公益財団法人

応用科学研究所 令和2年度研究成果報告書

第28号

2020FY RESEARCH REPORT

No.28

2021

RESEARCH INSTITUTE FOR APPLIED SCIENCES

1. 研究員による成果

高耐熱性材料の開発に関する研究	長江	正寛	1
鉄鋼材料の塑性変形形態と材料特性に関する研究	長江	正寛	
	久保	愛三	3
リサイクル炭素繊維を活用した高剛性 CFRP 遠心抄造法及び			
橋梁用 CFRP 補修工法の研究開発	長江	正寛	4
久保研究室の公表論文	久保	愛三	5
歯車装置と潤滑			

2. 特別研究員による成果

銀被覆ビスマス系および実用超電導線材の	
機械的および電磁気的特性の評価 長村 光造 17	,
IEC 国際標準化 長村 光造 19)
松浦研究員の公表論文 松浦 裕 21	
Magnetization reversal of (Sm,Ce) ₂ (Co, Fe, Cu, Zr) ₁₇ magnets as per soft x-ray	
magnetic circular dichroism microscopy	
Observation of magnetization reversal process for (Sm,Ce) ₂ (Co, Fe, Cu, Zr) ₁₇	
magnets by soft X-ray magnetic circular dichroism microscopy	

3. 共同研究員による成果

安全情報を伝えるメディアの研究	尾池	和夫	31
エネルギーマネジメントにおける制御アルゴリズム開発	太田	快人	
	平田	研二	34
大規模分散電源による電力系統の安定化	舟木	岡山	35

研究員による成果

高耐熱性材料の開発に関する研究

材料評価・開発研究室 長江正寛

受託先名:株式会社アライドマテリアル

1. 目的

高融点金属である Mo は、核融合炉壁材等の超高温耐熱真空部材として有望である。しかしな がら、1000°C 以上での使用によって再結晶化し高温強度が大きく低下するのみならず、脆弱な 結晶粒界に起因する低温脆性を示すことが大きな問題となっている。この問題を克服するために、 我々は Mo 合金の希薄 CO ガス熱処理法を考案し、炭素の粒界偏析による粒界強化と内部酸化に よる粒子分散強化の同時発現が可能である事を見出だした(1)。 しかしながら、この手法は材料 表面からの拡散反応が律速となるため、大型の部材には適用が困難である。

本研究では、液体ジルコニウム源を含浸させた Mo 粉末を焼結することで、微細なジルコニア (ZrO₂)粒子が均一に分散した、高強度・高靭性 Mo-ZrO₂系耐熱複合材料の作製を目指す。前年度 までの研究により、液体ジルコニウム源に少量の Y₂O₃ 前駆体を添加すると、状態図では単斜晶 構造となる組成であっても、正方晶ジルコニアを Mo 焼結体中に微細分散させることが可能であ る事がわかった。今年度はイットリア量ならびにジルコニア量を変化させた種々の Mo-ZrO₂-Y₂O₃系焼結材料をホットプレスによって作製し、その機械的特性等について検討した。

2. 成果

今年度はジルコニア中のイットリア含有量が 0.5~3mol%となるように前駆体を調整し、ホットプレス焼結体を作製した。状態図では 3mol%未満では室温で単斜晶構造となる組成である。基本組成は Mo-1%(Zr,Y)O₂であるが、一部の試料についてはジルコニア量が 4%となるよう調整した。焼結体切断面の X 線回折の結果、イットリア添加量が増えるに従い正方晶ジルコニアの割合が増加することが明らかとなった。電解研磨により加工変質層を除去すると、さらに正方晶ジルコニアの割合は増加した。これらの試料の低温延性を 3 点曲げ試験により評価した。機械研磨したままの場合と、電解研磨した場合を比べると、機械研磨したままの方が脆化し始める温度は高いが、延性・脆性遷移温度は両者においてほとんど差がない事が明らかとなった。1%ZrO₂(0.5~1.5mol%Y₂O₃)添加試料の 延性・脆性遷移温度はいずれも-110℃付近であり、本焼結体は十分な室温延性を有していることを確認した。引張試験により高温強度を検討した結果、ジルコニア量を4%とする事で、1200℃における降伏強度が 200MPa を超えることが明らかとなったが、ジルコニアの凝集により延性は低下することが分かった。

参考文献

(1)M. Nagae, N. Ise, J. Takada, Y. Hiraoka, T. Takida ; J. of the Japan Society for Heat Treatment, Vol.49, 667-670(2009)

3. 成果の公表

成果の一部は令和3年秋の学会等で発表する予定である。

報告書作成日 令和3年4月13日

鉄鋼材料の塑性変形形態と材料特性に関する研究

長江正寛 久保愛三

1. 目的

近年、コストカットへのさらなる要求と材料調達のグローバル化により、同一規格の鋼種であ れば可能な限り安価な材料を求めようとする傾向が強まりつつある。しかしながら、それに伴い、 歯車等の重要機械部品に関して、材料の品質に起因すると考えられる損傷事故が増えているのも 事実であり、購入した鋼材の品質検査の重要性が高まっている。こうした背景から、我々は、数 百~数千点のビッカース硬さを短時間で測定可能な「多点硬さ自動測定装置」の開発に取り組ん でおり、超多点のマイクロビッカース硬さ測定は、鋼材の実用特性に影響しかねない組織、合金 成分分布などの不均一性を顕在化し、素材や熱処理の良否の判断や、機械部品の損傷原因の推定 に対して有益な指針を与えることが明らかになりつつある。

今年度は前年度に引き続き各種鋼材の多点硬さ測定を行うとともに、X線回折による多点半価 幅測定を行い、多点硬さ測定との比較・検討を行った。

2. 成果

X線回折による多点半価幅測定は、パルステック工業株式会社製のμX360sを用いて行った。 本装置では、多結晶体にX線を照射した際に得られるデバイ環についての情報を得ることが可能 であり、1測定につきデバイ環を500分割した半価幅情報が記録される。当然ながら、500分割 した個々の半価幅は相当なバラツキを示す事が予想されるが、通常はこれらを平均化して、X線 照射径 2mm の範囲における半価幅として出力される。一般的に、硬さとX線半価幅の間には相 関があることが知られているが、硬さのバラツキとデバイ環 360度における半価幅のバラツキの 相関については殆ど明らかにされていない。一部の鋼材について、多点硬さ測定の結果と、X線 半価幅のバラツキを比較した結果、硬さのバラツキの2次元的分布と、半価幅のバラツキ2次元 的分布が比較的良い一致を示す場合がある事が分かった。また、X線照射径 2mm の範囲の平均 硬さと多点半価幅測定結果が比較的良い一致を示す場合がある事も明らかとなった。これらの結 果は、X線照射によって得られるデバイ環は、照射範囲における硬さのバラツキを反映した情報 を含んでいることを示唆している。

報告書作成日 令和3年4月13日

リサイクル炭素繊維を活用した高剛性 CFRP 遠心抄造法 及び橋梁用 CFRP 補修工法の研究開発

材料評価・開発研究室 長江正寛

令和2年度中小企業経営支援等対策費補助金(戦略的基盤技術高度化支援事業)

1. 目的

本事業では、用途開発が希求されているリサイクル炭素繊維を原料に使い、世界初の CFRP 遠 心抄造法と過熱水蒸気を用いた加熱圧縮成形技術の確立により、従来製法では解決できなかった 不連続炭素繊維の一方向化と高密度化を実現し、高強度・高剛性で安価なリサイクル CFRP 板を 開発する。また、本製品を活用し、接着接合とボルト接合を併用した橋梁補修工法を開発するこ とにより、老朽化が社会問題となっている橋梁補修の事業化を実現する。

本年度は、正規 CFRP 板及びリサイクル CFRP 板の TEM 観察試料作製技術の確立を主目的とし、 イオンビーム加工装置による薄片試料の作製を試みた。また、リサイクル CFRP 板の繊維配向性を 検討する目的で、X 線 CT スキャン測定による繊維配向評価を試みた。

2. 成果

今年度の目標は「観察試料作製技術の確立」であり、イオンスライサによる TEM 観察試料の 作製を試みた。イオンスライサ加工では、マスキングベルトの上から Ar イオンビームを傾斜さ せて照射することで、ベルト直下部分が斜めに薄片化し、試料に微細な孔が開く。正規 CFRP な らびにリサイクル CFRP 板はいずれもイオンスライサ加工による薄片化が可能であり、電子線が 透過する薄片試料を作製出来ることが分かった。イオンスライサ加工した正規 CFRP 板の STEM 観察を行ったところ、エポキシ樹脂部分にボイドが認められた。一方、リサイクル CFRP 板では、 炭素繊維とナイロン樹脂との間に隙間が認められた。これらの違いは樹脂の熱膨張率の差による と考えられ、今後の検討課題であるが、TEM 観察に必要なレベルの薄片試料作製技術の目途が 立った。

X線CTスキャン測定により加圧成形前の遠心抄造シートについて繊維配向解析を試みた結果、 従来抄造品はほぼランダムな繊維配向であるのに対し、遠心抄造品は 90 度付近(シートの長手方 向)を中心とした繊維配向分布を有しており、長手方向への一方向化が定量的に評価できることが 分かった。また、遠心抄造シート内には厚さ方向に繊維配向の偏りが認められ、遠心抄造機への 材料(スラリー)投入初期の繊維配向が不十分であることも明らかとなった。

報告書作成日 令和3年4月13日

久保研究室の公表論文

久保研究室 久保愛三

令和2年度は、下記の発表があった。

歯車装置と潤滑 月刊「トライボロジー」 2020年12月号 (NO.400)

以下、寄稿文を掲載する。

公益財団法人応用科学研究所 久保愛三

運用後の歯面の状況

潤滑状態が良くなるような特別の設計と製造を行ったはすば歯車を耐久運転した。ドライサンプ潤滑系に10μmメッシュのフィルタを設け、可能な限り異物の除去に努めた。歯面接触応力2.1GPaで2.4 × 10⁷回運転後の歯面には、図1 に見られるように仕上げ研削の砥粒通過痕がまだ多く残っており、歯面が流体潤滑状態で運転されていたことが分か る。しかし歯面には多くの異物のかみ込み痕が認められ、最小油膜厚さより大きい異物が歯面を削り、その際、歯面 が局所的には熔けるほどの高熱を発していたことが、スクラッチ痕の脇に鉄が熔けて固まった球状の物体が存在する ことにより確認できる。歯車においてはスクラッチングの発生は不可避である。いかに潤滑油管理をしようとも、摩 耗粉の発生やスクラッチングを完全に無くすことはできないが、それをどの程度に抑えられるかが重要である。



図1 重負荷運転後の歯面に残った仕上げ研削痕と異物のかみ込み痕

図2は2.3GPaの接触応力で1×10⁶回程度運転した浸炭焼入れ研削はすば歯車のピッチ線あたりの3D歯面形状を歯筋方 向に投影して、歯形の上で歯面の粗さの変化を見たものである。図では横方向と縦方向の表示倍率が極端に違うため に針状に表現されているが、歯面の拡大写真から球状の付着物が確認されている。ピッチ点(転がり接触点)から離 れるに従い付着物の数と直径が増えている。歯面の相対滑りはピッチ点からの距離に比例的に増加することから、球 状付着物の発生が歯面の滑りの大きさに相関をもっていると考えられる。歯面が強い圧力で接触し滑りながら動いて 行く際、粗さの頂部(研削目の畝の頂部)が削り取られ、局所が熔融する。かみ合いを外れると急速に冷却され、焼 き入れされて硬く凝固する。歯面上に付着した摩耗粉はかみ合い時に歯面にスクラッチング傷をつけ、歯面に残らな かった摩耗粉は潤滑油中にばら撒かれ、そのうちに歯面にかみ込まれる。



図2 歯形方向の歯面の表面粗さと付着異物

建設機械のように荒い条件で運転され、潤滑油の交換も環境の良くない現場でされる場合には、砂粒等が混入することは避けがたい。歯面はかなり大きな異物をかみ込み、浸炭焼入れ歯車でも図3のように凸凹の状態になるが、それ でも問題なく運転が続けられる強さが歯車には要求される。異物をかみ込む歯車においては、歯面粗さの向上が歯面 耐力の向上に結び付かないのは当然である。



図3 かなり大きな異物をかみ込んで運転されていた歯車の歯面

図4も摩耗粉をかみ込んで運転された歯車の歯面で、浸炭焼き入れされ極めて硬くなっているにも関わらず、異物を かみ込んだ時に歯面が塑性変形して周辺がクレータ状に盛り上がり、そこが摩耗して円形に近い摩耗部ができてい る。また、かみ込まれた鉄系の異物が歯面でクラッシュされるときの発熱で熔け、固まった球状の物体の存在がクレ ータの底に確認できる。



図4 鉄系異物のかみ込み痕とその底の熔融凝固鉄球

図5は、歯筋クラウニングと歯形修整を施したはすば歯車の、駆動歯(上図)と被動歯(下図)の損傷初期例である。 歯面の片当たりが歯車寿命にとって致命的にならないために歯筋にクラウニングを与えるのが現在の多くの歯車であ る。それがもたらすデメリットとして、歯形の出張った歯幅中央部で接触応力が高くなるほか、相手歯車の歯先のエ ッジが歯元歯面を攻撃するトロコイド干渉が激しく起こる。その結果、図の歯車では歯元に凝着摩耗を起こしている。 中大形浸炭焼入れ研削の歯車で最も一般的な損傷であるこの箇所を扇の要とする歯面剥離(図6)は、かみ込み異物の トロコイド干渉部へのクラッシュが引き金になることが多い。駆動歯車の歯先は、かみ合いの抜け時に歯先エッジが 相手歯元を高圧で擦るため、凝着摩耗が激しいが、被動歯車の歯先エッジはかみ合い始め時に擦るよりも相手歯元に 切込むため、摩耗の程度は駆動歯車歯先部より軽微である。





図5 歯筋クラウニングと歯形修整を施した強ねじれ角はすば歯車のトロコイド干渉部の損傷



図6 トロコイド干渉域起点の歯面剥離

図5の白く見える部分の軽微なところを拡大してみると、図7の様に研削目の畝頂部が熔融したり、焼入れられて硬化した畝に異物がクラッシュして破砕している状況が認められる。図5の白く見える損傷は多くの場合、マイクロピッチングと呼ばれ、表面の接触疲労と考える人が多い。しかし、この写真からも分かるように、マイクロピッチングは 接触疲労でないことも多々ある。



図7 高精度研削はすば歯車耐久試験による歯面の研削目の畝の損傷

図8はマーグ研削した歯面を柔らかくポリッシュして FZG スカッフィング試験をした時の、スカッフィング発生直前 の歯面状態を示す。研削目の畝の頂部が摩擦発熱により高温になり、損傷し始めていることが認められる。このよう な局所のどこかで油膜が切れて凝着摩耗が起こり、その状態が爆発的に進行し始めるのがスカッフィングであるが、 接触面に凹凸があると油膜が切れ始めた局所のすぐ横に潤滑油が存在し、凝着摩耗の進行を遅らせる。これに反して 接触面全体を凹凸の無い鏡面にしてしまうと、広い領域が摩擦発熱により高温になるので、油膜が切れて凝着摩耗が 起こり始める範囲が広く、その領域の温度状態も悪くなって状況が爆発的に進行し易くなる。



図8 マーグ歯研ポリッシュ歯車のスカッフィング発生直前の歯面状態

損傷の機構

高強度材の歯車が大負荷運転される場合、どのような影響因子がどのような相互関係で働いて損傷が起こり、それ がどのように進展して行くかを、図9は模式的に示す。滑り転がり接触する歯面の接触応力に加工目や表面粗さ、油 膜厚さ、歯面温度が大きく影響する。歯面は高温になり、摩耗し、局所的には塑性変形し、表面下に大きなせん断応 力が発生し、歯面材は疲労してピッチングが発生する。歯のエッジはチッピング(欠け)を起こす。歯面から摩耗粉 や剥離片、歯先や歯の側端のエッジの欠けからは硬い細かい異物が潤滑油中にばら撒かれる。転がり軸受の保持器も 摩耗粉の発生源である。砂粒等の異物がギヤボックス内に入ることもある。これらが運転中の歯面にかみ込まれてク ラッシュされ、歯面は加速度的に劣化して歯に働く動荷重は増加して行く。トロコイド干渉部や歯の側端エッジが接 触するところでは、局所的に歯面の鉄が熔けるほどの高温が発生する。その近傍の歯面材は軟化して耐力が落ちる。 通常の接触疲労強さ推定法が対象とする、エッジが接触せず滑り転がり接触する歯面は、エッジ接触部より圧倒的に 丈夫である。どの種類の損傷が運転時間の経過とともに支配的になるかは、ケースバイケースである。 疲労破壊の引き金となる微細亀裂もこのような状況の中で発生する。発生した微細亀裂は応力の高い方向に進んでゆ き、そのうちに歯車材中に不可避的に存在している介在物や欠陥に行き当たるとそこで集積して大きくなり、歯を折

き、そのうちに歯車材中に不可避的に存在している介在物や欠陥に行き当たるとそこで集積して大きくなり、歯を折 損させるようなマクロ亀裂の起点となる。そして歯面損傷はポジティブフィードバック系の挙動として加速度的に進 行して、ついには運転不能になる、すなわち、損傷進展のダイナミックシステムの挙動が不安定になって発散してし まう。これがいわゆる歯車の最終損傷である。歯車損傷のメカニズムは損傷進展の動的システムの安定問題なのであ る。



耐久運転後の研削歯面を見ても、表面粗さの頂部が接触応力的、熱的に過酷な状況になるのは、図7、図8の歯面の研 削目の畝の状態からも明らかである。一方、実用されている歯車装置で歯面粗さを向上した経験からは、疲労強度が 何某かは良くなったものと、全くその効果が認められなかったものとが相半ばする。実用歯車装置で接触面の粗さ向 上がそれほど歯面損傷の発生確率を下げてくれない理由は何なのかが問題である。ディスク試験で TP に銅メッキを することにより疲労寿命が何倍にも向上する研究が、いまから 50 年ぐらい前にかなり公表されたが、実用歯車で銅メ ッキを施した時の効果はあるのかないのか分からない程度であった経験が思出される。

ディスク試験と実際の歯車装置とで接触面の状態は以下の点が異なる。

- ① 歯の自由端(特に歯先エッジ)の接触状態の差、および、異物のかみ込み状態の差
- ② 面の接触が連続か断続かの差、滑り転がり状態の差、接触線上の形状のうねりの移動が生むスクイーズアクションによる潤滑状態の差
- ③ 接触領域内の静的荷重分布の差
- ④ 表面の粗さ状態・テクスチャーの差
- ⑤ 駆動機・被動機を含む系としてのトルク変動や動荷重状態の差、
- ⑥ 温度状態の差(歯とローラでは油温が同じでも接触表面温度は異なる)
- ⑦ 歯車の組み付け、装置のガタや剛性の影響で応力状態が変わる程度の差

これらの結果として、図 9 に示した損傷進展ダイナミックシステムの動的挙動の時間経過後の状態にカオス的な大き な差を生じるのである。しかし、このことはディスク試験が無意味であると言っているのではない。ディスク試験で は考慮できていない歯車に特有の因子の影響をどう勘案して、ディスク試験結果から歯車歯面耐久力に関する情報を 引き出すかが重要なのである。 パワーロスの減少は、省資源・省エネルギの社会的要請であると同時に、発熱・温度上昇を緩和し、装置の信頼性を向 上させる。歯車での損失に限ると、その原因は①歯面摩擦によるもの、②歯車が周りの潤滑油と空気にどのような力 を与えるかによるもの、とに大別できる。そのほか歯車の共役でないかみ合いに起因する現象や異物のかみ込み、振 動の発生による動力損失もあるが、全体からすればその割合は小さい。歯面摩擦による動力損失①はトライボロジー の問題で、潤滑油の粘度と比重、歯面への吸着物質の物性、歯面粗さと最小油膜厚さの関係により決まってくる。歯車 の運転速度が低い時にはこの損失①が主体的である。

マーグ歯研の研削目の畝を残して歯面を鏡面にポリッシュした歯車、それに3種の異なる DLC 皮膜を付けた歯車を FZG スカッフィング試験した。DLC 膜をつけていない歯車が stage7 で焼付く鉱油での潤滑で、最良の DLC 膜付きの 歯車は stage14 まで致命的なスカッフィングを起こさなかった。この歯車は低荷重から必要駆動動力が小さい傾向に あり、その発熱の少なさが焼付き限界を高めていた可能性もある。歯車の歯面が異物をクラッシュする時やトロコイ ド干渉時および異物が歯先エッジを通過する時にも、しばしば DLC 膜剥離のきっかけになる割れを生じ、意外と早く 図 10 のようなスカッフィングが発生することも多い。そのような特性のため、大幅なスカッフィング限界荷重の向上 がベンチで認められても、DLC 膜の歯車への実用化がなかなか進まない実情がある。



図 10 耐久運転試験で DLC 膜がはがれスカッフィングを起こした歯面の例

図 11 は自動車用ハイポイドギヤの歯面処理による動力伝達効率変化の一例である。浸炭焼入れ後ラッピング仕上げの この緒元の歯車では、効率を 95.5%以上に上げることはなかなかむつかしいのが実績であったが、ショットピーニン グのディンプルを残して歯面を鏡面にまで磨き上げた歯車では、効率が 97%にまで向上できた。その歯車に DLC 膜 をつけるとさらに効率が若干良くなる。ハイポイドギヤでは常に歯筋方向に歯面の相対滑りがあるため、円筒歯車の 場合より歯面の性状がパワーロスにおよぼす影響が大きい。



図 11 自動車用ハイポイドギヤの歯面処理による効率向上(80℃ 正転)

歯車の周速が速くなってゆくと、歯車周りの流体にかかわる損失②の割合が増えてくる。撹拌損失は油の移動方向を 歯車が強制する運動量変化が主原因で、潤滑油と空気の混合物の平均密度がパワーロスに影響する。例えばギヤボッ クスをヘリウムや水素で充填すると伝達効率が向上する。高速歯車では歯車周りの潤滑油は脇に寄るので、歯車側面 の粘性摩擦抵抗は予想するほど大きくはない。潤滑油粘度は撹拌の際の潤滑油のせん断抵抗と歯面摩擦に効いている。 歯溝の底と相手歯先の間で形作られる空間容積のかみ合い進行に伴う変化で、そこにトラップされた潤滑油が強制的 に歯筋方向に吐出される閉込み損失は、歯幅の広い平歯車以外では殆ど問題にならない。歯車の外周について回る潤 滑油が歯のかみ込み側にスタックするのが原因の動力損失は大きい。スタックした油の大きなマスを歯車はかみ込む ことが出来ないので、これを強制的に排除するのに大きなエネルギを要するのである。高速歯車装置では歯車のかみ 込み側に多量の油をかけると、駆動モータの回転速度が大きく落ちるほどの影響がある。図 12 は新型ターボファンエ ンジン用遊星歯車装置内の潤滑油の流れを CFD 解析した一例である。当初のデザインではプラネットと内歯車のかみ 合い部 A に大量の油がスタックすることが分かり、これが大きなパワーロスの原因になると考えられた。そこで、こ のかみ合い部に行く油の流れを制限するような部品をキャリアに加え、プラネットと内歯車のかみ合い部に油がスタ ックしないようにしたところ、この遊星歯車装置全体のパワーロスが大きく改善された^[2]。

歯車周速が 150m/s を超えるような超高速歯車では、歯溝に相手歯が高速に押し込まれて行く時、接触線の移動速度が 音速に近くなり、歯溝と相手歯の間で形作られる 3D 空間内の油と空気の混合物が断熱圧縮されて極めて大きな発熱 とパワーロスが起こるが、特殊な歯車の場合で、一般的な問題ではない。





油中異物をどう取り除くか

異物のかみ込みは歯車の強度的信頼性を著しく下げる。そのため、潤滑系統にオイルフィルタを設置して油中の異物 を取り除くようにするが、このフィルタの目が粗いと異物は通り抜けて取り除くことができず、フィルタの目を細か くするとそこに異物が詰まって油が流れず、潤滑不良の事故を起こすという、解決が容易でない古典的問題が今も存 在する。油浴潤滑のギヤボックスやエンジンでは、摩耗粉が油槽の底に沈むが、それらが運転中に浮かんで来ず、オ イル交換の際に排出されるような油槽の形状デザインも重要である。VW の Golf GTI では、ギヤボックス内に磁石が 図 13 のように宙づり設置され、潤滑油中の摩耗粉を取り除くようにされていた。パワーロスを最小にし、摩耗粉が 底のドレイン近くから動かない構造にギヤボックスを設計することが重要であるが、今までこのような観点はギヤボ ックスの構造設計になかったように思われる。



図 13 ギヤボックス内の摩耗粉除去用宙釣り磁石

蛇足

重負荷運転で滑り接触表面に瞬間的な高熱が発生し生成された摩耗粉等は、生成後、急速に冷却されるので焼入れら れて硬い異物になる。しかし歯面は比較的緩やかに温度が下がるので焼戻され、硬さが低下する。すなわち歯車設計 時に採用した材料の耐力は運転中に低下して行き、その程度が問題となる。

参考文献

[1] 久保愛三ほか、歯車損傷大全、公益財団法人応用科学研究所 2019.10

[2] 日本機械学会 RC261 研究報告書 2015, p.265

特別研究員による成果

銀被覆ビスマス系および実用超電導線材の

機械的および電磁気的特性の評価

特別研究員 長村光造

受託先名:住友電気工業株式会社

1. 目的

銀被覆ビスマス系線材および実用超電導線材とそれらの応用製品の改良のため製品の製作および使用環境で想定される様々な条件における機械特性および電磁気的特性を評価する。

2. 成果

本年度は〔1〕エッジワイズ曲げ試験、〔2〕長尺テープ線材の局所ヤング率の測定、〔3〕試作 中のテープ線材の室温および 77 K における引張試験を実施し、試験結果の解析を行った。 まず〔1〕エッジワイズ曲げ試験について報告する。



図1 新たに試作したエッジワイズ曲げ試験用の治具

テープ材の曲げにはフラットワイズとエッジワイズの2通りがある、図1にエッジワイズ曲げの 試験用治具を示す。エッジワイズ曲げでは、1000~1500mmの曲げ直径で臨界電流は減少し始め る。一方フラットワイズ曲げでは50~70mmの曲げ直径で劣化が始まる。臨界電流が95%まで 減少する最大曲げ歪に換算すると、エッジワイズ曲げでは0.3~0.4%、フラットワイズ曲げでは 0.4%~0.5%に相当し、劣化は同じ原因で発生すると考えられた。

〔2〕長尺テープ線材の局所ヤング率の測定については、ピエゾ素子を利用した測定治具を設計 し、一部製作を進めており、次年度に完成した治具を用いて実験の予定である。

〔3〕試作中のテープ線材の室温および 77 K における引張試験を実施し、試験結果の解析を行う とともに、テープ線材の臨界電流の歪依存性と機械特性の相関について検討を行った。結果的に は BSCCO フィラメントを取り巻く Ag および Ag-Mg マトッリクスの構成比および組成に大き く依存することが明らかになった。また引張歪がある値を越えると臨界電流は急激に減少するが、 これは BSCCO フィラメントの破断の開始に対応する。この可逆限界歪を増大させるためには、 どのような材料設計、加工熱処理を行えばよいかの検討を行った。

3. 成果の公表

(1)長村 光造、町屋 修太郎、加藤 武志、南野 忠彦、長部 吾郎、山出 哲; "BSCCO-2223 テー プの臨界電流の歪依存性と機械特性の相関"低温工学・超電導学会 2020 年度春季講演概要集、 3a-A02(2020)

報告書作成日 令和3年4月9日

IEC 国際標準化

特別研究員 長村光造

受託先名:IEC/TC90国内技術委員会

1. 目的

実用超電導線材の超電導特性測定技術および超電導線材の分類に関する国際標準の制定

2. 成果

本年度も超電導技術に関する IEC-TC90 国際および国内専門委員会のワーキングループ WG2(臨界電流測定)、WG5(引張試験)および WG13(超電導線材)のグループリーダーとして国際 標準作成の取りまとめを行った。

本年度の検討項目の一つとして MgB₂線材の室温引張試験方法に関する国際ラウンドテストの 準備作業を行った。現在市販されている MgB₂線材は Columbus、Hyper Tech、Sam Dong およ び Hitachi の4社のものであり、各社と交渉し標準化のために試料の提供を受けた。これらの試 料を用いたラウンドテストにはドイツ、イタリア、中国、韓国から各 1 研究機関、日本からは 4 研究機関が参加することになった。そのラウンドテストの前段階として本研究所および韓国 Andong Univ において試験方法の具体的な検証を行った。図 1 はこれら 4 種類の線材の Andong Univ から報告された応力—歪曲線を示す。Nyilas の歪計を用いた引張試験を同じメーカーの テープについて 5 回の試験を実施した。これよりヤング率、0.2%耐力を求める方法を示した。国 際的に各機関が同じ試験方法で機械特性を求めたときの、それらのバラつきを検討してより精度 の高い詳細な試験方法を提案する。



さらに高温超電導テープ材の液体窒素温度での引張試験方法の標準化の推進であり、それに関しては各国の6研究機関が参加して5種類のテープについて RRT 試験を完了したところで、現

在試験結果の解析と試験方法の標準化のための new item proposal の準備に移ったところである。 また高温超電導テープの引張荷重下での臨界電流測定の試験方法で、本研究所と Andong Univ で予備的な試験を実施した。引張荷重の依存性については引張応力(*R*)と臨界電流(*L*)の関係、引 張歪(A)と *L*の関係の2通りの依存性の表示がある。検討の結果、*R*-*L*の関係についての表示の みを試験方法の国際標準に定めることを提案することとなった。

3. 成果の公表

(1)山田雄一、小黒英俊、長村光造、中井昭暢、"室温および低温における超電導線材の引張試験 方法の標準化の現状"低温工学・超電導学会 2020 年度秋季講演概要集 2C-a04(2020)

報告書作成日 令和3年4月9日

松浦研究員の公表論文

特別研究員 松浦 裕

令和2年度は、下記2件の発表があった。

Magnetization reversal of (Sm,Ce)₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ magnets as per soft x-ray magnetic circular dichroism microscopy Applied Physics Letters,117,022409(2020)

Observation of magnetization reversal process for (Sm,Ce)₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ magnets by soft X-ray magnetic circular dichroism microscopy SPring-8/SACLA Research Frontiers (2020)

以下、論文を掲載する。

Magnetization reversal of (Sm, Ce)₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ magnets as per soft x-ray magnetic circular dichroism microscopy

Cite as: Appl. Phys. Lett. **117**, 022409 (2020); https://doi.org/10.1063/5.0005635 Submitted: 27 February 2020 . Accepted: 26 June 2020 . Published Online: 15 July 2020

Yutaka Matsuura 🗓, Ryo Maruyama, Ryo Kato, Ryuji Tamura, Keisuke Ishigami, Kazushi Sumitani, Kentaro Kajiwara, and Tetsuya Nakamura 🔟









Appl. Phys. Lett. 117, 022409 (2020); https://doi.org/10.1063/5.0005635 © 2020 Author(s). **117**, 022409

ARTICLE

Magnetization reversal of $(Sm, Ce)_2(Co, Fe, Cu, Zr)_{17}$ magnets as per soft x-ray magnetic circular dichroism microscopy

Cite as: Appl. Phys. Lett. 117, 022409 (2020); doi: 10.1063/5.0005635 Submitted: 27 February 2020 · Accepted: 26 June 2020 · Published Online: 15 July 2020

Yutaka Matsuura,^{1,a)} 🗈 Ryo Maruyama,² Ryo Kato,² Ryuji Tamura,² Keisuke Ishigami,³ Kazushi Sumitani,³ Kentaro Kajiwara,³ and Tetsuya Nakamura^{3,4} ÍD

AFFILIATIONS

¹Research Institute for Applied Sciences, Kyoto 606-8202, Japan

²Department of Materials Science and Technology, Faculty of Industrial Science and Technology, Tokyo University of Science, Tokyo 125-8585, Japan

³Japan Synchrotron Radiation Research Institute, Sayo 679-5198, Japan

⁴Institute of Multidisciplinary Research for Advanced Materials (IMRAM), Tohoku University, Sendai 980-8577, Japan

^{a)}Author to whom correspondences should be addressed: yutaka.matsuura@rias.or.jp

ABSTRACT

We investigated magnetization reversal of (Sm, Ce)₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ magnets as per x-ray magnetic circular dichroism microscopy. Magnetization reversal initially occurs at the ferromagnetic grain boundaries or in the vicinity of nonmagnetic Sm oxides. As the demagnetization field increases after magnetization reversal, the reversal region extends into the grain from these areas by the magnetic domain wall motion. Energy-dispersive x-ray analysis using an electron probe micro-analyzer shows that, at the grain boundaries, the Fe concentration is higher and the Cu concentration is lower compared to that inside of the grains; and concentrations of Sm, Co, Fe, and Cu vary in the vicinity of Sm oxides. By measuring the Co L₃ absorption intensity, we verified that local coercivities in these areas are very low compared to those inside of the grain. These results imply that the magnetization reversal that occurs in these areas is induced by the variation in the composition. The results obtained in our research will be useful for improving the magnetic properties of Sm-Co magnets.

© 2020 Author(s). All article content, except where otherwise noted, is licensed under a Creative Commons Attribution (CC BY) license (http:// creativecommons.org/licenses/by/4.0/). https://doi.org/10.1063/5.0005635

Sm-Co magnets including RCo5 and R2Co17 type magnets, where R is a rare earth element, are still very important in various applications. These include automotive sensors such as anti-lock braking, high-temperature motors such as in trains and aircraft, and quadrupole field magnets used in high-energy accelerators. Sm-Co magnets were developed in the late 1960s and 1970s^{1–5} and reached more than 240 kJ/m³ of maximum energy product $[(BH)_{max}]$ in Sm₂Co₁₇ type magnets.⁶ These magnets show excellent magnetic performance of magnetic properties with high remanence and coercivity, where the remanence (or the residual magnetization) and coercivity are denoted by B_r and H_{cl} , respectively. They also have high Curie temperatures and exhibit excellent heat resistance over 150 °C.

The magnetic properties of Sm₂Co₁₇ magnets continue to improve. Recently, researchers reported that the magnetic properties of a Sm₂Co₁₇-type magnet, Sm(Co_{0.572}Fe_{0.35}Cu_{0.06}Zr_{0.018})_{7.8}, achieved a very high (BH)_{max} (more than 280 kJ/m³) by improving solution heat treatment, aging heat treatment, and optimizing the Fe content.⁷

In Sm₂Co₁₇-type magnets, the cellular structure (in which there is a Sm₂Co₁₇ phase and a plate-like SmCo₅ phase enriched in Cu) forms as a result of aging heat treatment, and the magnetic domain walls are constrained by the difference in the magnetic wall energy between the aforementioned two phases.^{9,10} The coercivity mechanism of these magnets has mainly been studied by investigations of the cellular structure using transmission electron microscopy. Additionally, the squareness of the demagnetization curve defined by H_k/H_{cJ} , where H_k is the magnetic field at which magnetization is 90% of Br, is less than that of Nd-Fe-B sintered magnets.

Recently, Kerr effect microscopy indicated that the origin of the grain boundaries of Sm₂Co₁₇ magnets that have high squareness in the demagnetization curve pertains to the initial stage of magnetization reversal.^{11–13} Knowledge of where the initial magnetization reversal



Applied Physics Letters

ARTICLE

scitation.org/journal/apl

occurs and how the magnetization reversal domains develop is important to further improve magnetic properties, especially the squareness of the demagnetization curve. Toward this goal, we investigated the magnetization reversal of (Sm, Ce)₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ magnets using soft x-ray magnetic circular dichroism (XMCD) microscopy, which gives higher spatial resolution and a larger magnetic effect compared to Kerr microscopy.

A highly oriented Sm₂Co₁₇-type magnet with the composition of Sm_{0.67}Ce_{0.33}(Co_{0.73}Fe_{0.2}Cu_{0.05}Zr_{0.02})_{7.2} was provided by Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. The samples used for magnetic property measurements were of dimensions 7 mm × 7 mm × 7 mm. The magnetic properties were measured using a pulsed field magnetometer (TPM-2–08S25VT-C, Toei Industry Co., Ltd, Tokyo Japan). A maximum magnetic field of 8 T was applied for magnetic saturation. The hysteresis curve measured using the pulsed field magnetometer was subjected to a demagnetization correction.

XMCD microscopy was performed at the soft X-ray beamline, BL25SU, of SPring-8.¹⁴ For these experiments, magnets were cut from a block magnet into a pillar shape with dimensions of 0.6 mm \times 0.6 mm \times L mm, where the easy magnetization direction is along the L-axis. This magnet was fractured perpendicular to the L-axis under high vacuum (${\sim}4.89 \times 10^{-6}$ Pa) to prevent oxidation of the cracked surface in the sub-chamber and was then transferred into the main chamber (${\sim}4.6 \times 10^{-7}$ Pa). The XMCD measurements were conducted at room temperature with an external magnetic field (H) as follows: $-5.0 \, \mathrm{T} \leq H \leq +5.0 \, \mathrm{T}$. The measurements were performed on a surface perpendicular to the easy magnetization direction. The incident x-rays and external magnetic field were parallel to the easy magnetization direction. The measurement area was 55.95 $\mu\mathrm{m} \times 60.00 \, \mu\mathrm{m}$, and the scanning step was 150 nm.

X-ray absorption intensity was measured using the total electron yield at the Co L₃ pre-edge (774.0 eV), Co L₃ edge (778.5 eV), Sm M₅ pre-edge (1066.0 eV), and Sm M₅ edge (1078.6 eV). In these energy regions, the x-ray beam was focused to approximately 100 nm \times 100 nm, and the focal depth was approximately $\pm 5\,\mu\text{m}$. The probing depth was 1.5 nm. The XMCD ratio was determined by the ratio of the difference to the sum (referring to the absorption intensities attributable to positive and negative photon helicity). The XMCD ratio





FIG. 2. Co L₃ XMCD maps obtained under external magnetic fields of (a) 5.0 T, (b) -0.4 T, (c) -0.5 T, (d) -1.1 T, and (e) -5.0 T. The black scale shown in (a) was applied to images (b)–(e). The magnetic domain structure denoted by the boxed region in (c) is magnified and shown in Fig. 3.

and its map were used to observe local magnetic properties and magnetization reversal, respectively. David Billington *et al.* describe the XMCD microscopy measurement method in more detail.¹⁵

Composition mapping and line scan measurements of Sm, Co, Fe, Cu, and oxygen were obtained from the intensities of the characteristic x-rays of Sm L_{22} , Co L, Fe K_{22} , Cu L, and oxygen K in the energydispersive x-ray (EDX) spectrum using a field-emission scanning electron microscope (FE-SEM SU8000, Hitachi High-Technologies Corporation, Tokyo) equipped with an EDX spectrometer (XFlash FlatQUAD 5060F, Bruker Corporation) at an accelerating voltage of 10 keV.

Figure 1 shows the hysteresis curve of $Sm_{0.67}Ce_{0.33}$ ($Co_{0.73}Fe_{0.2}Cu_{0.05}Zr_{0.02}$)_{7.2}. The magnetic properties of this magnet are as follows: $B_r = 1.036$ T, $H_{cl} = 1.47$ T, $H_k = 1.06$ T, and alignment



FIG. 3. Magnetic domain structure at a magnetic field of H = -0.5 T. The positions where magnetization reversal is initiated from a grain boundary (left circle) and from a nonmagnetic inclusion (right circle) are indicated.

Appl. Phys. Lett. **117**, 022409 (2020); doi: 10.1063/5.0005635 © Author(s) 2020

Applied Physics Letters

scitation.org/journal/apl



FIG. 4. Magnetization reversal area shown in the circled region generated at neither grain boundaries nor nonmagnetic inclusions in Co L_3 maps: (a) -0.40 T, (b) -0.50 T, and (c) -0.60 T.

 (B_r/J_s) = 0.96, where J_s is the saturation magnetization measured at a magnetic field of 8 T.

Figures 2(a)-2(e) show Co L₃ edge XMCD maps obtained under external magnetic fields of +5.0 T, -0.4 T, -0.5 T, -1.1 T, and -5.0 T, respectively, where red (blue) indicates that an optical axis component of the Co magnetic moment is parallel (antiparallel) to the axis and white indicates that there is no magnetic moment. Figure 2(a), +5.0 T, shows that the magnetization of every grain (red area) is saturated. White regions correspond to nonmagnetic inclusions or voids. In Fig. 2(b), -0.4 T, the magnetization reversal region (blue) was initiated from the grain boundaries, previously reported using the Kerr effect,¹¹ and also from the vicinity of the nonmagnetic phases or inclusions. In Fig. 2(c), -0.5 T, the magnetization reversal regions extend to inside the grains from the grain boundaries or nonmagnetic inclusions. When the demagnetization field reached -1.1 T [Fig. 2(d)], the total area of the red region approached that of the blue region and magnetization declined to zero.



FIG. 5. (a) XMCD map at H = -0.5 T, (b) corresponding SEM image, and corresponding EDX maps for (c) Sm and (d) oxygen. The encircled region, where the magnetization reversal occurred and extended into grain, is the Sm oxide.

From the demagnetization curve shown in Fig. 1 and the XMCD maps of Fig. 2, we can see that magnetization reversal occurs only at grain boundaries until near the inflection point of the demagnetization curve or H_k . After the magnetization reversal region extended into the grains, magnetization decreased quickly, eventually reaching coercivity.



FIG. 6. Co L₃ XMCD map, (a), at H = -0.5 T and the results of composition analyses along the lines indicated in (b) and (c). (b) EDX line scan measured across a grain boundary for Cu, Fe, Co, and Sm. (c) EDX line scan measured across a boundary between a grain and a Sm oxide for Co, Fe, Cu, and Sm.

Appl. Phys. Lett. **117**, 022409 (2020); doi: 10.1063/5.0005635 © Author(s) 2020

ARTICLE

scitation.org/journal/apl

Figure 3 shows an enlarged XMCD map at a magnetic field of -0.5 T. Here, the magnetization reversal region extended into the grains from the grain boundaries and the boundaries of nonmagnetic phases or inclusions. Every magnetization reversal area appearing inside grains comes into contact with the grain boundary and nonmagnetic inclusions as the demagnetization increased. In contrast,

Fig. 4 shows some magnetization reversal regions [encircled in Figs. 4(b) and 4(c)] that emerged without coming into contact with the grain boundaries and nonmagnetic inclusions, also noted in previous research.^{12,13} Our initial hypothesis is that magnetization reversal might have originated from nucleation or coherent rotation. However, these reversal regions might have originated from grain boundaries or



Appl. Phys. Lett. **117**, 022409 (2020); doi: 10.1063/5.0005635 © Author(s) 2020

nonmagnetic phases underneath the surface and reached the specimen surface via magnetic domain wall motion induced by increasing the applied demagnetization field.

Figure 5(a) shows a Co L₃ XMCD map of H = -0.5 T, Fig. 5(b) shows a corresponding SEM image, Fig. 5(c) shows EDX results for Sm, and Fig. 5(d) shows EDX results for oxygen. The EDX maps indicate that the nonmagnetic inclusions inside the grains were Sm oxide.

It would be expected that the composition at the grain boundaries and in the vicinity of the Sm oxide phase inside the grains deviates from that of the grains. To verify this expectation, we obtained SEM images of particular regions within Fig. 6(a), where the first includes two grains and their grain boundary [Fig. 6(b)] and the corresponding EDX line scan for Sm, Co, Fe, and Cu [Fig. 6(b)], and the second shows inside the grain in the vicinity of Sm-oxide [Fig. 6(c)] and the corresponding EDX line scan for Sm, Co, Fe, and Cu. The Fe concentration at the grain boundary was higher than that inside the grain. In contrast, it was found that the Cu concentration at the grain boundary was lower than that inside the grain from the line scan in Fig. 6(b). In the vicinity of Sm oxide, the Co, Fe, and Cu concentration decreased sharply. We hypothesize that these composition variations are responsible for the coercivity drop in these areas.

Figure 7 shows the local magnetic properties evaluated from the Co L₃ edge XMCD signal intensity. The magnetic properties of the grain boundary and the triplet point deteriorated in their coercivities compared to those inside of the grain. The triplet point, which is the junction of the grain boundaries, is expected to have a composition similar to the grain boundaries. It is easy to conjecture that the reverse magnetization area initiated from the grain boundary or from the triplet points.

In conclusion, we investigated magnetization reversal of $Sm_{0.67}Ce_{0.33}(Co_{0.73}Fe_{0.2}Cu_{0.05}Zr_{0.02})_{7.2}$ via XMCD microscopy. The magnetization reversal initially occurs at the grain boundaries or in the vicinity of the Sm oxide inside the grains. When the magnetic field is within the range of -0.4 to -0.5 T, the magnetization reversal domains extend into the grains, where the starting point of magnetization reversal into the grain is shown in Fig. 7. Upon extension into the grains, the reversal domains propagate further into the grains as the reverse magnetic field increases. The Co concentration in the grain boundaries is nearly identical to that inside the grains, whereas the Fe concentration is higher and the Cu concentration is lower at the grain boundaries. We verified that Sm, Co, Fe, and Cu concentrations also differ in the vicinity of Sm oxide phases, indicating that these compositional variations are responsible for the deterioration of coercivity in these regions (where initial magnetization reversal occurs). The local magnetic properties measured by the Co L3 edge XMCD ratio show that, in these regions, magnetic properties deteriorated in coercivity compared to those inside of the grains.

See the supplementary material for the Sm M_5 XMCD map of the specimen demagnetized at -1.28 T (near the bulk coercivity) after full magnetization at 5 T and measured at zero magnetic field and for the propagation of magnetization reversal with the changing external magnetic field.

This work was supported by the Japan Science and Technology Agency (JST), in part by the Collaborative Research Based on Industrial Demand under Grant No. JPMJSK1617. We thank Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. for providing magnet samples. The synchrotron radiation experiments were performed at the BL25SU of SPring-8 with the approval of the Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI; Proposal Nos. 2017A1008, 2017B1009, 2018A1010, 2019A1010, and 2019B1153. The XMCD mapping technique used in this work was developed by the Elements Strategy Initiative Center for Magnetic Materials (ESICMM) project with Grant No. JPMXP0112101004, through the Ministry of Education, Culture, Sports, Science, and Technology (MEXT). We thank Edanz Group (www.edanzediting.com/ac) for editing a draft of this manuscript.

DATA AVAILABILITY

The data that support the findings of this study are available from the corresponding author upon reasonable request.

REFERENCES

¹K. J. Strnat, "Cobalt-rare earth alloys as promising new permanent magnet materials," Cobalt **36**, 133–143 (1967).

 $^2G.$ Hoffer and K. J. Strnat, "Magnetocrystalline anisotropy of YCo5 and $_{\rm Y2Co_{17}}$," IEEE Trans. Magn. 2, 487–489 (1966).

³E. A. Nesbitt, R. H. Willens, R. C. Sherwood, E. Buehler, and J. H. Wernick, "New permanent magnet materials," Appl. Phys. Lett. **12**, 361–362 (1968).

⁴Y. Tawara and H. Senno, "Cerium, cobalt and copper alloy as a permanent magnet material," Jpn. J. Appl. Phys. 7, 966–967 (1968).

⁵H. Senno and Y. Tawara, "Permanent-magnet properties of Sm-Ce-Co-Fe-Cu alloys with compositions between 1–5 and 2–17," IEEE Trans. Magn. **10**, 313–317 (1974).

⁶T. Ojima, S. Tomizawa, T. Yoneyama, and T. Hori, "Magnetic properties of a new type of rare-earth cobalt magnets Sm₂(Co, Cu, Fe, M)₁₇," IEEE Trans. Magn. 13, 1317–1319 (1977).

⁷Y. Horiuchi, M. Hagiwara, K. Okamoto, T. Kobayashi, M. Endo, T. Kobayashi, T. Nakamura, and S. Sakurada, "Effects of solution treated temperature on the structural and magnetic properties of iron-rich Sm(CoFeCuZr)_Z sintered magnet," IEEE Trans. Magn. 49, 3221–3224 (2013).

⁸Y. Horiuchi, M. Hagiwara, M. Endo, N. Sanada, and S. Sakurada, "Influence of intermediate-heat treatment on the structure and magnetic properties of iron-rich Sm(CoFeCuZr)_Z sintered magnets," J. Appl. Phys. 117, 17C704 (2015).
⁹J. D. Livingston and D. L. Martin, "Microstructure of aged (Co, Cu, Fe)₇Sm

 D. Livingston and D. L. Martin, "Microstructure of aged (Co, Cu, Fe)₇Sm magnets," J. Appl. Phys. 48, 1350–1354 (1977).

 ¹⁰L. Rabenberg, R. K. Mishra, and G. Thomas, "Microstructures of precipitationhardened SmCo permanent magnets," J. Appl. Phys. 53, 2389–2391 (1982).
 ¹¹H. Machida, T. Fujiwara, R. Kamada, Y. Morimoto, and M. Takezawa, "The

ri. Machida, 1. Fujiwara, K. Kamada, 1. Morimoto, and M. Takezawa, The high squareness Sm-Co magnet having $H_{cb} = 10.6$ kOe at 150 °C," AIP Adv. 7, 056223 (2017).

¹²H. Machida, T. Fujiwara, C. Fujimoto, Y. Kanamori, J. Tanaka, and M. Takezawa, "Magnetic domain structures and magnetic properties of lightly Nd-doped Sm-Co magnets with high squareness and high heat resistance," IEEE Trans. Magn. 55, 1–4 (2019).

¹³H. Machida, T. Fujiwara, C. Fujimoto, Y. Kanamori, K. Sakakura, and M. Takezawa, "Magnetic properties and microstructures of high heat-resistance Sm-Co magnets with high Fe and low Zr content," AIP Adv. 9, 125042 (2019).

¹⁴Y. Kotani, Y. Senba, K. Toyoki, D. Billington, H. Okazaki, A. Yasui, W. Ueno, H. Ohashi, S. Hirosawa, Y. Shiratsuchi, and T. Nakamura, "Realization of a scanning soft x-ray microscope for magnetic imaging under high magnetic fields," J. Synchrotron Radiat. 25, 1444–1449 (2018).

¹⁵D. Billington, K. Toyoki, H. Okazaki, Y. Kotani, T. Fukagawa, T. Nishiuchi, S. Hirosawa, and T. Nakamura, "Unmasking the interior magnetic domain structure and evolution in Nd-Fe-B sintered magnets through high-field magnetic imaging of the fractured surface," Phys. Rev. Mater. 2, 104413 (2018).

Appl. Phys. Lett. **117**, 022409 (2020); doi: 10.1063/5.0005635 © Author(s) 2020



Observation of magnetization reversal process for (Sm,Ce)₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ magnets by soft X-ray magnetic circular dichroism microscopy

Sm₂Co₁₇ magnets, which have a higher saturation magnetization than SmCo₅, have been developed in Japan [1]. In the beginning of 1970s, the magnetic properties of Sm-Co magnets were markedly improved to more than 240 kJ/m³ in Sm₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ magnets [2]. These magnets were used in small motors such as spindle motors for cassette tape players called "WALKMAN®", acoustic applications such as small speakers, microphones or pick-up sensors, and motors used in wristwatches. Sm-Co magnets contributed to the realization of unprecedent small size and light weight of electric appliances. At the beginning of 1980, Nd-Fe-B magnets were invented, replacing the Sm-Co magnets, and have been used in various applications of not only small devices but also high-power devices such as the traction motors of hybrid and electric vehicles or the compressor motors of air conditioners. However, as these markets grow, significant resource problems arise. A small portion of Nd in Nd-Fe-B was replaced with heavy rareearth elements of dysprosium (Dy) and terbium (Tb) to achieve the high coercivity necessary to enable the use of these magnets in high-temperature and highdemagnetization-field applications. Among rare-earth elements, Dy and Tb belong to precious metals; they are mainly produced in China and their resources are limited. Even though the Sm resources are almost 1/10 of the Nd resources, Sm-Co magnets do not require Dy or Tb and have good magnetic properties at high temperature above 200°C.

It is well known that the coercivity of Sm₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ is determined by the magnetic domain wall motion. In the grain of this magnet, cellular structures of Sm(CoCu)₅ and Sm₂(Co, Fe)₁₇ phases exist, where almost 100 nm of Sm₂(Co, Fe)₁₇ phases is surrounded by Sm(CoCu)₅ thin platelet phases, and these two phases are separated from each other. Magnetic domain walls are pinned at the phase boundary of the two phases or are in the Sm(CoCu)₅ phase. When the demagnetization field applied is greater than the pinning field, the magnetic domain wall jumps through this cellular structure and the coercivity can be determined. However, it was unclear where the initial reverse magnetic domain formed in the demagnetization process and why the rectangularity (H_k/H_{cJ}) of the demagnetization curve, where H_k is defined as the magnetic field corresponding to 90% of remanence and H_{cJ} is the coercivity, is lower than that of Nd–Fe–B sintered magnets.

We investigated the magnetization reversal process for highly aligned Sm_{0.67}Ce_{0.33}(Co_{0.73}Fe_{0.2}Cu_{0.05}Zr_{0.02})_{7.2} by soft X-ray magnetic circular dichroism (XMCD) microscopy at SPring-8 BL25SU [3]. Figure 1(a) shows bulk demagnetization curves and Figs.1(b-e) show the XMCD images obtained using the Co L₃ absorption edge in various magnetic fields indicated by circles in Fig. 1(a). In Figs. 1(b-e), the red (blue) region is where the magnetization is parallel (antiparallel) to the positive direction of the external magnetic field (H). White regions correspond to the neutral area in terms of magnetization or to nonmagnetic inclusions, which were identified as Sm oxide by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX). The magnetization saturated at +5.0 T. It was found that the initial magnetization reversal occurred at the grain boundary and in the vicinity of Sm oxide, as shown in Fig. 1(c). At -0.5 T, the reversal region extended into the grains (Fig. 1(d)), and reached the zero of magnetization i.e., coercivity (Fig. 1(e)).

Figure 2(a) is an enlargement of the area surrounded by the square in Fig. 1(d), where reversal extended into the grains at the grain boundary (Fig. 1(d)) and in the vicinity of Sm oxide (Fig. 1(e)). The local demagnetization curves for each position marked



Fig. 1. Bulk demagnetization curve of anisotropic (Sm, Ce)₂(Co, Fe, Cu, Zr)₁₇ magnets (**a**) and XMCD images obtained using Co L_3 absorption edge under external magnetic fields of H=+5.0 T (**b**), -0.4 T (**c**), -0.5 T (**d**) and -1.1 T (**e**). [3]



Fig. 2. Enlarged XMCD image (a) of the area surrounded by the square in Fig. 1(d), where initial magnetization occurred at grain boundary (b) and in the vicinity of Sm oxide, followed by magnetization reversal areas extending into grains from the grain boundary at (d) and the vicinity of Sm oxide at E in Fig. 2(a). (b)–(f) Local demagnetization curves at (b) to (f) marked in (a). (g) Average of local demagnetization curves of entire measurement area. [3]

by yellow circles in Fig. 2(a) are shown in Figs. 2(b–f); these were evaluated from the Co L_3 -edge XMCD signal intensity. The average local demagnetization curve of the entire measurement area is shown in Fig. 2(g). It was found that the coercivity and rectangularity in local magnetic properties are different between those inside the grain (Fig. 2(f)), at the grain boundary (Fig. 2(b)), at a triplet point (Fig. 2(c)), at the starting point where a reversal domain extends into a grain (Fig. 2(d)), and in the vicinity of Sm oxide (Fig. 2(e)). It was verified that H_{cJ} (–0.5 T) in Fig. 2(d) agrees well with H where their magnetization starts to decrease in Fig. 2(g). To verify the composition differences between grains and the grain boundary and the vicinity of the Sm oxide, EDX line scanning was applied. Figure 3 shows the results of line scanning for Co, Fe, and Cu in the peripheral region of the grain boundary, and for Sm, Co, Fe and Cu in the vicinity of Sm oxide. At the grain boundary, it was confirmed that the amount of Fe increases and that of Cu decreases, and in the vicinity of Sm oxide, the amounts of Cu, Fe, and Co decrease and that of Sm increases.

Using the cutting-edge visualization technology of XMCD microscopy, the factors causing the deterioration of coercivity for Sm_2Co_{17} magnets were clarified and directly detected by the observation of the magnetization reversal process. The coercivities of these magnets could be increased by the improvement of the process of removing Sm oxide and by the improvement of the composition of the grain boundary.



Fig.3. (a) Co L_3 XMCD image under external magnetic field of -0.5 T. Secondary electron microscopy images and results of line scanning at grain boundary (b) and in the vicinity of Sm oxide (c). [3]

Y. Matsuura^{a,*}, R. Tamura^b, K. Ishigami^c and T. Nakamura^{c,d}

- ^aResearch Institute for Applied Sciences
- ^b Dept. of Materials Science and Technology,
- Tokyo University of Science
- Japan Synchrotron Radiation Research Institute (JASRI)
 ^d International Center for Synchrotron Rad. Innovation Smart, Tohoku University

*Email: yutaka.matsuura@rias.or.jp

References

H. Senno, Y. Tawara: IEEE Trans. Magn. 10 (1974) 313.
 T. Ojima *et al.*: IEEE Trans. Magn. 13 (1977) 1317.
 Y. Matsuura, R. Maruyama, R. Kato, R. Tamura, K. Ishigami, K. Sumitani, K. Kajiwara and T. Nakamura: Appl. Phys. Lett. 117 (2020) 022409.

共同研究員による成果

安全情報を伝えるメディアの研究

共同研究員 尾池和夫 京都芸術大学学長

受託先名:公益財団法人応用科学研究所

1. 目的

一般に、どれだけ危険なものであるか、あるいはどれだけ危険なことであるか、という視点で 認識されている概念がある場合、それらは言い換えれば、どれだけ安全なものであるか、あるい はどれだけ安全なことであるか、というように表現できる場合が多い。そのような視点で、いく つかの具体例を取り上げて分析し、その「もの」や「こと」の内容を科学的に正しく一般の市民 に認識してもらえるような伝達メディアの最適化を図ることを研究の目的とする。

このような目的のために「安全学研究会」を組織して、その研究会を適宜開催しながら研究を 進めることとした。

たとえば、日本列島のような変動帯の島には、基本的な自然現象は、地震、噴火、津波などの 災害をともなう現象が多く、人びとは、それらを驚異としながら、一方でそのような現象がもた らす恩恵を享受して暮らして来た。災害を軽減するためには、自然現象を正しく理解して、正し く怖がり、正しく付き合うということが重要である。そのためには、何よりも基礎知識と現象の 観測情報を正しく伝える手法が重要で、多くの機関がそのための工夫をしている。それらは多く の場合、行政の人びとや自然現象の研究者たちの工夫によるものであり、必ずしも市民に直接受 け入れられる形になっていない場合も多く見受けられる。

このような場合に、情報伝達のプロセスに、もう一つのステップを、紙芝居や漫画、あるいは、 映像などのメディアで持ち込むことによって、市民の正しい理解を促進する役割をもたせるとい うのが、この研究の大きな特色であり、そのような試みを実践しつつ、試行錯誤を重ね、市民の 理解を確認しながら、伝達手段の開発を行ない、効果的な情報伝達手段を実際に作り出すことに よって、最適な伝達メディアのモデルを、それぞれの現象の具体例に応じて完成させることとす る。

2. 成果

上記のような視点で、2013年度から一連の研究を進めてきた。今までの研究の概要は以下の通りである。

1)2013年度では、情報を生産する立場の研究者、情報を伝えるメディアの研究者、情報を伝えるメディアの実践者たちで研究会を組織し、さまざまの観点から議論を続けた。

2)2014年度においては、南海トラフの巨大地震に関する予測の諸研究成果の分析を関係の研究 者の議論によって行った。その成果を取り入れて、南海トラフの次の巨大地震発生までの地球史 の整理を行い、将来の研究のための下地とすることとした。研究会での議論の結果、もっとも重 要な結論は、1人ひとりが命を守るための行動をとることが、災害を軽減するために必要な考え であるが、そのためには、地球の仕組み、地震や津波の仕組みを理解して、南海トラフの大地震 が近い将来、かならず起こるということを認識することが大切である。

そのために、少し回りくどいと感じても、宇宙と地球の生い立ちから説明することが必要であるという認識ができた。

3)2015年度では、以上のような議論の結果から、1つは市民向けに解説書を出版し、もう一つ は、宇宙の誕生から地球の誕生までの歴史を漫画と解説で出版することとした。

4) 2016 年度においては、このようなストーリーをもとにして漫画家と科学者の連携による漫画 『あっ! 地球が・・・漫画による宇宙の始まりから近未来の破局噴火まで』というタイトルで 出版を実行した。

5)2017年度においては、国立研究開発法人海洋研究開発機構(JAMSTEC)のデータの利用に 関して将来の分析の方針を各分野の専門家で議論し、尾池がその座長を務めて議論の結果を JAMSTECに提言し、また岩波書店の「科学」に論説を掲載する準備を行った。

6)2018年度では、岩波書店の「科学」2018年5月および6月号において、将来の地震予測に おけるビックデータの有用性について詳しく論じた。関西サイエンスフォーラムのシンポジウム において得た結論から政府に提出した『地震火山庁の設置と地震火山予報士の制度化』の理解を 深めるために漫画による解説を作成した。さらに日本の地震活動をVRによって立体的に観察で きるようにするための準備を進め、気象庁の地震データから深さ5kmごとの地震分布図を作成し、 アニメーション作成チームとの議論を進めた。

7)2019年度ではこの研究の最終年度として、過去6年間の研究成果をまとめる年度とした。そのため、全体を振り返りつつ研究成果を残る形にまとめたいと考えた。年度末に研究会を実施する予定であったが、年度末に発生した諸般の事情で開催できなかった。

いくつかの実施計画の経過を以下に述べて報告に変えることとする。

-1.21世紀前半の地震情報の展開を描くアニメーションの制作

すでに完成している漫画をもとにアニメーションを作成する企画を進めた。アニメーションの 簡単な試作品をもとに研究会において議論する予定で、自己資金により、来年度継続して実施す ることになっている。

-2. ヴァーチャルリアリティによる日本列島地下構造の映像化

地震分布の4次元構造を視覚的に見せる映像を作成するため、気象庁のデータから深さ5km ごとの地震分布図を作成した。そのデータを映像化するためのソフトの開発途上であるが、京都 造形芸術大学キャラクターデザイン学科でそれを担当し、継続して進める。

-3. 中国語での翻訳出版

漫画『あっ! 地球が・・・漫画による宇宙の始まりから近未来の破局噴火まで』(2016 年度 出版)を、中国漫画学会会長の陶冶氏の発案により、中国語に翻訳し出版することが決定した。 現在、すでに第1次翻訳作業を終了し、中国の若者向けに若干の調整をする段階となっている。 2020年内の出版を目指している。

-4. 静岡県での活動

静岡県立大学附属グローバル地域センターの研究課題として「地震予知研究」を充実させるために、鴨川仁准教授を 2019 年度に採用し、同センターの楠城一嘉准教授、東海大学の長尾年恭教授と私を加え、研究グループを構成した。これにより、静岡県民に向かって地震情報を提供する仕組みと内容を検討する体制ができた。

漫画の効用を具体的に示す試みとして、静岡新聞より漫画と静岡県立大学での研究成果のエッ セイとを組み合わせて連載することを企画し、現在その連載が行われている。新聞社が大きく取 り上げてくれたのは、このようなメディアの効果を、当研究の成果として実証してきたことによ る一つの具体的な成果であると考えられる。

8) 2020年度

一連の研究によって得られた成果をもとに、実際に地域の住民に地震活動の状況を広報し、安 全なことを安全と知ってもらう仕組みを実用化したいと考えている。その中の1つの試みとして、 防災先進県である静岡県において、地震予知研究会を設立し、そこから静岡県の地下の状況を広 報する試みを開始したいと考え、その準備が完了し、研究活動を開始した。

具体的には静岡県立大学附属グローバル地域センターに地震予知研究部門を置き、若手の優秀 な研究者である鴨川仁、楠城一嘉らを配置して、ビッグデータの分析を行いつつ情報を提供する 仕組みとして、地震予知研究グループの活動を継続している。

3. 成果の公表

(1)K. Z. Nanjo, Were changes in stress state responsible for the 2019 Ridgecrest, California, earthquakes?, Nature Communications, 11, 3082, DOI: 10.1038/s41467-020-16867-5 (2020)
(2).K. Z. Nanjo, Capability of Tokai strainmeter network to detect and locate a slow slip: First results, Pure and Applied Geophysics, 177, 2701-2718, DOI: 10.1007/s00024-019-02367-1 (2020)

(3)アニメーション「2038 未来から届ける私たちの活躍」

【動画のリンク】https://youtu.be/P1MTNmto2MA

報告書作成日 令和3年4月9日

エネルギーマネジメントにおける 制御アルゴリズム開発

共同研究員 太田快人¹ 平田研二² ¹京都大学大学院情報学研究科教授 ²富山大学大学院理工学教育部教授

受託先名:株式会社ダイヘン

1. 目的

太陽光発電システムの連系容量の増加に対して電力系統の安定運用を確保するための発電設備 や蓄電池設備の制御、電力需要群に対する消費電力の制御に対してアルゴリズムを開発し検証す ることを目的としている。

2. 成果

蓄電池をともなった太陽光発電設備の発電電力や蓄電量、電力需要群に対する消費電力を分散 協調制御する仮想発電所に対する制御方法を考察している。これらの制御問題に対して価格提示 分散アルゴリズムを提案し、シミュレーションならびに模擬電源装置による実験によって有効性 を確認した。

3. 成果の公表

(1)阿久津 彗、平田 研二、大堀 彰大、服部 将之、太田 快人; "出力抑制指令への対応を可能と する蓄電池併設型太陽光発電システムにおける分散型出力抑制制御の実機検証"電気学会論文誌 C、Vol. 140、No. 8、990(2020)

(2)平田 研二、前野 昇陽、藤澤 雄大; "実時間価格提示方策を利用した電力需要拠点の分散型運用とチャタリング現象に関する考察"計測自動制御学会論文集、Vol. 57、No. 3、145(2021)
(3)阿久津 彗、平田 研二、大堀 彰大、服部 将之、太田 快人; "実時間価格提示方策を利用した 仮想発電所の分散型運用に関する考察"第7回 制御部門マルチシンポジウム、1H1-3(2020)
(4)前野 昇陽、平田 研二; "電力需要拠点の分散制御におけるチャタリング現象に関する考察"

(5)糸井 太朗、阿久津 彗、平田 研二、山本 健太、大堀 彰大; "実時間価格提示を利用した分散 制御系のデモンストレーション環境構築に関する研究"第 64 回 システム制御情報学会研究発 表講演会、GS14-4(2020)

(6)柿木 悟、阿久津 彗、平田 研二; "発電・蓄電設備を有する施設群により構成される仮想発電 所の分散型運用に関する考察"第 63 回 自動制御連合講演会、1H2-5(2020)

報告書作成日 令和3年4月7日

大規模分散電源による電力系統の安定化

共同研究員 舟木 剛

大阪大学大学院工学研究科教授

受託先名:株式会社ダイヘン

1. 目的

大規模の分散電源となる洋上風力は,複数の交直変換器が直流送電線に接続された多端子構 成が考えられている。接続された複数の交直変換器により交流系統を安定運転させる付加機能 が期待されている。その制御方法を確立するために必要な、多端子直流送電システムの解析に 用いるモジュール化したモデルを構築する。

2. 成果

IEEE 9 母線系統を対象とした、交流系統に接続された直流多端子送電系統の構成を図 1 に示 す。図に示した IEEE 9 母線系統における交流系統の 3 台の同期発電機のうち、第 2、第 3 発電 機(ACbus7,9)はリアクタンス背後電圧モデルとして扱う。残りの発電機は無限大母線とした。交 流送電線のインピーダンスは三相平衡とし、 π 型等価回路で表した。直流送電線は双極構成とし、 π 型等価回路として扱う。ただし L_{dcij} , R_{dcij} は、各々直流母線 i,j間のインダクタンスと抵抗であ る。 v_{dci} は直流母線 i の電圧である。直流送電線の静電容量 C_{dcij} には直流平滑コンデンサ容量を含 んでいる。

三端子の交直変換器は、VSC1 を直流電圧制御、VSC2,VSC3 を有効電力制御としたマスター スレーブ制御とし、そのダイナミクスは次式で与える。

$$\frac{du_k}{dt} = \frac{G_k}{T_k} \left(V_{dckref} - v_{dck} \right) - \frac{1}{T_k} (u_k - u_k^*), \ \frac{du_k}{dt} = \frac{G_k}{T_k} \left(P_{dckref} - p_{dck} \right) - \frac{1}{T_k} (u_k - u_k^*)$$

ただし u_k , u_k *は制御変数と定常状態における値、 G_k , T_k は制御ゲインと時定数、 V_{dckref} , v_{dck} は 直流電圧とその指令値、 P_{dckref} , p_{dck} は交流系統側から供給される有効電力と指令値である。

表1に示した直流多端子系統のパラメータを用いて擾乱に対する応答を評価した。ここで2台の同期発電機の制動係数は1、交流系統の基準容量は300MVA,230kV,60Hz、直流系統の基準容量は300MW,200kVとした。平衡状態で解析を開始し、t=0.1secで交流系統側の擾乱として角速度を0.2Hzステップ変化させた。図2に解析結果として、発電機の回転速度偏差および、直流端子電圧と有効電力の応答を示す。発電機2の回転速度は1.18Hz,1.72Hzの振動成分を持ち、発電機3の回転速度、1vdc1,pdc1,pdc3は1.16Hz,1.72Hzの動揺成分を持っていることが分かる。固有値解析で得られる振動周波数である1.17Hzは発電機2、1.722Hzは発電機3の振動周波数に各々一致する。すなわち交流系統側は、多機系統で現れる複数の振動モードを示し、これが直流側にも影響していることが分かる。以上のように、モジュール化したモデルを用いて多端子直流送電系統と交流多機系統で生じる現象を模擬できることを示した。今後はこのモデルを交流系統の安定化制御の検討に適用する。



図1 検討対象とする多端子直流送電系統

$R_{\rm dc12}$	0.01320	R_{dc13}	0.02640	$R_{\rm dc23}$	0.01980
L_{dc12}	0.05655	$L_{\rm dc13}$	0.1131	L_{dc23}	0.08482
C_{dc12}	2.547	$C_{ m dc13}$	5.094	$C_{\rm dc23}$	3.820
G_1	-10	G_2	10	G_3	10
$P_{\rm dc2(ref}$	f)	0.25	$P_{\rm dc3(ref)}$		0.08333
$V_{\rm dc1(ref}$	E)	1	$C_{\mathrm{sdc}i}$	6.283	$i \in \{1, 2, 3\}$
T_k (0.02s) ×		$(120\pi s^{-})$	¹)	$k \in \{1,$	2,3}

表1 多端子直流送電系統のパラメータ



3. 成果の公表

(1)Naoki Kawamoto, Yoshihiko Susuki, Atsushi Ishigame, Tsuyoshi Funaki, Salvatore D'Arco, "Modular Modeling for Large-Signal Simulations of a Multi-Machine AC Grid with MTDC Interconnection," 電気学会電力エネルギー部門大会、220、9月 9~11 日(2020)

報告書作成日 令和3年3月19日

令和3年7月印刷・発行 発行:公益財団法人応用科学研究所 〒606-8202 京都市左京区田中大堰町49 TEL 075-701-3164 FAX 075-701-1217 印刷・製本:株式会社北斗プリント社

(無断複写複製厳禁)



Research Institute for Applied Sciences