

弾性異方性の大きい磁歪材料の特性制御のための結晶粒内の
微視的ひずみ分布評価
**Characterization of Microscopic Strain Distribution in Polycrystalline
Grains for Improving Properties of Magnetostrictive Materials
with Large Elastic Anisotropy**

藤枝 俊^a, 鶴飼 竜史^a, 小貫 祐介^a, 佐藤 成男^b, 今福 宗之^c, 鈴木 茂^a
Shun Fujieda^a, Ryuji Ukai^a, Yusuke Onuki^a, Shigeo Sato^b, Muneyuki Imafuku^c, Shigeru Suzuki^a

^a東北大学, ^b茨城大学, ^c東京都市大学
^aTohoku University, ^bIbaraki University, ^cTokyo City University

アクチュエータおよび振動発電への応用が期待される Fe-Ga 合金は、大きな弾性異方性を有しており、その多結晶合金において特徴的な応力分布の形成が予測される。そこで、白色 X 線マイクロビームを用いて多結晶 Fe-Ga 合金の応力分布を評価した。その結果、引張荷重の付加により弾性変形させた Fe-Ga 合金において引張方向に<101>近傍の方位を持つ結晶粒に取り囲まれた<001>近傍の方位の結晶粒内の複数個所において、幅方向に引張応力が観測された。このような振る舞いは、有限要素法による応力分布のシミュレーションを行った結果、Fe-Ga 合金の大きな弾性異方性に起因することが示唆された。

キーワード： 弾性異方性、白色 X 線マイクロビーム、応力分布

背景と研究目的：

Fe-Ga 合金は、磁場を印加すると磁区構造の変化に伴い磁化容易軸の<001>に 200 ppm 以上の大きな磁歪を示す。従来の磁歪材料である TbFe₂ 基化合物と比較して、磁歪量は小さいが、資源リスクの高い希土類元素を含んでおらず、加工性も有しているためアクチュエータ材料として有望である[1]。また、飽和磁化は 1.5 μ_B/Fe 程度と比較的大きく、弾性変形に伴い逆磁歪効果により磁区構造が変化して大きな磁束の変化を示す。そのため、振動を電気エネルギーに変換する振動発電エネルギーハーベスティングへの応用も強く期待されている[2]。これらの応用において、Fe-Ga 合金の磁歪および逆磁歪を最大限に活用するには応力による磁区構造制御が必須である。

Fe-Ga 合金は大きな弾性異方性を示す。表 1 に Ga 濃度が 17 at% の Fe-Ga 合金と Fe の弾性スティフネスを示す。Fe-Ga 合金と Fe の C₁₁ および C₄₄ の値は同程度であるが、C₁₂ の値が大きく異なる。その結果、例えば、Fe では<001>のヤング率 131 MPa は<101>のヤング率 219 MPa の 2 分の 1 程度であるが、Fe-Ga 合金では<001>のヤング率 65 MPa は<101>のヤング率 160 MPa の 3 分の 1 程度に相当する[3]。従って、多結晶 Fe-Ga 合金は大きな弾性異方性を反映した特徴的な応力分布を形成することが予測される。そこで、磁区構造制御に向けた基礎研究として、本研究では、白色 X 線マイクロビームを用いて多結晶 Fe-Ga 合金の弾性引張変形により生じる応力分布を評価した。

表 1. Fe-17 at% Ga 合金および Fe の弾性スティフネスの比較

	C ₁₁ (GPa)	C ₁₂ (GPa)	C ₄₄ (GPa)
Fe-17 at% Ga	225	181	128
Fe	228	132	117

実験：

アーク溶解により作製した Ga 濃度が 17 at% の Fe-Ga 合金を、ゲージ部サイズが約 3 mm×1.4 mm×0.16 mm の試験片に加工した後、900°C で 6 時間の焼鈍を施した。試験片のゲージ部の表および裏面の電子後方散乱回折(EBSD)測定結果を図 1 に示す。引張方向の結晶方位を色で示した。

ゲージ部表および裏面において類似した形状の結晶粒が観察され、各結晶粒の結晶方位も近接している。すなわち、ゲージ部において厚さ方向にはほぼ一つの結晶粒しかない 2 次元的組織の試料を準備した。

応力分布測定は、SPring-8 の BL28B2(白色 X 線ビームライン)で実施した。ビームサイズ $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ の白色 X 線マイクロビームで試料を走査し、試料厚さ方向の透過ラウエイメージの変化をもとに粒界イメージを構築した。また、この粒界イメージに基づいて、結晶粒内の特定の位置においてエネルギー分散型 X 線回折を実施した。回折ピーク的位置より結晶面間隔を求め、応力を算出した[4]。有限要素法によるシミュレーションには、ANSYS を用いた。

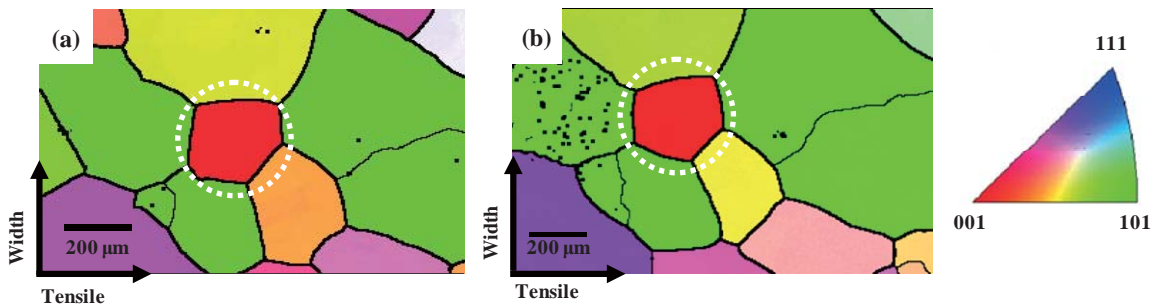


図 1. 試験片の(a)表および(b)裏面の EBSD 測定結果。色で引張方向の結晶方位を表わす。

結果および考察：

図 1(a)および(b)に白色の点線で囲んだ結晶粒は引張方向に $\langle 001 \rangle$ 近傍の方位を持ち、主に $\langle 101 \rangle$ 近傍の方位を持つ結晶粒に取り囲まれている。このような領域では、例えば、 $\langle 001 \rangle$ と $\langle 101 \rangle$ のヤング率は、それぞれ 65 と 160 GPa であり大きく異なるので、弾性歪の不整合に起因した特徴的な応力分布の発生が予測される。そこで、図 2(a)の模擬組織の 0.1 % の引張弾性変形状態での応力分布のシミュレーションを Fe-17 at%Ga 合金の弾性スティフネスを用いて行った。その結果を図 2(b)および(c)に示す。また、比較のために同様の模擬組織において Fe の弾性スティフネスを用いてシミュレーションを行った結果を図 2(d)および(e)に示す。色で応力の大きさを表し、引張応力を正の値にし、圧縮応力を負の値にした。Fe-17 at%Ga 合金を模擬した場合、引張方向には引張応力のみを示す。一方、幅方向には $\langle 001 \rangle$ 領域およびその近傍の $\langle 101 \rangle$ 領域は帯状に引張応力を示す。Fe を模擬した場合でも同様の傾向を示すが、Fe-17 at%Ga 合金を模擬した場合の方が広い範囲で幅方向に大きな引張応力を示す。さらに詳細に検討するために、図 1(a)に点線で示した引張方向に $\langle 001 \rangle$ 近傍の方位を持つ結晶粒の形状に類似した模擬組織(図 2(f))についても Fe-17 at%Ga 合金の弾性スティフネスを用いて同様のシミュレーションを行った。その結果を図 2(g)および(h)に示す。図 2(a)の模擬組織の場合と異なり、結晶粒の形状を考慮すると $\langle 001 \rangle$ 領域は不均一な応力分布を示す。しかし、図 2(a)の模擬組織の場合と同様に、試験片と類似の結晶粒の形状にしても幅方向には $\langle 001 \rangle$ 領域およびその近傍の $\langle 101 \rangle$ 領域は帯状に引張応力を示す。つまり、本試料において引張方向に $\langle 101 \rangle$ 近傍の方位を持つ結晶粒に取り囲まれた $\langle 001 \rangle$ 近傍の方位の結晶粒およびそれに隣接した結晶粒では、弾性異方性の大きな Fe-17 at%Ga 合金の特徴として、引張荷重の付加により幅方向に引張応力が生じると考えられる。

白色 X 線マイクロビームによる測定で得た多結晶 Fe-17 at%Ga 合金の無荷重状態における粒界イメージを図 3(a)に示す。図 1 に示した EBSD 測定結果と類似した形状の結晶粒が観察され、厚さ方向に結晶粒がほぼ一つしかない 2 次元的組織を反映した粒界イメージが得られた。白色 X 線を透過させて応力測定を行うには、厚さ方向に均質な組織を有していることが望まれるが、本試料はほぼその条件を満たすことを確認した。そこで、無荷重状態の多結晶 Fe-17 at%Ga 合金の異なる箇所の応力測定を行った。それらの測定による引張方向および幅方向の応力分布を図 3(a)に矢印で示す。また、図 3(b)には、21 MPa 程度の引張荷重を付加した状態でも同様の測定を行った結果を示す。赤色と青色の矢印は、それぞれ引張応力と圧縮応力を表わし、矢印の長さで応力の大きさを表わす。引張荷重を付加しても、無荷重状態とほぼ同じ粒界イメージが得られる。しかし、引張荷重を付加することにより、多くの個所で応力の大きさに変化が生じる。そこで、引張

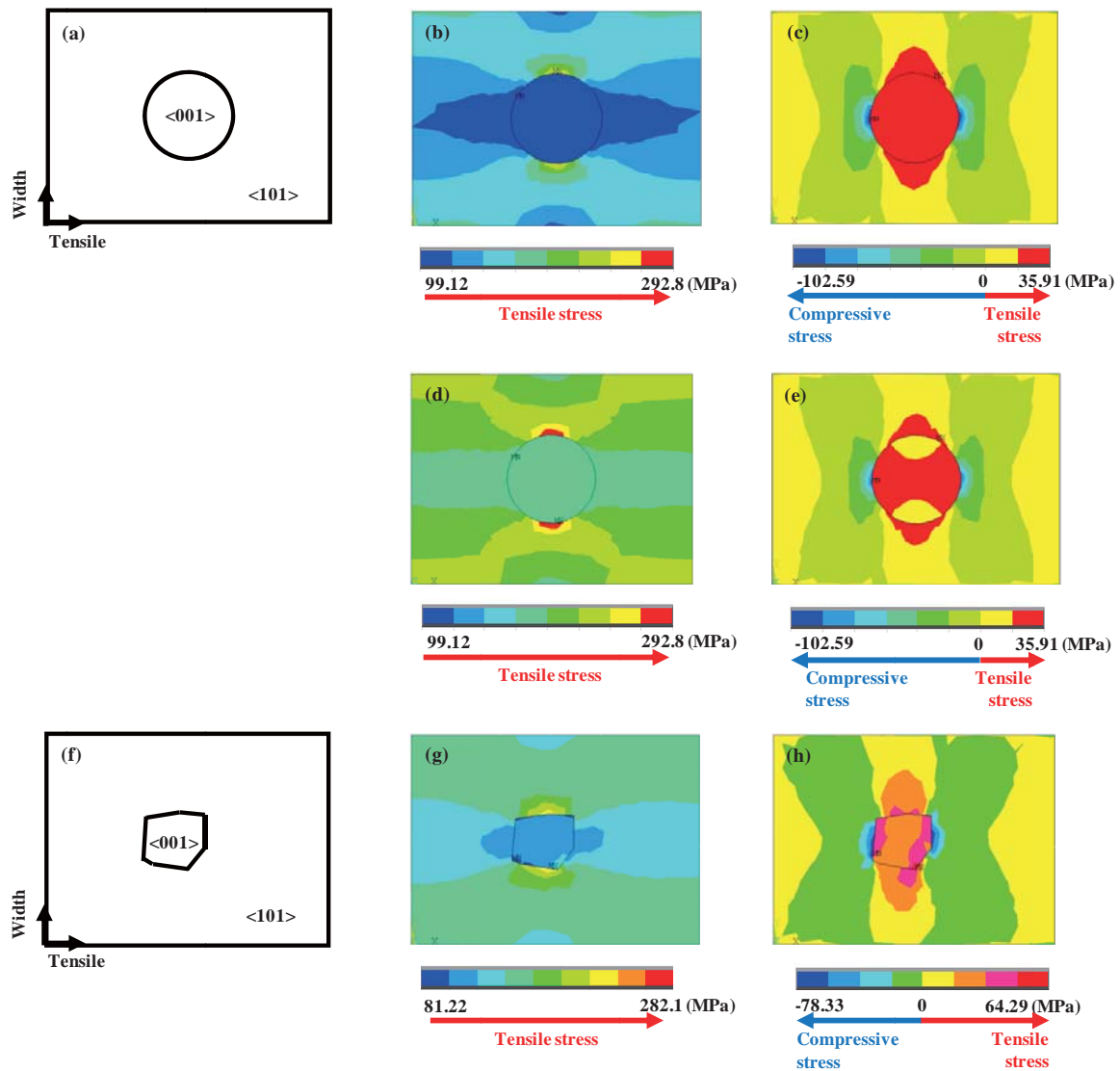


図 2. 模擬組織の 0.1% の引張弾性変形状態における応力分布シミュレーション結果。(a)単純化した模擬組織。Fe-17 at%Ga の弾性スティフネスを用いて計算した(b)引張方向および(c)幅方向の応力分布。比較のために Fe の弾性スティフネスを用いて計算した(d)引張方向および(e)幅方向の応力分布を示す。さらに、結晶粒の形状を考慮した模擬組織(f)においても、Fe-17 at%Ga の弾性スティフネスを用いて(g)引張方向および(h)幅方向の応力分布を計算した。

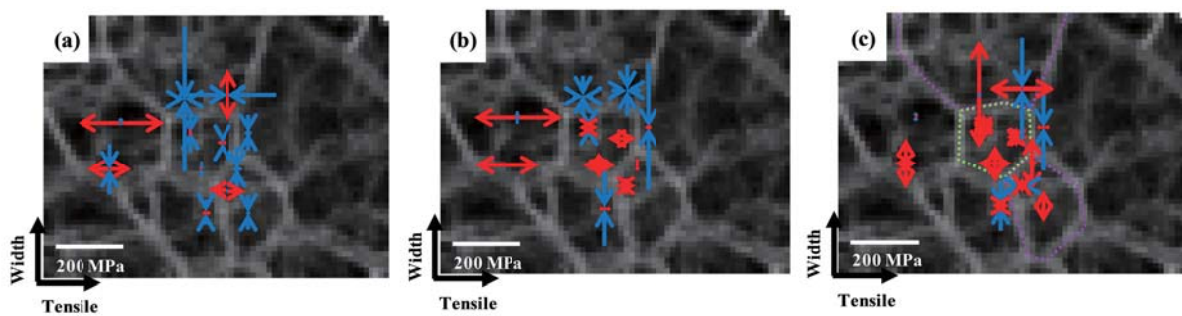


図 3. 白色 X 線マイクロビームを用いた応力分布測定結果。(a)無荷重状態および(b)21 MPa の引張荷重付加状態の応力分布。(c)無荷重状態と引張荷重付加状態の応力の差。矢印の長さで応力の大きさを表す。また、赤および青の矢印は、それぞれ引張および圧縮応力を表わす。

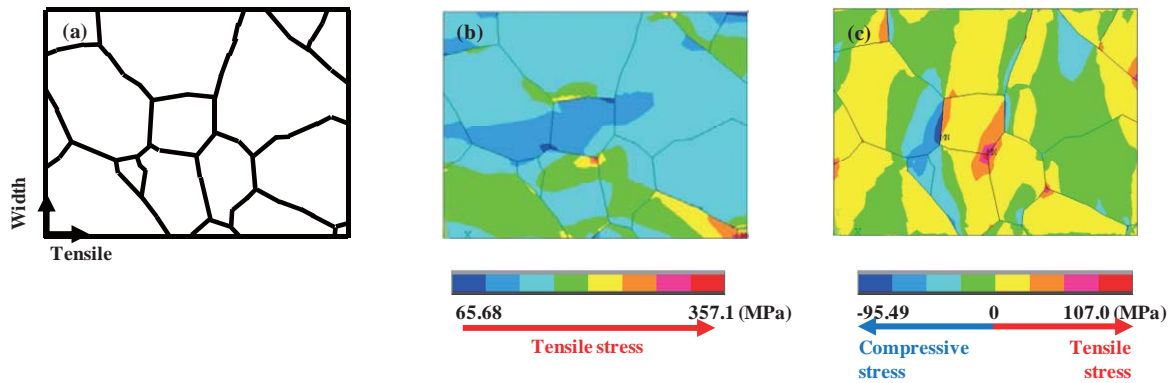


図 4. (a) 粒界イメージの観察領域全ての結晶粒の形状を考慮した模擬組織。0.1%の引張弾性変形状態における(b)引張方向および(c)幅方向の応力分布シミュレーション結果。図 1 の EBSD 測定結果を考慮して、計算には各結晶粒の結晶方位に対応した Fe-17 at%Ga 合金の弾性コンプライアンスを用いた。

荷重の付加による応力の変化を明確にするために、図 3(c)には、各箇所における応力の無荷重状態と引張荷重付加状態の差を示す。引張荷重を付加すると、引張方向には主に引張応力が生じる。一方、幅方向には圧縮応力だけでなく、多くの箇所で引張応力が生じる。ここで注目すべき点は、図 2 で示したシミュレーション結果から予想される通り、緑色の点線で囲んだ<001>近傍の方位の結晶粒では、粒内の異なる 3 個所で引張応力が生じることである。さらに、その粒子に隣接した紫色の点線で示した結晶粒でも引張応力が生じる。

図 3(c)の結果を詳細に検討するために、さらに詳細なシミュレーションを行った。具体的には、粒界イメージ観察領域全ての結晶粒の形状に類似の模擬組織(図 4(a))において、図 1 の EBSD 測定結果から見積った各結晶粒の結晶方位を考慮して Fe-17 at%Ga 合金の弾性スティフネスを用いてシミュレーションを行った。その結果を図 4(b)および(c)に示す。複雑な応力分布を示すが、図 3(c)で緑色の点線で示した結晶粒に対応する領域およびそれに隣接した図 3(c)で紫色の点線で示した結晶粒の応力測定個所に対応する領域では、幅方向に引張応力を示す。すなわち、図 4(a)の模擬組織の場合においても、図 2(a)および(f)の模擬組織の場合と同様に、図 3 に示した幅方向の応力分布と類似した特徴を示す。従って、本試験片において引張方向に<101>近傍の方位を持つ結晶粒に取り囲まれた<001>近傍の方位の結晶粒およびそれに近接した領域における引張荷重の付加による幅方向の引張応力は、Fe-Ga 合金の大きな弾性異方性に起因することが強く示唆される。

今後の課題：

白色 X 線マイクロビームを用いた応力分布測定により、引張荷重の付加により弾性変形させた Fe-Ga 合金において、引張方向に<101>近傍の方位を持つ結晶粒に取り囲まれた<001>近傍の方位の結晶粒内の複数箇所において、幅方向に引張応力が観測された。このような特色は、有限要素法を用いた模擬組織のシミュレーションにより、Fe-Ga 合金の弾性異方性に起因することが示唆された。今後は、せん断応力についても応力測定の解析および模擬組織を用いたシミュレーションを行う。その結果と合わせて包括的に検討を行い、大きな弾性異方性を示す Fe-Ga 合金の引張荷重の付加による弾性変形における応力分布の特色を明確にする。

参考文献：

- [1] A. E. Clark et al., *J. Appl. Phys.*, **93**, 8621-8623, (2003).
- [2] T. Ueno, S. Yamada, *IEEE Trans. Magn.*, **47**, 2407-2409, (2011).
- [3] R. A. Kellogg et al., *Acta Materialia*, **52**, 5043-5050, (2004).
- [4] K. Kajiwara et al., *ISIJ Int.*, **53**, 165-169, (2013).