

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 19 日現在

機関番号：12101

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K18230

研究課題名(和文)多結晶磁歪合金の高性能化をもたらす組織設計と配向制御指針の確立

研究課題名(英文) Establishment of controlling methods of microstructure and crystallographic texture to improve the polycrystalline magnetostrictive alloy

研究代表者

小貫 祐介 (Onuki, Yusuke)

茨城大学・フロンティア応用原子科学研究センター・産学官連携助教

研究者番号：50746998

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：鉄にガリウムを加えた磁歪合金は、様々な機器の振動、すなわち無駄に捨てられるエネルギーを拾って発電することが出来る。この時の発電効率は、力を加える結晶の向きに依存している。特別な方法で作製しない限り、金属材料は小さな結晶の集まりであるため、結晶の向きを揃えてあげることで性能改善が見込まれる。本研究では、通常の鉄鋼材料製造で日常的に用いられる加熱と変形によって、磁歪合金の結晶の向きを揃えることが出来ることを証明した。

研究成果の概要(英文)：The iron-based alloy with gallium addition can be used as an electric generator which picks up wasted vibration energies of various instruments. The efficiency of the energy harvesting depends on the orientation of crystal along the direction of the applied force. Usually, metallic materials consist of many small crystals. Therefore, alignment of crystal orientation can enhance the efficiency of the energy harvesting. In this study, it is found that the alignment of crystal orientation can be controlled by heating and deformation, which are quite common processes in steel manufacturing.

研究分野：金属組織学

キーワード：高温変形 集合組織 磁歪・逆磁歪

1. 研究開始当初の背景

Fe-Ga 系磁歪合金は、大きな磁歪を示すと同時に金属材料特有の靱性を呈すことから、引張・圧縮両方向の荷重に応答する逆磁歪発電デバイスとしての応用可能性が示されていた^{1,2)}。以前の研究は磁歪という現象そのものに対する研究、第三元素の添加による磁歪増加の検討、および応用デバイス開発についてなされていた。一方で材料作製プロセスについては研究があまりなされていなかった。

2. 研究の目的

本研究では Fe-Ga 合金の磁歪が結晶方位依存性を持つこと¹⁾に注目し、多結晶材料の結晶方位を揃えることによってより大きな磁歪、逆磁歪効果が得られる材料開発の可能性を検討した。従来においても一般の鉄鋼・非鉄材料では、加熱、変形による微細組織や集合組織（結晶配向）の制御が行われている。Fe-Ga 合金は磁歪合金という機能材料的側面に注目されがちであるが、その結晶構造は一般の鉄鋼と変わらない体心立方構造である。このため、研究代表者らが過去に Fe-Si 合金や Fe-Cr 合金に対して行った、高温変形を利用した配向制御^{3,4)}が適用可能であると期待された。

3. 研究の方法

(1) 真空溶解により作製した Fe-15mol%Ga 合金より円柱試験片を切り出した。これに対し温度 1173K においてひずみ速度 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で圧縮変形を行い、変形後ただちに急冷した。

変形後の試験片に対し、EBSD および X 線回折による微細組織、集合組織測定を行った。この結果により圧縮面内に磁歪の最も大きい結晶方位 $\langle 001 \rangle$ が頻度高く配向した方向の存在が確認されたため、この方向にひずみゲージを取付け、磁場を印加することで生じる磁歪を計測した。

(2) 上記の実験から高温変形による集合組織制御が有効であることが確認できたが、圧縮面内のいずれの方向に $\langle 001 \rangle$ が配向するかを予測、制御することは困難であった。そこで一辺が 10 mm の立方体の試料を切り出し、各辺に平行な方向を X, Y, Z と定義した。これに対し、Y, Z の方向から繰り返し圧縮変形を行うことで、X 方向への $\langle 001 \rangle$ 配向が形成可能であるか検証した。

4. 研究成果

(1) 図 1 に X 線回折測定によって得られた圧縮変形前後の $\{001\}$ 正極点図を示す。圧縮軸は紙面垂直方向である。変形前にも圧縮軸と平行に $\langle 001 \rangle$ の配向が見られたが、図 2(a) に示す EBSD 測定では $\langle 001 \rangle$ 配向粒以外のものも見られることや、中性子回折による試料体積全体に対する集合組織測定を行った結果、たまたま測定面に大きな $\langle 001 \rangle$ 配向粒が存在していたためであったと結論した。手軽であるが測定領域が平面的である EBSD 測定や X 線測定では、粗大な結晶粒組織を持つ材料では

しばしばこうしたことが起こり得ることが本研究でも問題となった。このため、後述の研究では中性子回折による試料体積全体の測定へと切り替えた。

しかしながら変形後の $\langle 001 \rangle$ 配向の成長は顕著であり、図 2 に示すように EBSD 測定においても $\langle 001 \rangle$ 配向粒の顕著な粗大化が確認できた。通常、室温で体心立方構造の金属を圧縮した場合は $\langle 001 \rangle$ と $\langle 111 \rangle$ の双方が圧縮軸へ配向するが、高温においては結晶粒界が移動し、研究代表者らは $\langle 001 \rangle$ 配向粒の粗大化が生じることを、過去に Fe-Si などの合金系で確認しており、この現象に優先動的結晶粒成長 (PDGG, preferential dynamic grain growth) と命名した。図 2 より分かるように PDGG の活動度は変形条件、すなわち温度とひずみ速度およびひずみ量に応じて変化するため、最終的に形成される集合組織と微細組織も変形条件依存性を呈す。図 2 に示したの結果は先行研究の Fe-Si 合金で見られたものと類似しており、Fe-Ga 合金においても PDGG によって $\langle 001 \rangle$ 配向の先鋭化が生じたと結論した。

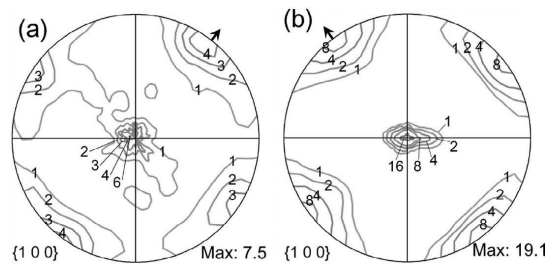


図 1 (a)変形前および(b)変形後(1173 K, ひずみ速度 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 真ひずみ-1.9)の $\{001\}$ 正極点図。

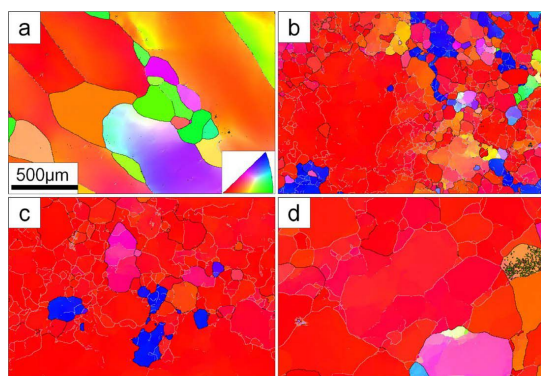


図 2 圧縮面の EBSD 観察結果。圧縮軸方向へ配向した結晶軸を色で示す。赤が $\langle 001 \rangle$ 配向に対応。(a)変形前、(b) 温度 1173 K, ひずみ速度 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 真ひずみ-0.93, (c) 温度 1173 K, ひずみ速度 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 真ひずみ-1.9, (d) 温度 1173 K, ひずみ速度 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 真ひずみ-1.9。

集合組織付与による磁歪の増大を確認するために、図 1 中矢印の方向にひずみゲージを貼付し、磁歪の測定を行った結果が図 3 で

ある。ゲージ方向と平行に磁場を印加した場合はいずれの試料も引張りひずみを生じ、垂直に磁場をかけた場合は圧縮ひずみを生じる。この差が大きければ、逆磁歪を考えた場合、ひずみに対して敏感に磁化の変化が起きると考えることが出来る。図2より明らかなように、集合組織付与による影響は顕著であり、その磁歪の大きさは単結晶に匹敵するレベルまで増大出来ることが確認された。

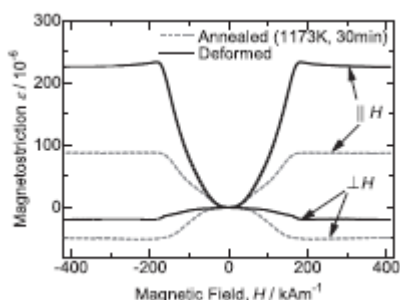


図3 図1に示した試料の印加地場に対するひずみの応答。実線が変形後、破線は変形前の試料を示す。

(2) 上記の単軸圧縮変形による PDGG は、圧縮軸方向への強い<001>配向をもたらすが、圧縮面内方向の配向は制御できないという弱点があった。結晶軸[100], [010], [001]は互いに直交するため、そのうち一つを圧縮軸に配向させれば、残りの二つは圧縮面内に存在するが、それが一つの方向に集まっていた上記図1の結果は、ある意味幸運であったと言わざるを得ない。

そこで、立方体試料において互いに直交する X, Y, Z の試料座標系を定義し、Z および Y と平行に繰り返し単軸圧縮変形を行うことにより、3 軸への<001>配向が形成できるか検討した。このような繰り返し鍛造は、棒状の素材の成型方法としては決して珍しいものではない。また、先行するデバイス開発研究からは、電磁鋼板のような集合組織を持った薄鋼板よりも角棒に近い形状が求められていたことも背景にあった。

図4は、ひずみ-0.5までの変形を Z-Y-Z-Y の順に4回与えた試料の正極点図である。弧の測定には中性子回折を用い、試料全体の集合組織を測定した。それほど先鋭ではないが、X, Y, Z の3軸に<001>が配向した集合組織が形成されていることが分かる。

最終の圧縮軸方位である Y に最も頻度高く<001>配向が見られるが、一度も圧縮変形を与えていない X にも Z と同程度の配向が得られたことは特筆すべきである。一方で Z-Y の順にひずみ-1.0の変形を与えた場合は X 方向への配向は見られず、最終圧縮方位の Y 方向にのみ尖鋭な配向が見られた。二つの条件で得られる最終形状はほぼ同一であるが、ひずみ量の調整をうまく行うことが3軸<100>配向、いわゆる Cube 集合組織を形成するた

めに必要であることが示唆される。

Y, Z から圧縮を加えると、最終的な形状は X へ伸びた棒状の直方体となるが、一般的に X へ伸長する引張変形や押出変形を与えた場合、X へ配向するのは<110>であり、これは高温で PDGG が活動するとしても同様である⁴⁾。このため X へ伸長しつつも<100>配向を形成できるプロセスを発見できたことは実用上の意義が大きい。加えて変形前に存在する集合組織が PDGG に与える影響も示唆される。残念ながらこの程度の配向頻度では磁歪性能改善を見込むことはできなかったため、今後の発展研究課題としたいと考えている。

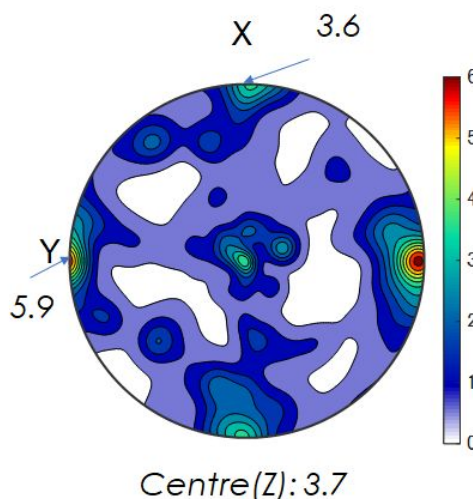


図4 Y-Z-Y-Z の順に 1173 K、ひずみ速度 10^{-3} s^{-1} - 10^{-2} s^{-1} 程度のひずみ速度でひずみ-0.5の単軸圧縮変形を4回与えて形成された集合組織を示す{001}正極点図。

<引用文献>

- 1) J. Atulasimha and A. B. Flatau: Smart Mater. Struct., 20 (2011),043001.
- 2) T. Ueno: J. Appl. Phys., 117 (2015), 17A740.
- 3) Y. Onuki, K. Okayasu and H. Fukutomi: ISIJ Int., 51 (2011), 1564.
- 4) Y. Onuki, R. Hongo, K. Okayasu and H. Fukutomi: Acta Mater., 61 (2013), 1294.

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 2 件)

Onuki Y, Fujieda S, Suzuki S, Fukutomi H. Improvement of Magnetostrictive Properties of Fe-15mol%Ga Alloy by Texture Formation during High Temperature Uniaxial Compression Deformation. ISIJ International. 2017;57(4):755-7.

<https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJNT-2016-542>

Ilkeuchi T, Tsubaki, S, Imafuku M, Fujieda S, Onuki Y, Suzuki S. Stress and Strain

Analysis in an Fe-Ga Alloy Single Crystal.
Materials Science Forum. 2017;879:807-9.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.879.807>

〔学会発表〕(計 2 件)

小貫祐介“Fe-Ga 合金の高温 2 軸圧縮変形による<100>配向制御”2017 年 9 月 6 日
日本金属学会秋期(第 161 回)講演大会
北海道大学

Onuki Y, Fujieda S, Suzuki S, Fukutomi H.
“Enhancement of magnetostrictive properties of polycrystalline Fe-Ga alloys by high-temperature deformation process”,
5/January/2016, Plasticity 2016, Hawaii, USA.

〔その他〕

ホームページ等

<https://www.researchgate.net/project/Fe-Ga-Alloy-Inversly-Magnetostrictive-Material>

6. 研究組織

(1)研究代表者

小貫 祐介 (ONUKEI, Yusuke)

茨城大学・フロンティア応用原子科学研究センター・産学官連携助教

研究者番号：50746998