

鉄基アモルファス合金の磁場中熱処理によって形成されるナノ結晶の TEM 観察

¹島根大学生, ²島根大・次世代たたら協創センター ○北村 海¹, 赤穂 千郷¹,
井上 喬仁¹, 藤井 晴雅¹, 太田 元基², 荒河 一渡²

E-mail: n23ma04@matsu.shimane-u.ac.jp

1. 目的

鉄基アモルファス合金を熱処理することによって得られる、鉄基ナノ結晶合金は、アモルファス相にナノサイズの結晶粒が析出した材料である。この材料は優れた軟磁気特性[1]を有し、J-PARC シンクロトロン加速器、高周波トランスのコア材料等として有用である。このような磁気特性の起源の手がかりを得るため結晶化初期段階の結晶粒に着目した。μSR および X 線回折測定によれば、結晶化初期の結晶粒形成頻度は磁場強度によって左右されていることが確認されている[2]。我々の最終目標は、結晶粒形成過程へ及ぼす印加磁場の役割の解明である。本研究では、透過電子顕微鏡法 (TEM) によって、結晶粒成長過程でのナノ結晶粒のサイズ分布およびナノ結晶の相と配向へ印加磁場が及ぼす影響を調べた。

2. 方法

Fe-Nb-Cu-Si-B アモルファス合金リボンに対して、無磁場中 (0 mT) および磁場中 (10, 30, 300 mT) で、結晶成長途中の状態を再現するために昇温過程(504°C)で試料を炉から取り出し、初期微結晶合金リボンを得た。各試料に対して、TEM 用薄膜を電解研磨によって作製した。回折コントラスト広視野観察によるナノ結晶粒のサイズ分布測定および位相コントラスト高分解能観察によるナノ結晶粒の相同定をおこなった。回折コントラスト観察においては EELS による厚み測定をおこなった。位相コントラスト高分解能観察に当たっては、Si 標準試料を用いて結像系の歪み補正をおこなった。

3. 結果

ナノ結晶粒のサイズ分布測定の結果 (Fig 1: サイズ約 3 nm 以下は参照値)、無磁場および磁場 (300 mT) では、10 mT や 30 mT に比べて、直径約 10 nm 以上の結晶粒析出頻度が高かった。これは、0 mT および 300mT 程度の高磁場では、結晶粒の成長が促進されることを示唆する。結晶相解析の結果、10nm 以下の結晶粒については bcc-Fe だったが 11 nm 以上の結晶粒では Fe₃Si も含まれることがわかった。他方、今回観察した試料中の結晶粒径 6 nm~15 nm の結晶粒については磁場印加方向に対する結晶方位の優先配向を示唆する結果は得られなかった。

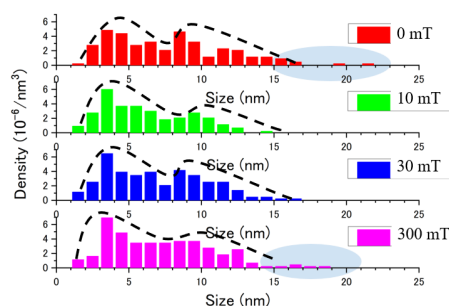


Fig. 1. ナノ結晶粒サイズ分布の印加磁場依存性

参考文献

[1] Y.Yoshizaw, et al.,: APL 64 (1988) 6044-6046

[2] M. Ohta, et al.: Magnetic Field dependence on Crystallization Process of FINEMET (2020)