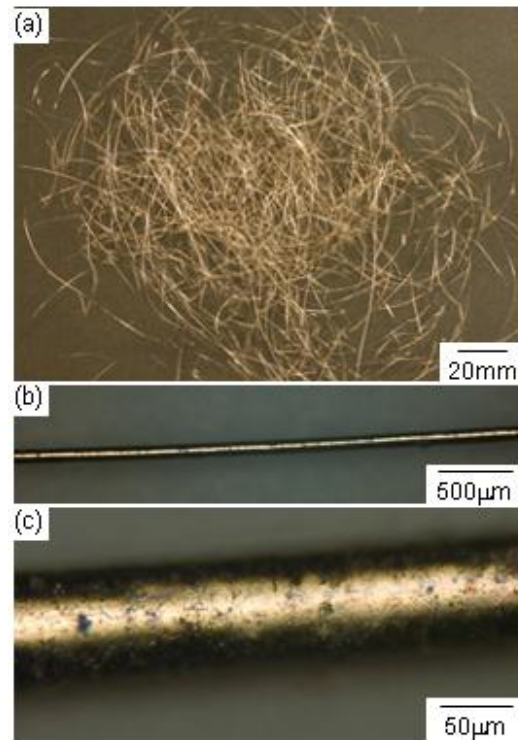


図2 溶融抽出紡糸ワイヤーの外観図
(a) 全体図、(b) (c) 外観図

図3に、作製ワイヤーのXRDおよびDSC結果を示す。なお、参考としてメルトスパンリボン材のデータも合わせて記載している。

XRD(a)では、F. c. c. -Cu および B. c. c. -Fe に起因するシャープな回折ピークに加え、アモルファス相の形成を示すブロードな回折が観察された。アモルファス相の形成は、DSC分析(b)の発熱ピークからも観察された。なお、発熱ピーク Tx3 は、メルトスパンリボンにおける Tx2 に対応していることから、アモルファス相から化合物が析出する反応であると推察された。

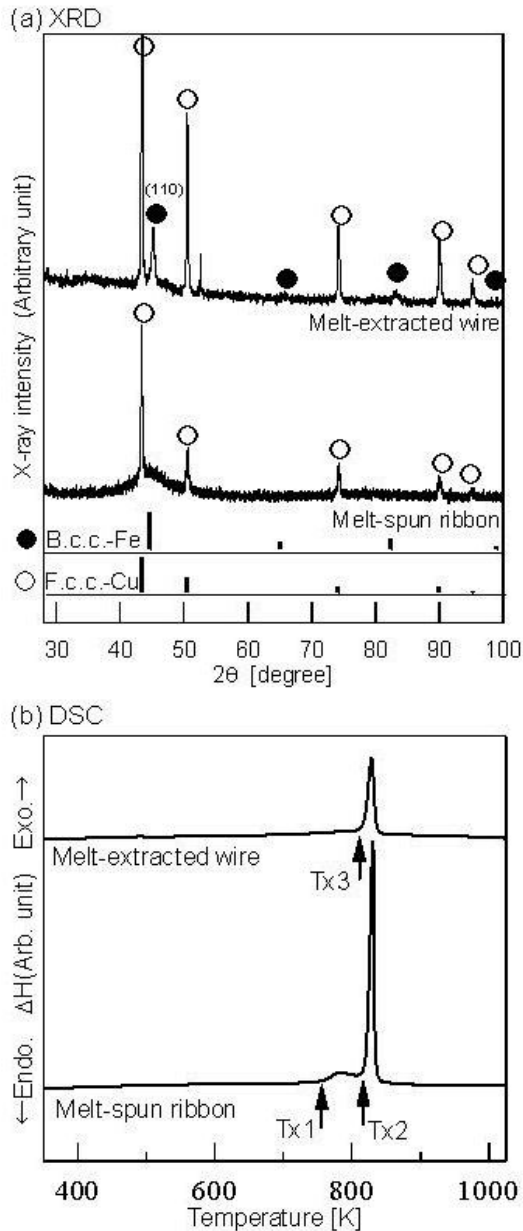


図3 メルトスパンリボンおよび溶融抽出紡糸ワイヤーのXRD (a) とDSC (b)

図4に溶融抽出紡糸ワイヤーおよびメルトスパンリボンのSEM組織観察結果を示す。メルトスパンリボン(a)では、ミクロに相分離したエマルジョン組織が観察されるのみで、マクロ相分離組織の形成は認められない。一

方、溶融抽出紡糸ワイヤー (b) では、マクロ相分離組織の形成が認められる。相分離界面の拡大図 (c) は、二相領域の界面が極めてスムーズであること、およびグレイコントラストマトリックス・ホワイトコントラストマトリックス相のいずれにもエマルジョン組織が形成されていることを示している。これらは、溶融抽出紡糸ワイヤーにおけるマクロ相分離組織の形成が、液体分離によるものであることを示している。

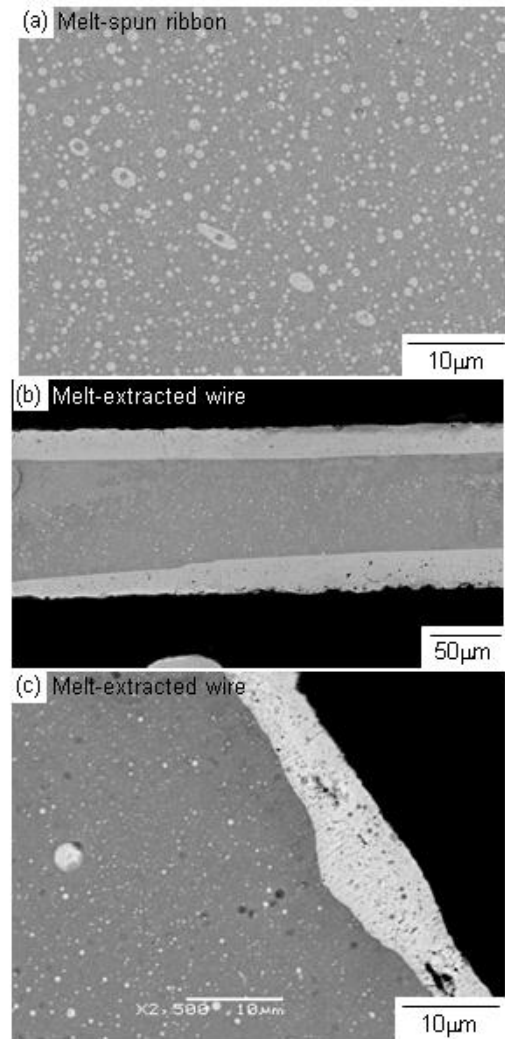


図4 メルトスパンリボン (a) および溶融抽出紡糸ワイヤー (b) (c) のSEM-EBI組織

図5は溶融抽出紡糸ワイヤーのEPMA分析結果である。表面カバー相は主にCu元素が、コアワイヤー部分ではFe・Si・Bが濃化していることが確認される、以上の結果は、溶融抽出紡糸ワイヤーが、Fe-Si-Bアモルファスワイヤー・Cuカバーレイヤーからなるマクロ相分離二層ワイヤーであることを示している。表面Cuカバーレイヤーは、Fe-Si-Bアモルファスワイヤーをコーティングした抜熱用高熱伝導層とも考える事が可能である。ま

た液体分離により形成された抜熱用高熱伝導層は、界面における接着性が極めて良好であると考えられる。本研究により示された液体分離現象を用いたマクロ・ミクロ相分離に伴う二層金属ワイヤー作製技術は、新たな軟磁性合金ワイヤー作製法として期待される。

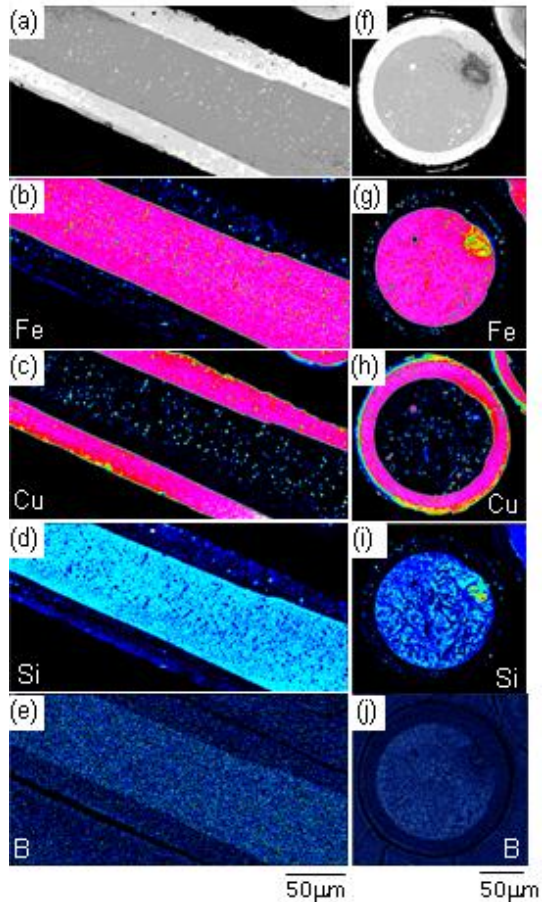


図5 二層分離ワイヤーのEPM解析結果

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 0 件)

〔学会発表〕(計 2 件)

- [1](Invited, Oral) T. Nagase and Y. Umakoshi: International Conference on Precessing & Manufacturing of Advanced Materials 2011, Thermec 2011, Quebec, (2011). 4 August., "Formation of melt-extracted wire with core-wire/surface-cover-layer structure by arc-melt-type melt-extraction method"
- [2] (口頭)永瀬丈嗣, 馬越佑吉: 平成 24 年度 鑄造工学会関西支部大会, 2012 年 11 月 13 日, 大阪, "液体分離現象を用いた新材料開発"

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計 0 件)

○取得状況(計 0 件)

〔その他〕

無し

6. 研究組織

(1) 研究代表者

永瀬丈嗣 (大阪大学)

研究者番号: 1 50362661

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし