

形状記憶合金 Fe-31.2%Pd (at. %)単結晶の 磁場誘起歪みの磁場応答性の研究

Experimental Study of Magnetic Field Induced Strain on Fe-31.2%Pd (at. %) Single Crystal
in Pulse and Static Magnetic Fields

秋田大学・工資 左近拓男, 長塩仁志, 舘洞竜矢,
大阪大・工 福田隆, 掛下知行
東北大・金研 小山佳一, 渡辺和雄

T. Sakon¹, S. Nagashio¹, T. Tatehara¹, T. Fukuda², T. Kakeshita², K. Koyama³ and K. Watanabe³

¹Faculty of Engineering and Resource Science, Akita University

²Graduate School of Engineering, Osaka University

³Institute for Materials Research, Tohoku University

1. はじめに

現在, Ni-Mn-Ga や Fe-Pd, Fe₃Pt に代表される強磁性形状記憶合金の巨大磁場誘起歪み(Magnetic Field Induced Strain, MFIS) が脚光を浴びている. これらの合金は, 産業用や医療用のマイクロマシン材料としての利用が期待されている^{1,2)}. 最も有名な例は Ni-Mn-Ga 合金である. Ni₂MnGa は Ulakko らにより MFIS が最初に発見された合金である^{3,4)}. この合金は磁場を作用させることでマルテンサイト転移に伴う歪みが最大で9%発生する. その後, 大阪大学の掛下らにより Fe-31.2%Pd (at. %)合金⁵⁾や Fe₃Pt 金属間化合物⁶⁾が開発され, いずれも2%から3%の MFIS が観測された. 最近では Ni-Mn-In 合金での MFIS 材の開発が東北大学の石田らにより行なわれている⁷⁾. 貝沼らは4元系にした Ni₄₅Co₅Mn_{36.7}In_{13.3} (13.3In) 合金において室温でマルテンサイト逆変態にともなう MFIS を観測した⁸⁾. 大きな歪みを示す MFIS 合金をアクチュエータなどの工業材料として利用するためには磁場に対する高速応答性が重要となる. 我々は瞬間的に強磁場を発生することができるパルス磁石を用いて, 代表的な MFIS 合金である Fe-31.2%Pd (at. %)について MFIS の高速磁場応答性を検討した^{9,11)}. 本稿ではその研究成果について紹介する. なお, 化学組成の表記については原論文の表記法^{5,6)}を用いることとする.

2. パルス磁石を用いた磁場誘起歪み実験装置

一連の研究で扱う形状記憶合金は, 磁場誘起歪みの転移磁場が1Tから10T程度であるので, 実験には強磁場が簡単に発生できるパルス磁石を用いている. マルテンサイト転移温度 T_M は合金により80K程度から室温程度と大きく異なるので, いくつかの磁石と冷凍機を組み合わせることで磁場誘起歪みの測定を行なった. Fe-31.2%Pd (at. %)の実験は秋田大学工学資源学部機械工学科に設置されたパルス磁場発生装置で行なった. 以前の実験⁹⁾では80Hz磁石を使ったが, 今回は水冷ビッター型の200Hzと600Hzのパルス磁石も用いて実験を行なった.

測定方法: キャパシタンス法 (静電容量法) による変位量測定¹²⁾ QuadTech 1615A

共振振動数: 90 kHz (交流電源: NF WF 発信器)

パルス電源: 100 kJ 8 mF 最大充電圧 5 kV

冷凍機はステンレス密封型、窒素ガスフロー

磁場方向と磁歪の方向: $H // \Delta L // [001]_p$ (母相で [001]方向)

測定温度: $T = 77\text{ K}$ (液体窒素温度)

最高磁場: $B_{\max} = 1.2\text{ T}$ とした.

いきなり強い磁場をかけずに, 定常磁場の歪みが飽和する程度の磁場で実験を行なった.

測定条件:

(a) 時定数 (半周期) $\tau = 6.8\text{ ms}$, $f = 80\text{ Hz}$

液体窒素冷却ソレノイド型

- (b) 時定数 (半周期) $\tau=2.7$ ms, $f=200$ Hz
 水冷ビッター型
- (c) 時定数 (半周期) $\tau=0.88$ ms, $f=600$ Hz
 水冷ビッター型 (新開発)

3. 実験結果と考察

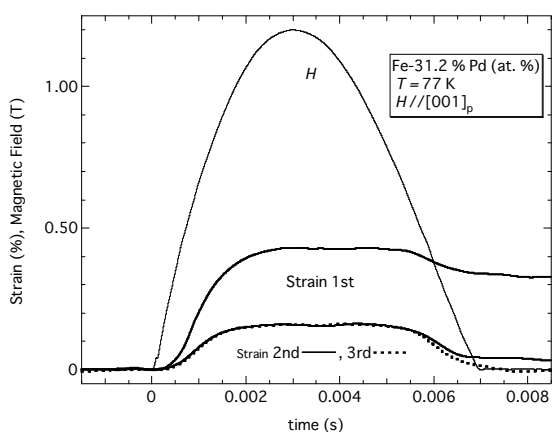


図1 条件 (a) , $f=80$ Hz のときの磁場誘起歪み

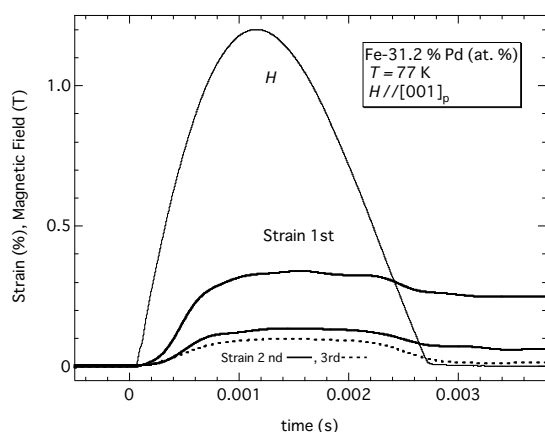


図2 条件 (b) , $f=200$ Hz のときの磁場誘起歪み

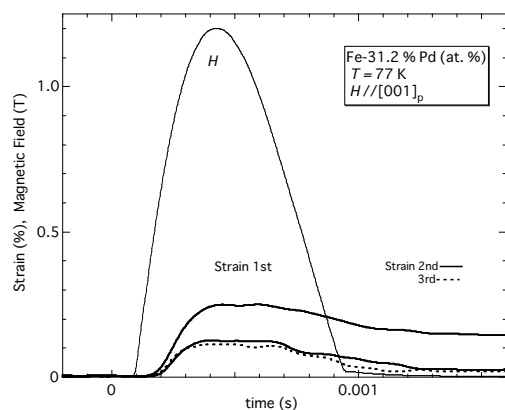


図3 条件 (c) , $f=600$ Hz のときの磁場誘起歪み

まずはじめに条件 (a) , $f=80$ Hz のパルス磁場中で実験を行なった. 図1に磁場及び磁場誘起歪みの時間依存性を示す. 磁場を全くかけない状態で室温 ($T=293$ K) の母相から, マルテンサイト転移温度 $T_M=230$ K よりも充分低温の 80 K まで液体窒素を用いて冷却し, 1 回目の磁場を印加して観測を行った. その後, 温度は 80 K のまま一定にして2回目, 3 回目と繰り返し磁場を加えた. 磁場はほぼ正弦波型の半周期のパルス磁場である. 他の磁石でも磁場の降下時の方が磁場増加時よりも変化が若干緩やかになるが, これはパルス回路の内部抵抗の影響だと考えられる. 1 回目のパルス磁場を印加し始めた瞬間から僅かに遅れて磁歪が発生する. 磁場が最大となる直前に磁歪量は一定となり, 0.4 % の磁歪を観測した. 最大磁場から磁場が降下すると 0.1 % 程度の回復歪みが観測された. また, 2 回目以降は 1 回目の回復歪み量と同じ量の 0.1% の磁歪が観測された. この回復歪みは定常磁場でも観測されており, 値もほぼ一致する. この Fe-31.2%Pd (at.%) は母相において室温付近でも Ni や Fe よりも大きな磁歪が観測されているので, いわゆる通常の磁歪とも考えられる.

さらに条件(b) 200 Hz (図2) と条件(c) 600 Hz (図3) の磁場誘起歪みについて実験を行なったところ, 条件 (a) と同様に 1 回目に大きな磁歪を観測し, 2 回目以降は 0.1% 程度の回復歪みを観測した.

各条件での 1 回目の磁場上昇時の磁場誘起歪みの量は振動数が高くなるにつれて減少しているように見えるが, 条件を変える毎に磁石を交換するために冷凍機を移動させた. そのために試料ホルダーの伸び縮みで 1 割程度の誤差が生じると考えられる. これを考慮すると, 磁歪量は振動数を高くしていてもほぼ同量か, わずかに減少したと結論つけられる.

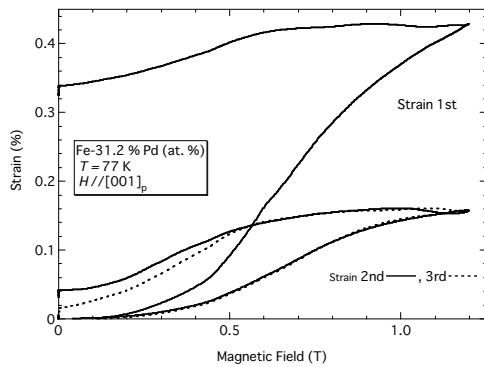


図4 条件 (a) , $f=80$ Hz のときの磁場誘起歪みの磁場依存性

図4には、条件 (a) $f=80$ Hz のときの磁場誘起歪みの磁場依存性を示した。1 回目の磁場誘起歪みについては、定常磁場では磁場上昇時に 0.4 T から 0.5 T で変化が激しいが、パルス磁場では 0.4 T から 0.8 T の間で大きく変化している。他のパルス磁場でも定常磁場よりも変化がなだらかになっているが、この原因としては、キャパシタンスブリッジからの交流信号を検知しているロックインアンプの時定数による遅れが考えられる。また、試料固定方法が、本実験と定常磁場の実験とで異なっていることも多少とも影響していると考えられる。

また磁場を降下する際は約 0.5 T まで一定で、それから低磁場側で収縮が起こっている。この様子は定常磁場とほぼ変わらない。先に述べたように、磁場が降下する速度は磁場を上昇させるときの印加速度よりも遅いので、定常磁場と同様の結果となったと考えられる。

4. 定常磁場中での磁場誘起歪み

東北大学金研強磁場センターの 15T 超伝導磁石を用いて定常磁場での磁場誘起歪みの観測を行なった。

磁場方向と磁歪測定方向はパルス磁石と同じく $[100]_p$ 方向である。

試料が 100 K 以下になってから磁場を加えたので、磁場上昇時の 0.7 T 以下の試料長の変化は温度変化によるものと考えられる。

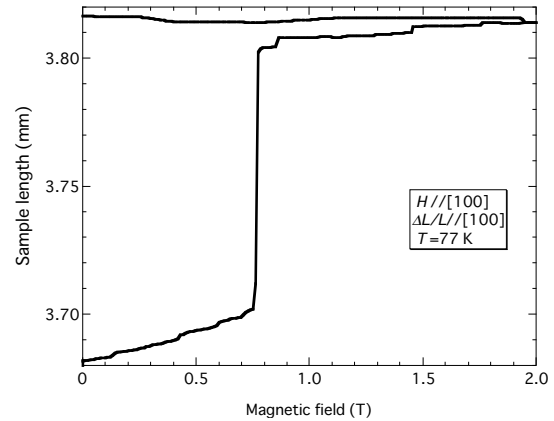


図5 Fe-31.2%(at.%)の定常磁場中での磁場誘起歪み

0.7 T で 77 K であるが、ここでの歪みの大きさ (試料長の変化量) は割合にして 2.8% であり、1 割程度の誤差を考慮しても以前に大阪大で測られた磁場通気歪みと同程度である。

転移磁場が 0.7T と、以前の大阪大での実験よりも転移磁場が高いが、上面は電極板、下面は接着剤で固定しているせいとも考えられる。

定常磁場では 3% の磁歪を示すが^{5,6)}、パルス磁場ではそれよりも小さな値となった。この原因として考えられるのは、結晶が双晶構造 (Variant) から単相に変化する時の「癖 (Habit) 」の影響も考えられる。

マルテンサイト相で実験を行なった後は室温の母相に戻して結晶を立方晶に戻してから再度冷却してマルテンサイト相の双晶構造にする。この試料は定常磁場での実験を終えた後にパルス磁場で実験を行なったので、本実験の前に何回か熱履歴や磁場印加を繰り返した際に癖がついて、規則正しい双晶にならなかった可能性が考えられる。

今後、DC から 80 Hz までの範囲での交流磁場での磁場誘起歪みや 600 Hz 以上の振動数での磁場誘起歪みを観測し、本物質の磁場誘起歪みの交流磁場振動数依存性をさらに詳細に調べたい。

参考文献

- 1) K.Otsuka and T. Kakeshita: *MRS Bulletin* **27** (2002) 91.
- 2) T. Kakeshita and K. Ulakko: *MRS Bulletin* **27** (2002) 105.
- 3) K. Ulakko, J. K. Huang, C. Kantner, R. C. O'Handley and V. V. Kokorin: *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996) 1966.
- 4) K. Ulakko, J. K. Huang, V. V. Kokorin and R. C. O'Handley: *Scr. Metall.* **36** (1997) 1133.
- 5) T. Kakeshita, T. Fukuda, T. Sakamoto, T. Takeuchi, K. Kindo, S. Endo and K. Kishino: *Mater. Trans.* **43** (2002) 887.
- 6) T. Fukuda, T. Sakamoto, T. Inoue, T. Kakeshita and K. Kishio: *Trans. Mater. Res. Soc. Jpn.* **29** (2004) 3059.
- 7) K. Oikawa, W. Ito, Y. Imano, Y. Sutou, R. Kainuma, K. Ishida, S. Okamoto, O. Kitakami, T. Kanomata: *Appl. Phys. Lett.* **88** (2006) 122507.
- 8) R. Kainuma, Y. Imao, W. Ito, Y. Sutou, H. Morino, S. Okamoto, O. Kitakami, K. Oikawa, A. Fujita, T. Kanomata and K. Ishida: *Nature* **439** (2006) 957.
- 9) T. Sakon, A. Takaha, Y. Matsuoka, K. Obara, M. Motokawa, T. Fukuda and T. Kakeshita: *Jpn. J. Appl. Phys.* **43A** (2004) 7467.
- 10) T. Sakon, A. Takaha, K. Obara, K. Dejima, H. Nojiri, M. Motokawa, T. Fukuda and T. Kakeshita: *Jpn. J. Appl. Phys.* PT.1, **46** (2007) 146.
- 11) T. Sakon, S. Yamazaki, Y. Kodama, M. Motokawa, T. Kanomata, K. Oikawa, R. Kainuma and K. Ishida: *Jpn. J. Appl. Phys.* PT.1, **46** (2007) 995.
- 12) G. Kido: *Physica B* **155** (1989) 199.