

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
 【部門区分】第 3 部門第 4 区分
 【発行日】平成 17 年 5 月 12 日 (2005.5.12)

【公開番号】特開 2003-96529 (P2003-96529A)
 【公開日】平成 15 年 4 月 3 日 (2003.4.3)
 【出願番号】特願 2001-290285 (P2001-290285)
 【国際特許分類第 7 版】

C 2 2 C 19/03
 B 2 2 D 11/00
 B 2 2 D 11/06
 C 2 2 C 1/00
 C 2 2 C 19/07
 // H 0 5 B 6/32
 H 0 5 B 6/44
 C 2 2 K 1:00

【F I】

| | | |
|---------|-------|---------|
| C 2 2 C | 19/03 | A |
| B 2 2 D | 11/00 | D |
| B 2 2 D | 11/06 | 3 6 0 B |
| C 2 2 C | 1/00 | P |
| C 2 2 C | 19/07 | C |
| H 0 5 B | 6/32 | |
| H 0 5 B | 6/44 | |
| C 2 2 K | 1:00 | |

【手続補正書】
 【提出日】平成 16 年 6 月 25 日 (2004.6.25)
 【手続補正 1】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0 0 3 0
 【補正方法】変更
 【補正の内容】
 【0 0 3 0】

流下した溶湯は急冷用回転ロール上で急冷凝固させて組織制御を行ない、材料の高性能、高機能化を計ることができる。図 3 の右側の模式図は、ランダム方位の多結晶である合金インゴットが急冷凝固により異方性の組織制御合金となる様子を示している。図 3 の H は、磁場、熱量、L は元の長さ、 L は、変体の伸び、ひずみ (磁歪、形状記憶変化) を示している。この方法によれば 40 ~ 300 ミクロン厚さの薄帯や直径 30 ~ 200 ミクロン程度の細線を製造できる。

【手続補正 2】
 【補正対象書類名】明細書
 【補正対象項目名】0 0 3 2
 【補正方法】変更
 【補正の内容】
 【0 0 3 2】

結晶構造解析

バルク試料および薄帯試料の結晶構造は、プレート状のまま CuK α 線を用いて X 線回折を行い、ホイスラー型合金であることが確認された。得られた X 線回折のデータを図 4 に示す。図 4 から、 $2\theta = 43^\circ$ に現れる {220} ピークが 2 本に分離していることが

ら、ホイスラー型正方晶であり、マルテンサイト相が存在することが確認される。さらに、薄帯における $\{200\}$ ピークの分離がバルク試料より著しいことから急冷凝固法がマルテンサイト相形成に有効に作用することがわかる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0035】

磁化測定

各試料の磁気特性は振動試料型磁力計 (VSM) を用い最大印加磁場 (H_{max}) = 5 kOe とし、磁化 - 印加磁場曲線 (M-Hループ) を測定することにより行われた。得られた M-Hループを図6に示す。図6は、 $Co_{50}Ni_{21.25}Ga_{28.75}$ のバルク試料と急冷薄帯試料の $\theta = 0^\circ$ と 90° 方向別の M-Hループである。ここでは、図8(b)に示すように印加磁場方向と薄帯平面との間の角度を表す。両試料の $\theta = 0^\circ$ 方向における M-Hループは 5 kOe で飽和し、約 45 emu/g の磁化を持ち、強磁性体であることがわかる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0036

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0036】

さらに、図6の測定より求めたバルク試料と急冷薄帯試料に対する方向別の保磁力 H_c の値を図7に示す。バルク試料の保磁力は方向に依らず等方的で、ランダム方位結晶材料であるのに対し、急冷試料の保磁力は $\theta = 70^\circ \sim 80^\circ$ で約 1400 Oe もの保磁力を示し、この方向に極めて強い結晶異方性をもっていることを示している。この現象は他の4種類の合金薄帯でも現れた。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

磁歪測定

磁歪の測定は、まず、大気中、室温 (293K) で 8 kOe までの磁場中で試料表面に貼付した歪ゲージを用いて行なった。測定中、試料はアクリルの棒状ホルダーに固定され、磁場中心にくるように上部架台より吊下げられた。また急冷試料は試料作製時の長手方向 (RD方向) を回転軸として固定し、Bulk試料は平面内の1方向を回転軸として固定し、それぞれ試料面に対し垂直な方向 (厚さ方向) に印加された時の測定方向を $\theta = 90^\circ$ と定義している。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

磁場発生装置はJOEL(株)製を用いて行なった。使用条件は、磁極間隔 30 mm で使用し、60 V - 30 A で 8 kOe の磁場を得る。供給電圧は、定電圧装置を用い、電流は手動により設定した値を供給する。図8(b)に印加磁場の方向を示す。図8(a-1)と(a-2)はそれぞれ $Co_{50}Ni_{21.25}Ga_{28.75}$ の Bulk 試料および急冷薄帯試料にお

ける磁歪の方向依存性を示すグラフである。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

図8 (a-1)のBulk試料(等方的でランダム方位結晶材料)の磁歪は $= 0^\circ$ 方向で 25 ppm と小さいのに比べて、図8 (a-2)の急冷薄帯試料の磁歪は、 $= 80^\circ$ で最大磁歪 90 ppm が出現し、強い結晶異方性があることがわかる。この結果は、図7に示す保磁力の方向依存性とほぼ一致し、急冷凝固法により生じた強い結晶異方性によりマルテンサイト双晶界面が一方方向に移動しやすいことを示す。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0041

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0041】

磁歪の温度依存性

形状記憶(回復)効果を発現するCoGa系合金でのマルテンサイト双晶の発生・移動・消滅を伴う相変態温度を挟む各温度での磁歪測定を行なうために、熱電対を歪ゲージ貼り付け部の近傍に固定し、温度一定制御下での磁歪を測定した。試料の温度制御はジュワー瓶の中の液体窒素と銅製の試料台に巻かれたヒータ電流を調節することにより行われた。図10における磁場の印加方向は、室温で大きな磁歪の現れた $= 50^\circ$ に固定された。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0042

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0042】

図10は3種類の急冷薄帯の磁歪の温度依存性を示す。この図は、 350 K 付近でピークを示し、磁歪は大きくなる。さらに、約 150 K 以下の温度で -100 ppm を遥かに越える大きな磁歪を示し、 8 kOe の印加磁場でも、まだ飽和しない。また 150 K の磁歪量を比較するとGa量の減少に比例して増加し、 150 K よりも低温領域では、磁場によりマルテンサイト双晶界面の移動が活発化する相変態が存在している。故に、 140 K 以下の温度で 8 kOe 以上の印加磁場の条件下では、さらに大きい巨大磁歪が得られる可能性がある。