Ni-Co-Nb 系合金の減衰能ならびに磁気的および機械的性質*

比内正勝** 増本 量** 沢谷昭八**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 48, No. 3 (1984), pp. 314-319

Damping Capacity and Magnetic and Mechanical Properties of Ni-Co-Nb Alloys

Masakatsu Hinai**, Hakaru Masumoto** and Showhachi Sawaya**

The internal friction Q^{-1} , the magnetic hysteresis loop and the mechanical properties were investigated for three Ni-Co-Nb alloy series containing 25, 45 and 65%Co, respectively. Measurements of the Q^{-1} and the rigidity modulus G were carried out by the inverted torsion pendulum method. The coercive force H_c was measured using an automatic recording fluxmeter, and the tensile test was performed using an Instron-type machine.

In both states of furnace-cooling and water-quenching, the maximum internal friction, $Q_{\max}^{-1}$, for the maximum shear strain-amplitude became the highest at 3%Nb for the Ni-25%Co-Nb alloy series and at 5%Nb for the Ni-45%Co-Nb alloy series. For the Ni-65%Co-Nb alloy series, the $Q_{\max}^{-1}$ became the highest at 1%Nb upon furnace-cooling or at 5%Nb upon water-quenching.

The $Q_{\max}^{-1}$ value of the alloys having the reasonably small H_c was fairly high, while the $Q_{\max}^{-1}$ of the alloys having the large H_c was very low, because the compound Co_2Nb or Co_3Nb precipitated in the α phase matrix. Furthermore, the larger the ΔG effect, the higher the Q^{-1} became.

The tensile strength and the yield strength of the present three alloy series increased with increase in Nb content, and the elongation of these alloys was generally large.

(Received September 30, 1983)

Keywords: damping capacity, internal friction, high damping material, nickel-cobalt-niobium alloy, coercive force, rigidity modulus, tensile strength, Co_2Nb compound, Co_3Nb compound

I. 緒 言

高い減衰能を有する吸振合金に関する研究は最近かなり活発に行われるようになったが、Ni 基合金についてはその研究が非常に少なく著者らの Ni-Co 系合金に関する研究のほかはほとんど見当たらない⁽¹⁾。それによれば Ni-Co 合金について主に次の点が明らかとなった。(1) 内部摩擦 Q^{-1} は最大剪断歪み振幅 γ_m に対して 1 つの極大値 $Q_{\max}^{-1}$ を示し、その値は水中冷却の場合には炉中冷却のときに比べてかなり高い。(2) $Q_{\max}^{-1}$ に相当する γ_m の値は保磁力の大きさと比例的関係にあり、 $Q_{\max}^{-1}$ の大きさは弱磁場における磁気歪みあるいは ΔG 効果の大きさにも比例する。(3) これら合金の引張伸びは Fe 基吸振合金などに比べて 2 倍程度でかなり大きい。

かように非常に興味ある結果が得られたので、著者らはさらに Ni-Co 系合金に Nb を添加して研究を進めた。つきにはその結果について報告する。

II. 試料および実験方法

合金の原料としては Table 1 に示す不純物を含む Ni, Co および Nb を用い、全量 0.5 kg を脱酸剤とともに表面に Ar ガスを通じながら高周波電気炉によって溶解して直径 25 mm 丸の铸塊を得た。つきに铸塊を熱間鍛造と冷間圧延、スエーピングおよび引抜きにより、厚さ 0.5 mm の板ならびに直径 2 mm および 0.8 mm の線とした。板は X 線回折用、2 mm の線は引張試料用ならびに 0.8 mm の線は減衰能 (内部摩擦) および剛性率測定用とした。さらにこれらを真空中で 1273 K で 7.2 ks 間加熱した後炉中冷却

Table 1 Chemical composition of starting materials (mass%).

Metals	Fe	Ni	Co	Mn	Si	Al	Ta	C	S
Ni	0.001	—	0.010	—	—	—	—	trace	0.002
Co	0.150	0.140	—	0.012	0.025	—	—	0.007	0.004
Nb	0.002	—	—	0.001	0.002	0.001	0.015	0.023	—

** 財団法人電気磁気材料研究所 (The Research Institute of Electric and Magnetic Alloys, Yagiyama-Minami 2, Sendai 982)

* 1983 年 4 月日本金属学会東京大会に一部発表: 財団法人電気磁気材料研究所研究報告第 139 号

あるいは水中冷却して測定に供した。試料は Co を 25%, 45% あるいは 65% と一定にし, Nb 0~13% を含む Ni-Co-Nb 合金 26 種である。

結晶構造は X 線ディフラクトメータ法 (Fe- K_{α} 線および Mo- K_{α} 線) によって調べ, 内部摩擦ならびに剛性率は逆吊り振り振子法⁽²⁾⁻⁽⁵⁾により振動数約 1 Hz, γ_m 1~400 $\times 10^{-6}$ で測定した。飽和磁場中の剛性率は 50 kA/m の直流磁場中で, 磁気ヒステリシスループは自記磁束計によって測定し, 引張試験はインストロン型試験機を用いて行った。

III. 実験結果ならびに考察

1. 結晶構造

Ni-Co 系, Ni-Nb 系あるいは Co-Nb 系の状態図⁽⁶⁾によれば, Ni と Co は全率固溶体であり, Ni あるいは Co への Nb の固溶度はそれぞれ 1558 K で 13.5% あるいは 1303 K で 4% で, いずれも温度の下降につれて減少するが, Ni-Co-Nb 3 元系の状態図についてはまだ報告されていない。そこで必要な組成の合金についてまずその結晶構造を X 線回折法により調べた。その結果 Co を 25% と一定にした Ni-25%Co-Nb 合金の系列では 1273 K で 7.2 ks 間加熱後炉中冷却, 水中冷却ともに Nb 13% の添加でも面心立方格子の α 固溶体のみとなっているが, Co を 45% と一定にした Ni-45%Co-Nb 合金系列では両冷却状態とも Nb 11% 以上添加すると六方晶 Co_2Nb 金属間化合物⁽⁸⁾が析出しており, その回折線は炉中冷却よりも水中冷却の場合の方が弱い。また Co を 65% と一定にした Ni-65%Co-Nb 合金系列では Nb 7% 以上の合金で六方晶 Co_3Nb 化合物が析出するが, 水中冷却の場合にはその回折線は非常に弱い。得られた回折線の一例は Fig.1 に示してある。図中 (a) は

Ni-45%Co-11%Nb 合金ならびに (b) は Ni-65%Co-9%Nb 合金について 1273 K で 7.2 ks 間加熱後炉中冷却した状態の Fe- K_{α} 線を得た X 線回折図である。ここで Fig.1 (a) の Co_2Nb は軸比 $c/a=1.612$ ($a=0.5202$, $c=0.8385$ nm) である MgZn_2 型 Laves 相の金属間化合物⁽⁸⁾であり, Fig.1 (b) の Co_3Nb は $c/a=1.758$ ($a=0.9121$, $c=1.6038$ nm) である化合物である。

2. 内部摩擦および保磁力

Fig.2 は Co 含有量を 25% と一定にした Ni-25%Co-Nb 系合金について 1273 K で 7.2 ks 間加熱後 (a) 炉中冷却あるいは (b) 水中冷却した場合の内部摩擦の極大値 $Q_{\max}^{-1}$ と Nb 含有量との関係を示している。炉中冷却, 水中冷却の

Fig.2 Maximum internal friction $Q_{\max}^{-1}$ as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 25%Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

Fig.1 X-ray diffraction patterns for (a) Ni-45%Co-11%Nb and (b) Ni-65%Co-9%Nb alloys furnace-cooled after heating at 1273 K for 7.2 ks.

いずれの場合にも $Q_{\max}^{-1}$ は Nb 量とともにはじめ急に増加して Nb 3% で最大に達し、後徐々に減少する。そして水中冷却した場合の $Q_{\max}^{-1}$ は炉中冷却の場合の値より全体的に高くなっている。つぎに Fig.3 には一定量の Co 45% を含む Ni-45%Co-Nb 系合金について Fig.2 と同じ状態の $Q_{\max}^{-1}$ と Nb 含有量との関係が示してある。いずれの冷却状態でも $Q_{\max}^{-1}$ は Nb 5% で最大となるが、Nb 量が 11% 以上では非常に小さい値となる。この合金系でも $Q_{\max}^{-1}$ は水中冷却の場合の方が炉中冷却のときよりかなり高くなっている。さらに Fig.4 には Fig.2 と同じ状態の Co 65% を含む Ni-65%Co-Nb 系合金の $Q_{\max}^{-1}$ と Nb 含有量との関係が示してある。この場合には $Q_{\max}^{-1}$ は炉中冷却すると Nb 1% で最大となり、水中冷却すると

Fig.3 Maximum internal friction $Q_{\max}^{-1}$ as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 45%Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

Fig.4 Maximum internal friction $Q_{\max}^{-1}$ as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 65%Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

Nb 5% で最大となるが、いずれの場合にも Nb 7% を越えると非常に小さい値となる。Figs.2~4 からわかるように炉中冷却状態と水中冷却状態における $Q_{\max}^{-1}$ の差は Co 量が多いほど大きくなっている。

つぎに強磁性吸振合金の $Q_{\max}^{-1}$ はその磁気的性質にも非常に影響されるので、1273 K で 7.2 ks 間加熱後 (a) 炉中冷却あるいは (b) 水中冷却した一定量の Co 25%, 45% および 65% を含む Ni-Co-Nb 系合金について保磁力 H_c と Nb 含有量との関係を求めてみた。その結果は Fig.5 に示してある。Co 25% を含む合金系列のときには H_c は Nb 量とともに両冷却法ともはじめほとんど同じ径路をとって増加するが、Nb が 7% を越えると炉中冷却の場合急にその増加率を増す。Co 45% の合金系列では炉中冷却、水中冷却ともに H_c は Nb 量とともにはじめ小さくなり、それぞれ Nb 2% あるいは 1% の極小を経た後は漸次増大するが、Nb が 11% を越えると急激に増加の度を増す。そして Nb 量の少ない範囲の組成で炉中冷却したときの H_c が水中冷却のときより全体的に大きいのはパーミンバー型ループ⁽⁹⁾ が現れるがため、Nb 11% 以上における H_c の急増はいずれの冷却法の場合も強磁性 α 相の地に非強磁性 Co_2Nb が析出することによるのである。さらに Co 65% の合金系列では H_c は炉中冷却すると Nb 量とともに徐々に増大するが、水中冷却の場合にははじめわずかに減少して Nb 3% で極小となる。また H_c は両冷却法ともに Nb 7% から急激に増大するが、その原因は α 相中に Co_3Nb 化合物が析出することによるのである。

以上の $Q_{\max}^{-1}$ -Nb 曲線と H_c -Nb 曲線とを対照し考察

Fig.5 Coercive force H_c as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 25%, 45% or 65%Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

すると $Q_{\max}^{-1}$ は Ni-Co2 元系の場合と同様⁽¹⁾ その H_c の大きさに密接に関係しており, H_c が適度に小さいと小さな振動応力で磁区が動き易くなるので非常に大きな $Q_{\max}^{-1}$ が得られるものと考えられる⁽¹⁾⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾.

3. 剛性率および ΔG 効果

Fig. 6 には 1273 K で 7.2 ks 間加熱後 (a) 炉中冷却あるいは (b) 水中冷却した Co 25%, 45% あるいは 65% を含む Ni-Co-Nb 系合金について得られた飽和磁場中の剛性率 G_s ならびに $Q_{\max}^{-1}$ を示す剪断歪み振幅における剛性率 G_o と Nb 含有量との関係が示してある. Co 25% あるいは 45% を含む合金系の場合には両熱処理法とも G_s は Nb 量の増加とともにはじめ減少し小さな極小を経た後わずかな増加を示すが, Co 65% のときには Nb 量とともに徐々に増大するのみである. また G_o は $Q_{\max}^{-1}$ が最大となる Nb 量で大体極小を示した後 Co_2Nb あるいは Co_3Nb 化合物が析出する Nb 量から急激に増大するが, その値は一般に水中冷却の場合の方が炉中冷却したときより小さい. つぎに Fig. 7 には Fig. 6 と同じ熱処理を施した Co 25%, 45% あるいは 65% を含む Ni-Co-Nb 系合金の ΔG 効果, $\Delta G/G_s = (G_s - G_o)/G_s \times 100\%$ と Nb 含有量との関係が示してある. $\Delta G/G_s$ の Nb 量による変化は Figs. 2~4 の $Q_{\max}^{-1}$ の変化とほぼ対応しており, その値は $Q_{\max}^{-1}$ の高い組成では 20~30% でかなり大きく ΔG 効果の大きさが $Q_{\max}^{-1}$ の大きさに密接に関係することを示しているが, その詳細の考察については次報で行うことにする⁽¹³⁾.

Fig. 6 Rigidty modulus in saturated magnetic field, G_s , and rigidty modulus at the shear strain amplitude showing $Q_{\max}^{-1}$, G_o as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 25%, 45% or 65% Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

4. 引張強度, 降伏強度および伸び

Fig. 8 には 1273 K で 7.2 ks 間加熱後 (a) 炉中冷却あるいは (b) 水中冷却した一定の Co 25% を含む Ni-25%Co-Nb 系合金の引張強度 σ_t , 降伏強度 σ_y ならびに伸び E_l と Nb 含有量との関係が示してある. σ_t および σ_y はいずれの冷却法においても Nb 量とともに 9% 付近まで急激に増大した後, 増加の度合いがゆるやかになり, 両者とも Nb 数%以上では水中冷却の場合より炉中冷却のときの方が高い

Fig. 7 ΔG effect $\Delta G/G_s$ as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 25%, 45% or 65% Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

Fig. 8 Tensile strength σ_t , yield strength σ_y and elongation E_l as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 25% Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

値を示している。また E_ℓ は Nb 13% まで 40% 程度のかかなり大きい値を保っており、一般に炉中冷却の場合より水中冷却のときの方が幾分高い値を示している。Fig. 9 は Fig. 8 と同じ状態の一定の Co 45% を含む Ni-45%Co-Nb 系合金の σ_t , σ_y ならびに E_ℓ と Nb 量との関係を示している。 σ_t および σ_y は Nb 量とともに急激に大きくなり、それらの冷却法による差は Co 25% の合金系より大きい。そして E_ℓ は Nb 9% までは 35~40% を示すが Nb 11% からは Co_2Nb の析出とともに徐々に小さくなっていく。また、Fig. 10 には Fig. 8 と同じ状態の一定の Co 65% を含む

Fig. 9 Tensile strength σ_t , yield strength σ_y and elongation E_ℓ as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 45%Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

Fig. 10 Tensile strength σ_t , yield strength σ_y and elongation E_ℓ as a function of Nb content in Ni-Co-Nb alloys containing 65%Co, (a) furnace-cooled or (b) water-quenched after heating at 1273 K for 7.2 ks.

Ni-65%Co-Nb 系合金の σ_t , σ_y ならびに E_ℓ と Nb 含有量との関係が示してある。この合金系でも σ_t および σ_y は両熱処理法とも Nb 添加とともに急激に増大するが、特に炉中冷却した場合には Co_3Nb の析出による極大がそれぞれ Nb 7% に大きく現れている。そして E_ℓ は Nb 量とともに徐々に小さくなるとはいえ、非常に高い $Q_{\max}^{-1}$ を示す Nb 5% までの合金で 50% 以上の極めて大きい値を示している。

かように Ni-Co-Nb 系合金は $Q_{\max}^{-1}$ が非常に高いだけでなく、 σ_t , σ_y ならびに E_ℓ も大きいので、加工性ならびに成形性が良好な高強度吸振合金として有望である。

IV. 総 括

Co 含有量を 25%, 45% ならびに 65% と一定にし、Nb 0~13% を含む Ni-Co-Nb 合金系列について 1273 K で 7.2 ks 間加熱後炉中冷却あるいは水中冷却して結晶構造、内部摩擦 Q^{-1} 、磁気ヒステリシスループならびに機械的性質を求めて次の結果を得た。

(1) Ni-25%Co-Nb 合金系列では炉中冷却、水中冷却状態とも剪断歪み振幅 γ_m に対する Q^{-1} の極大値 $Q_{\max}^{-1}$ は Nb 量とともに増大して Nb 3% で最大に達した後徐々に減少する。Ni-45%Co-Nb 合金系列ではいずれの冷却状態でも $Q_{\max}^{-1}$ は Nb 5% で最大となるが、Nb 11% 以上では非常に小さくなる。また Ni-65%Co-Nb 合金系列の $Q_{\max}^{-1}$ は炉中冷却すると Nb 1% で最大となり、水中冷却すると Nb 5% で最大となるが、いずれの場合にも Nb 7% を越えると非常に小さい値となる。そしてこれらの合金系列の $Q_{\max}^{-1}$ は水中冷却の場合の方が炉中冷却の場合より全体的に値が高い。

(2) Ni-25%Co-Nb 合金系の保磁力 H_c は両冷却状態とも Nb 量とともに徐々に増加するが、Ni-45%Co-Nb 合金系の H_c は炉中冷却すると Nb 2%, 水中冷却すると Nb 1% で極小を経た後増加し、Nb が 11% を越えるといずれの冷却法の場合も α 相の地に Co_2Nb 化合物が析出するので急激に増大する。また Ni-65%Co-Nb 合金系の H_c は炉中冷却すると Nb 量とともに徐々に増加するが、水中冷却の場合には Nb 3% で極小となる。そして H_c はいずれの状態でも Nb 7% から急激に増大するが、その原因は α 相中に Co_3Nb 化合物が析出することによるのである。

以上のように H_c が大きいときには $Q_{\max}^{-1}$ は小さいが、 H_c が適度に小さいときには $Q_{\max}^{-1}$ は非常に高い値を示す。さらに ΔG 効果は大きいほど高い $Q_{\max}^{-1}$ の値を示している。

(3) 引張強度 σ_t ならびに降伏強度 σ_y はいずれの合金系でも Nb 量とともに急激に増大し、伸び E_ℓ はかなり大きな値を保っており、Ni-25%Co-Nb 合金系では約 40%、Ni-45%Co-Nb 合金系では 35~40% ならびに Ni-65%Co-Nb 合金系では 50~65% を示している。このように E_ℓ は $Q_{\max}^{-1}$ が高い α 単相の合金ではかなり大きな値を示すが、

α 相中の Co_2Nb あるいは Co_3Nb 化合物の析出が増すにしたがって徐々に小さくなっていく。

文 献

- (1) 増本 量, 沢谷昭八, 比内正勝: 日本金属学会誌, **45**(1981), 1145; Trans. JIM, **23**(1982), 95.
- (2) S. Siegel: J. Acoust. Soc. Am., **16**(1944), 26.
- (3) C. Wert: *Modern Research Techniques in Physical Metallurgy*, ASM, (1953), 225.
- (4) P. Kofstad, R. A. Butera and R. S. Croig: Rev. Sci. Instr., **33**(1962), 850.
- (5) M. Koiwa and M. Hirabayashi: Sci. Rep. RITU, **A18**(1966), 344.
- (6) H. Masumoto: Sci. Rep. Tohoku Univ., **15**(1926), 449.
- (7) M. Hansen: *Constitution of Binary Alloys*, Second Edition, McGraw-Hill Book Co. Inc., N. Y., (1958), 484, 486, 1011.
- (8) B. J. Piarcey, R. Jackson and B. B. Argent: J. Inst. Metals, **91**(1962-63), 257.
- (9) 増本 量, 井上三郎, 宇加地逸二郎: 日本金属学会誌, **17**(1953), 607: Sci. Rep. RITU, **A6**(1954), 375.
- (10) A. W. Cochardt: *Magnetic Properties of Metals and Alloys*, ASM, (1958), 251; Trans. ASM, **52**(1960), 914.
- (11) 増本 量, 沢谷昭八, 比内正勝: 日本金属学会誌, **45**(1981), 631; Trans. JIM, **22**(1981), 607.
- (12) 増本 量, 比内正勝, 沢谷昭八: 日本金属学会誌, **47**(1983), 229.
- (13) 増本 量, 比内正勝, 沢谷昭八: 日本金属学会講演概要, (1983・4月), 180.