

## 第 6 章 結論

### 6.1 本研究の結論

本研究では、今後の情報通信機器の電力需要の高まりを踏まえ、電源回路出力部で交流分抑制のために用いられるチョークコイル用磁気コアや、現在、総発電電力のおよそ半分を消費している電動機に付随する電動機駆動用回路内で用いられるエネルギー蓄積インダクタ用磁気コア等に利用される小電力用低透磁率軟磁性材料の研究開発を行った。Fe-Cu-Nb-Si-B 系アモルファス薄帯を応力下で結晶化させ、ナノ結晶組織を形成した際に生じるクリープ誘導磁気異方性を利用し、高飽和磁化・低透磁率・低磁気損失を同時に実現すると共に、実際にトロイダルコアを作製し、その磁気特性を評価した。

本研究の成果は以下のようにまとめることができる。

異方性の誘導・緩和過程と結晶過程との関係を明確にすることで、透磁率低減に伴う磁気特性の劣化を抑制しつつ簡素な透磁率低減を達成することを目的に検討を行った。その結果は以下のように要約される。

- (1) 異方性付与過程において、張力熱処理を開始する際の温度を試料の結晶化温度以下とし、その後結晶化温度以上に昇温することが異方性の増加に有効であることが見いだされた。また、結晶過程において昇温率の増加により、張力あたりの異方性の増加が達成された。
- (2) 応力下での熱処理による結晶化において、その結晶化度により異方性の熱緩和量および熱緩和速度が変化することが見いだされ、本研究で提案する低透磁率・低磁気損失コアの実用化に際して、より安定な異方性を得るための指針が得られた。
- (3) 異方性の誘導・緩和過程と結晶化過程を詳細に検討したところ、異方性誘導を伴わず結晶化が進行する過程と急激な異方性誘導を伴いながら結晶化が進行する過程および異方性の安定度が向上する過程の 3 つの過程に分類できることが明らかとなった。

クリープ誘導磁気異方性を用いた低透磁率軟磁性材料の作製過程を、より簡素化することを目的に、ジュール加熱法と応力下連続焼鈍法の 2 つの新たな異方性誘導過程を検討した。ジュール加熱法についての検討結果は以下のように要約される。

- (4) ジュール加熱法では、0.5 秒の極短時間でも異方性の誘導が完了することが明らかとなり、熱処理時間を飛躍的に短縮できる可能性が得られた。
- (5) ジュール加熱を施す際の昇温率が、異方性および試料の彎曲に与える影響を検討したところ、低昇温率に設定することで、異方性の強度分布および彎曲の少ない試料が得られた。

本結果を踏まえ、コアへの応用際必要となる 50 cm 程度の長尺薄帯に異方性を付与し、試料内での異方性の強度分布を評価したところ、異方性の強度分布の少ない長尺薄帯が得られた。これらの結果から、ジュール加熱法による異方性誘導は、生産面で高いポテンシャルを有することが判明した。

応力下連続焼鈍法についての検討を要約すると以下のようなになる。

- (6) 応力下連続焼鈍では、長尺の試料を約 3 m/min の高速で作製することができた。
- (7) 連続焼鈍では、試料を加熱範囲内に固定して熱処理を施す熱処理法よりも 1.7 倍程度の張力あたりの伸び率が得られることが見いだされた。さらにこれを利用して、同じ異方性エネルギー値を得るために必要な熱処理時の張力値を、試料を加熱範囲内に固定して熱処理を施す熱処理法（第 3 章で用いた熱処理法）および他の研究者の報告と比較して 30～50 % 低減できることが明らかになった。
- (8) 熱処理温度を一定とし、移動速度を変化させ作製した試料の異方性の熱安定性を評価したところ、移動速度の増加に伴い異方性の熱緩和量が大きくなることが判明したが、得られた知見の(3)を踏まえ、熱処理温度を増加させることで、改善できることが明らかとなった。本結果から、高速においても熱安定性の高い異方性を付与できることが判明した。

異方性誘導過程および誘導手法に関する検討にて得られた知見を基に、実際にトロイダルコアを作製し、その磁気特性を評価した。その結果は以下のように要約される。

- (9) 磁気特性とトロイダル成形時のコア径との関係を検討し、急激に磁気特性が劣化するコア径（以後限界コア径と呼ぶ）が存在することが見いだされた。
- (10) 第 3 章および第 4 章での結果を踏まえ最適熱処理を施した試料を用いてトロイダルコアを作製し、磁気特性を評価したところ、他の代表的な低透磁率コアと比較して、最大磁束密度 0.1 T、測定周波数 0.1 MHz の条件下で 80 % 程度の低損失化が実現できた。作製したコアが示した損失値は、0.1～1 MHz の範囲で磁化回転を仮定した時のうず電流損失の計算値に一致し、理論限界までの低損失化が達成できた。また開発したコアはフェライトコアに比べて高飽和磁化を有し、フェライトコアと比較して約 2.5 倍の直流重畳下でも優れた特性を維持できることが確認された。
- (11) 作製したコアの高温特性を評価したところ、250 °C 付近まで磁気特性が劣化することなく、優れた磁気特性を保ったまま動作可能であることが明らかになった。

## 6.2 今後の研究課題および展望

本研究では、異方性誘導・緩和過程と結晶化過程の検討、新しい材料作製過程の検討および作製したコアの磁気特性の評価を行った。Table 5-4 に示したように、本研究で提案するコアの実用化には今後、生産面を中心とした研究が必要であると考えられる。今後の研究課題および展望としては以下の点が挙げられる。

### (1) 更なる磁気損失の低減

本研究で作製したコアは、磁気損失値が古典うず電流損失の計算値と一致し、理論限界までの低磁気損失を示した。今後、更なる損失の低減のためには、うず電流損失を抑制する必要がある。板厚の低減や高電気抵抗率元素の添加等を検討する必要がある。板厚低減に関して八木らは、真空雰囲気中で単ロール法にて、溶湯噴出時の圧力を変化させることで、3-10  $\mu\text{m}$  厚の Fe-Co-Cr-Si-B アモルファス薄帯を作製し、MHz 帯域で板厚の低減に伴い鉄損が低減することを報告している[1]。また、ナノ結晶材料においては吉沢らが、 $\text{Fe}_{7.4}\text{Co}_{70}\text{Ni}_2\text{Nb}_{2.6}\text{Si}_9\text{B}_9$  合金を用いて板厚 10~18  $\mu\text{m}$  の薄帯を作製し、複素透磁率の周波数特性を評価し、板厚の低減に伴い $\mu''$ のピークが高周波側にシフトし、高周波特性が改善されることを報告している[2]。これらのことから、本実験で用いた材料においても板厚の低減は鉄損低減に有効な手法であると考えられる。高電気抵抗率の元素の添加も、鉄損低減に有効な手法であると考えられるが、飽和磁化の減少に配慮しなければならない。張力あたりの異方性エネルギーの増加を助長するような高電気抵抗率添加元素を見いだせば、新たな展開が期待される。

板厚の減少によるうず電流損失の低減に関して検討するため、張力熱処理により異方性を付与した薄帯を、RF スパッタリング法にて板厚方向をエッチングし、2  $\mu\text{m}$  程度板厚を低減させた試料の損失を評価した。その結果を Fig.6-1 に示す。なお、Fig.6-1 には 2  $\mu\text{m}$  程度板厚の低減にて予想される理論計算損失値を破線にて示した。特に 1 MHz 以下の領域で板厚の低減前後でほぼ板厚の 2 乗に比例する損失の低減がみられた。この結果から、板厚低減がうず電流損失の低減に有効であることが了解されるが、スパッタリングによる板厚の低減は、各元素のスパッタ率の違いや、エッチングに要する時間が長い等、板厚低減の手法としては生産性が悪い。

また、一般的な板厚低減法である圧延法は、試料厚みが 20  $\mu\text{m}$  程度と薄いことから、本試料への適用は困難である。そこで、熱処理前のアモルファス状態の試料に、塑性変形を生じる引っ張り応力を印加し、板厚の低減をはかる手法が有効であると考えられる。本手法は、熱処理前の塑性変形により、無張力下での熱処理による異方性付与が期待され、今後の研究対象として興味深い手法であると考えられる。

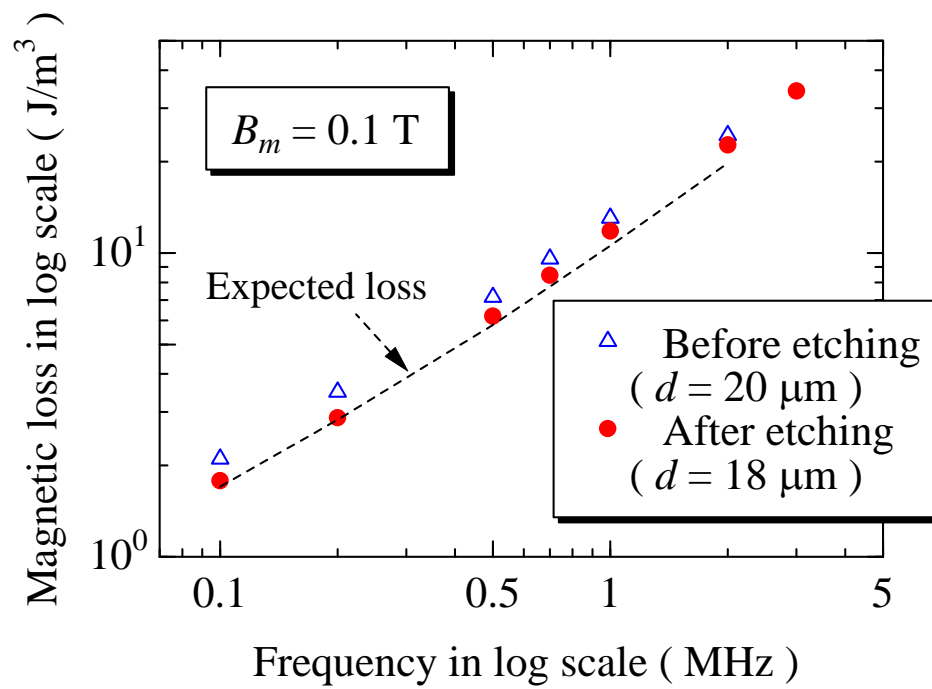


Fig.6-1 Effect of reduction in thickness of a ribbon on magnetic loss. Thickness of the ribbon was reduced by RF-sputtering

## (2) 圧縮力を利用した異方性付与

工業的には張力の代わりに圧縮力を利用することも検討の価値があると考えられる。ジュール加熱法での検討にて短時間での異方性誘導が可能であることが判明したため、長手方向への張力印加と同等の効果が期待される幅方向の圧縮と圧縮時の通電を複合させた熱処理法(圧縮通電法)が、新たな熱処理法として考えられる。この圧縮ジュール加熱法では、高い生産面に加えて、限界コア径の考慮が不必要となる長所を有している。

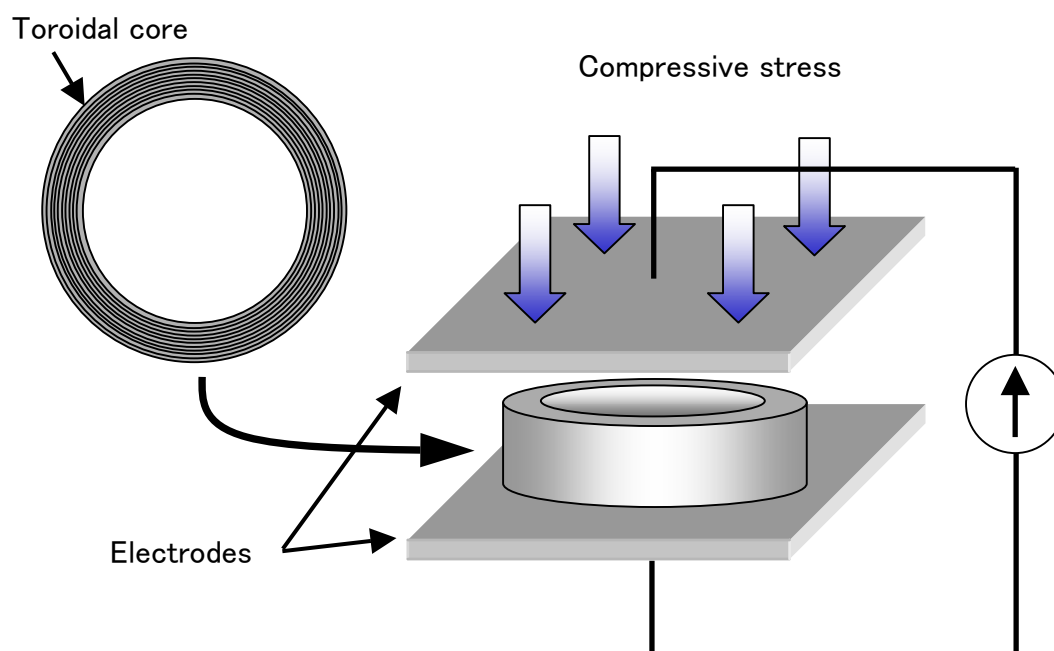


Fig.6-2 Schematic representation of new fabrication process of a toroidal core with creep-induced anisotropy.

## (3) 連続ジュール加熱法

本研究では、試料の両端を金属板ではさみ、その金属板を通じて電流を流すことで熱処理を施した。今後のジュール加熱法の展望としては、短時間・大量に試料を作製するという観点から、Fig.6-3(a)に示すように、アモルファス薄帯用リールとナノ結晶化後の試料巻取り用リールを設置し、両リール間に電極を設置し、連続的にジュール加熱熱処理を施す手法の開発が有効であると考えられる。また、Fig.6-3(b)に示したように、加熱源を加熱炉とすれば、連続焼鈍法にも応用可能である。

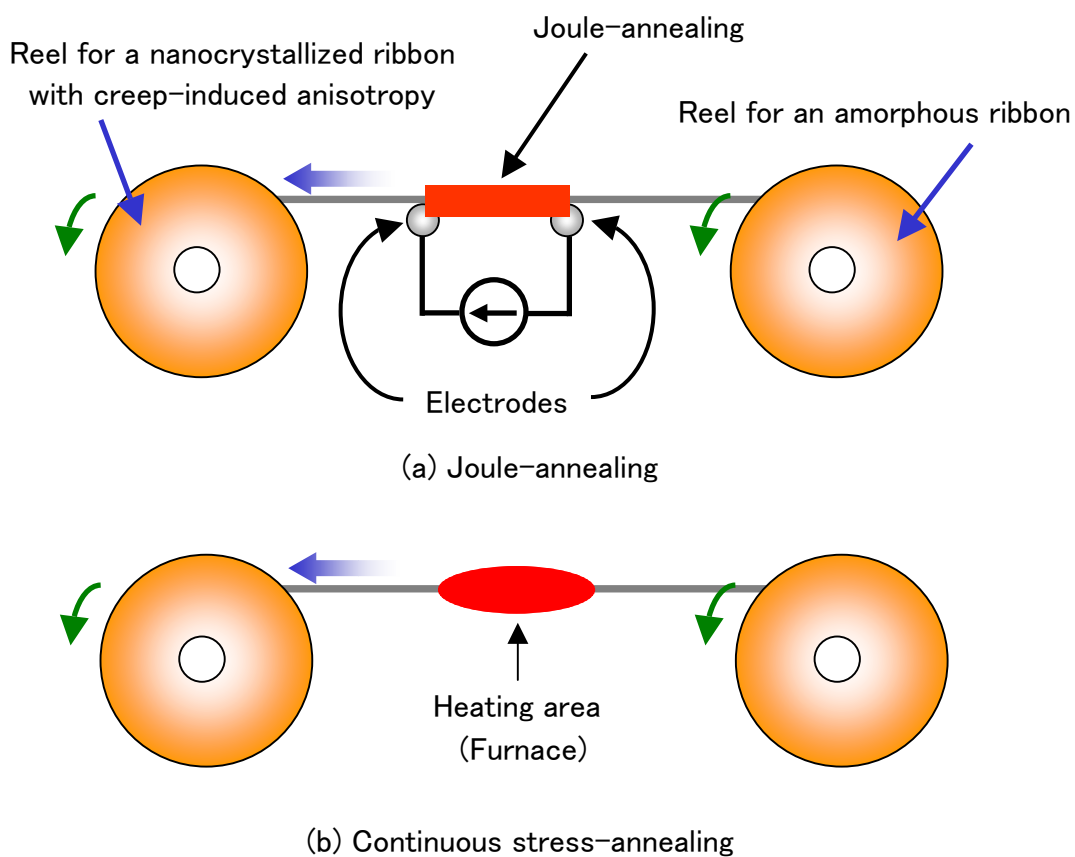


Fig.6-3 Joule-annealing method and continuous stress-annealing method to be investigated in the future.

連続ジュール加熱法の導入として、次の実験を行った。Fig.6-3(a)は電極を固定し、薄帯をアモルファス薄帯用リールから巻取り用リールまで移動させる手法である。この手法と同等の効果が得られると考えられる、試料を固定し電極を動かす手法 (Fig.6-4(a)) を用いた。更に、簡単のため Fig.6-4(b)に示すように電極の一方は固定し、他方のみを移動速度 5 mm/sec 程度で移動させた。4.2 節での検討結果より、電流密度は  $38.5 \text{ A/m}^2$ 、印加張力は 100 MPa とした。

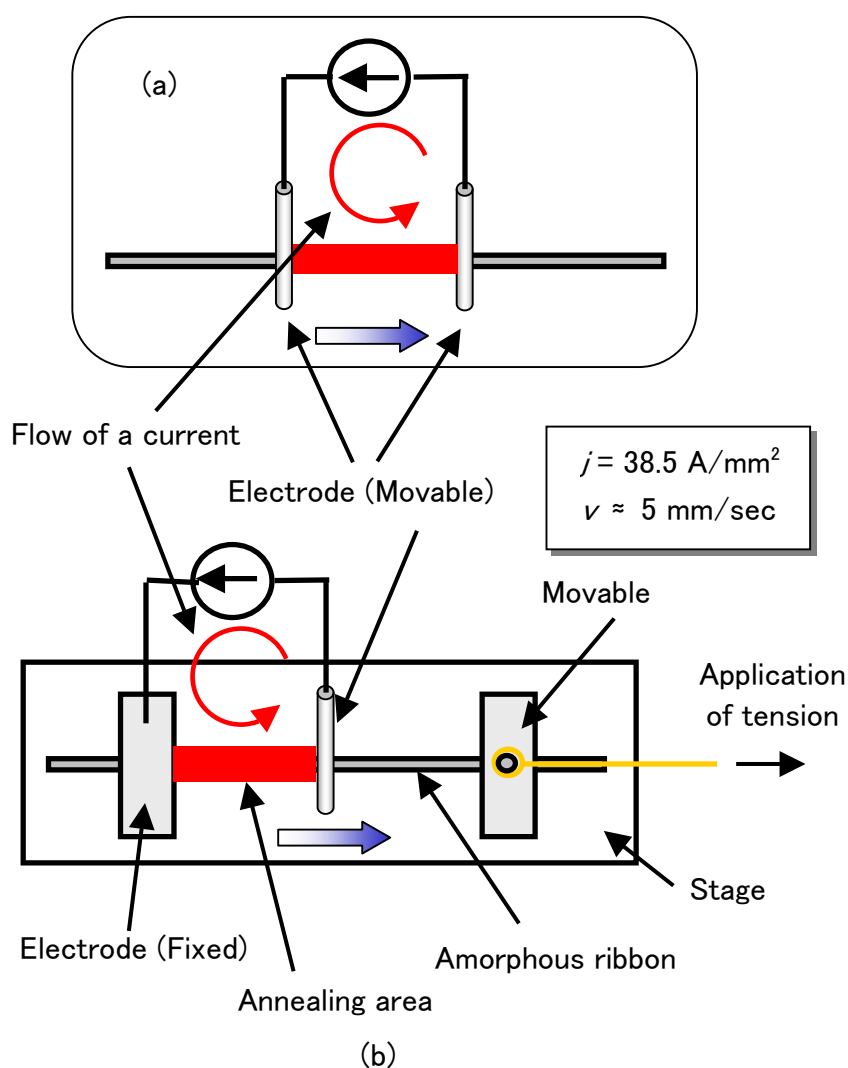


Fig.6-4 Schematic representation of annealing equipment used in an introductory experiment towards continuous Joule-annealing.

本熱処理により得られた試料のヒステリシスループを Fig.6-5 に示す. なお, Fig.6-5 には Fig.4-15 に示した高昇温率 ( $8100 \text{ A}/(\text{mm}^2 \cdot \text{min})$ ) でジュール加熱処理を施した試料のヒステリシスループを併記した. 連続ジュール加熱法により熱処理を施した試料と高昇温率でジュール加熱処理を施した試料の 2 つのループが一致した. 本結果は, 連続ジュール加熱法への応用の可能性を示唆するものとなった. しかしながら, 4.2.6 節にてより安定かつ均一に異方性を付与した薄帯を作製するためには, 低昇温率に設定することが望ましい結果が得られたことから, Fig.6-3(a)において, 電極形状や通電方法を工夫し, 電流密度強度に傾斜をつける等の更なる研究が必要であると考えられる.

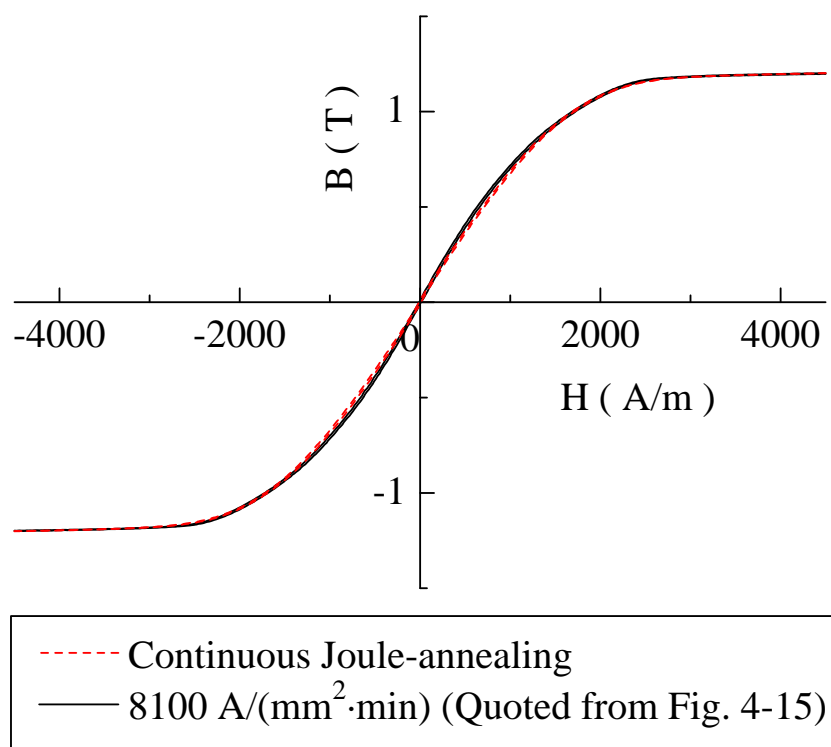


Fig.6-5 Hysteresis loop of a ribbon prepared by a continuous Joule-annealing method, together with that annealed at the current density of  $8100 \text{ A}/(\text{mm}^2 \cdot \text{min})$ .



## (5) 物性研究への連続焼鈍法の応用

本研究では連続焼鈍を用いた異方性誘導過程を、工業的見地から検討した。その中で4.3.6節にて得られた同程度の異方性強度を有しつつ内部のアモルファス相の量が異なる試料を大量に作製可能であるという結果は、物性研究の面で興味深いと考えられる。Fig.6-6に示した相関図のように、アモルファス相と結晶相の構成比は異方性強度、磁気歪み、ヤング率、電気抵抗率等、様々な物理定数に影響を与える。これまでは、異方性、磁気歪み、結晶割合については比較的多くの研究が行われてきたが、結晶割合とヤング率および電気抵抗率の関係を明確化した報告は無い。コアへの応用を考慮すると、ヤング率は限界コア径(5.2.2節)に、また電気抵抗率はうず電流に、それぞれ影響を及ぼすため、欠かすことのできない重要な物性値となる。連続焼鈍法では熱処理温度や移動速度を制御することで、比較的容易かつ結晶割合を制御した試料を大量に作製できる。結晶割合とヤング率・電気抵抗率の関係を明確化することで、より細かな設計仕様にも応えることが可能となり、コアの更なる性能改善が可能となると考えられる。

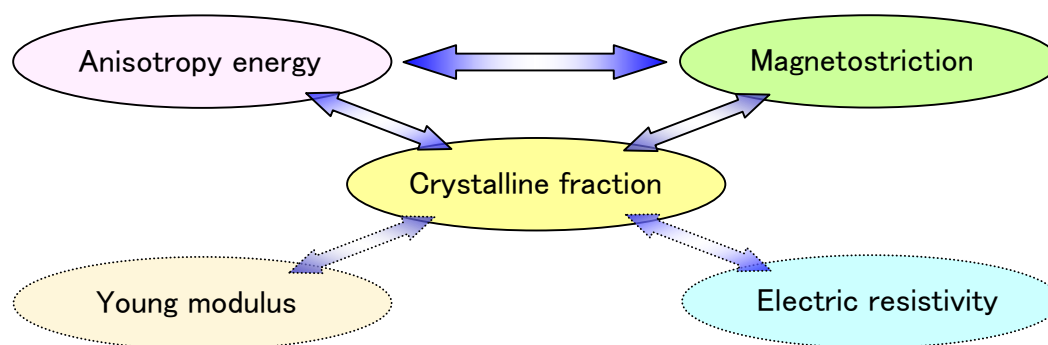


Fig.6-6 Correlation diagram of crystalline fraction and other physical constants.

## 参考論文

- [1] M. Yagi, T. Sawa, *IEEE Trans. Magn.*, **26** (1990) 1409.
- [2] 吉沢 克仁, ナノヘテロ構造を利用した高性能軟磁性材料の開発, 科学技術振興調整費成果報告書: ナノヘテロ金属材料の機能発現メカニズムの解明に基づく新金属材料創造に関する研究, (2003) 116.

## 謝 辞

本論文は、著者が長崎大学工学部 4 年生の時から、同大学院修士課程および博士課程の計 6 年間に渡り、長崎大学工学部電気電子工学科 福永博俊教授のもとで行ってきた“高性能低透磁率コア用ナノ結晶軟磁性材料開発に関する研究”の成果をまとめたものであります。本研究の遂行および論文の執筆において数々の御指導、御助言を賜りました福永博俊教授に深く感謝致します。

本研究を進めるにあたり、試料を作製、御提供頂きました日立金属(株)吉沢克仁氏に心より感謝致します。御提供いただいた試料にて再現性よく実験結果を得ることができ、研究を進展させることができました。時に貴重な御意見・御助言いただきましたことに対しましても御礼申し上げます。

本論文をまとめるにあたり、有益な御指導および御助言を賜りました長崎大学工学部 藤山寛教授、羽坂雅之教授にこの場を借りて厚く御礼申し上げます。また実験、論文執筆、生活、その他多くの場面におきまして、最も多く、最も気軽に相談に応じていただきました長崎大学工学部 中野正基助教授、実験装置作製および修理の際のご助言等を賜りました長崎大学工学部 高橋賢一郎技官および測定装置の改善の際等、多々便宜を取り計らっていただきました長崎大学工学部 金井泰久前講師に深く感謝致します。

本研究に関する実験装置の扱い等、直接の御指導を賜りました長崎大学工学部電気電子工学科 福永・中野研究室の諸先輩方および実験遂行の手助けを賜りました同研究室の方々に感謝申し上げます。

研究室の皆様とは家族以上に共有する時間が多く、6 年間を振り返ると様々な思い出がよみがえり感慨深くなります。6 年間研究を続けることができ、本論文を無事に著すことができたのは良き指導者に恵まれたということはもちろんのこと、良き研究室のメンバーに恵まれたということも大きな要素であったと感じております。皆様とは 1 年、2 年もしくは 3 年の付き合いではありましたが非常に充実した時を過ごす事ができました。皆様の益々の活躍を祈念し、謝辞とさせていただきます。

柳 井 武 志