

Cu単結晶母相中の α -Fe粒子の成長に 及ぼす外部磁場効果

藤居 俊之*・草鹿 堅吾*²・加藤 雅治*

Effects of Magnetic Field on the Growth of α -Fe Particles
in a Single Crystal Cu Matrix

Toshiyuki FUJII, Kengo KUSAKA and Masaharu KATO

Synopsis : The effects of magnetic field on the growth of ferromagnetic α -Fe precipitate particles in Cu-1.53mass% Fe alloy single crystals have been examined by the magnetic anisotropy measurement. Specimens aged at 973K for 24h were deformed in tension along the [419] direction to induce the $\gamma \rightarrow \alpha$ martensitic transformation in dispersed small Fe precipitate particles. After deformation and successive annealing at 973K under the magnetic field of 1.25MA/m parallel to [110] and $[\bar{1}\bar{1}\bar{6}]$ for 30min~8h, the magnetic anisotropy was examined by measuring magnetic torque around (331). The torque curves were analyzed theoretically by considering the crystal and shape magnetic anisotropies of the α -Fe particles. It is found that the elongation of α -Fe particles to the [110] direction by annealing is accelerated under the magnetic field parallel to [110] and restrained under the magnetic field parallel to $[\bar{1}\bar{1}\bar{6}]$. These results can be understood by considering the magnetostatic stability of the α -Fe particles.

Key words : Cu-Fe alloy ; precipitation ; phase transformation ; magnetostatic energy ; magnetic anisotropy ; magnetic torque ; effect of magnetic field ; shape change of particles.

1. 結論

fcc構造を持つ常磁性 γ -Fe粒子が析出したCu-Fe合金に外力を加えると、Fe粒子はbcc構造を持つ強磁性 α -Feにマルテンサイト変態する^{1)~4)}。変態した α -Fe粒子とCu母相の間には、最密面と最密方向同士がそれぞれ平行となったKurdjumov-Sachs (KS)の方位関係がほぼ満たされる^{4)~6)}。また、優先発生するKSバリエントの結晶学も、透過電子顕微鏡観察により詳しく調べられている⁷⁾。その観察によると、マルテンサイト変態したままの α -Fe粒子はほぼ球状で、内部双晶からなる層状構造を持つ⁴⁾。この α -Fe粒子を含むCu-Fe合金を焼鈍すると、粒子内部の双晶対の数は徐々に減少してゆき、最終的には双晶のうちのどちらか一方の結晶のKSバリエントからなる単結晶粒子となる⁴⁾。この変化と同時に、粒子の形状は、球状から楕円体状へと変化する⁸⁾⁹⁾。また、粒子の優先成長方向は、KSの方位関係を記述するCu母相の $\langle 110 \rangle$ 方向であることが知られている⁹⁾¹⁰⁾。

ところで、室温で α -Fe粒子は強磁性を示し、磁気異方性を有する。Fujiiらは、Cu-Fe合金単結晶を用いて、結晶磁気異方性と形状磁気異方性の観点から、優先発生する α -Feバリエントの焼鈍による粒子の形状変化を調べた。その結

果から予想される優先バリエントは、透過電子顕微鏡観察において確認された¹¹⁾。一般に、焼鈍により楕円体状に成長した α -Fe粒子に、外部磁場を印加し磁化させたとき、粒子の磁氣的安定性は、外部磁場の方向、すなわち磁化した方向に依存する。また、一軸方向に伸びた回転楕円体状の磁性体の静磁エネルギーは、磁性体の形状がより長く伸びるほど小さくなる¹²⁾。このことを考慮すると、外部磁場を印加させた状態で焼鈍を行えば、 α -Fe粒子の成長が磁場印加方向によって促進されたり抑制されたりすることが予想される。本研究の目的は、この予想を確かめるためにマルテンサイト変態した α -Fe粒子を含むCu-Fe合金単結晶を用いて、磁場中焼鈍を行い、 α -Fe粒子の成長に及ぼす外部磁場効果を明らかにすることにある。

2. 実験方法

2.1 試料作製

Cu-1.53mass%Fe合金を母材として、Bridgman法により厚さ2mmの板状単結晶を作製した。板面方位は、 $[419]_f$ 方向と $[110]_f$ 方向をともに含む $(331)_f$ 面を選んだ。なお、本論文では、面と方向の添字fはfcc、bはbccを表すことにする。

平成6年11月30日受付 平成7年3月3日受理 (Received on Nov. 30, 1994; Accepted on Mar. 3, 1995)

* 東京工業大学大学院総合理工学研究科 (Interdisciplinary Graduate School of Science and Engineering, Tokyo Institute of Technology, 4259 Nagatsuta Midori-ku Yokohama 226)

* 2 東京工業大学大学院生 (現: 日本IBM(株)) (Graduate Student, Tokyo Institute of Technology, now IBM Japan, Ltd.)

$[419]_f$ 方向は、 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f[011]_f$ すべり系のSchmid因子がほぼ0.5となる方向である。また、 $[110]_f$ 方向は、 $[419]_f$ 方向を引張軸としてFe粒子を応力誘起マルテンサイト変態させたときに、最も多く発生するバリエントの成長方向にあたる⁸⁾⁹⁾。これらの幾何学は、Fig. 1のステレオ投影図上に示してある。作製した単結晶から、引張方向が $[419]_f$ 方向となるように、 $2 \times 10 \times 40 \text{ mm}^3$ の引張試料を切り出した。切り出した試料を1273K、真空中で4h溶体化処理した後、973K、真空中で24h時効した。この熱処理により、平均粒子半径が約30nmの γ -Fe粒子がCu母相中に析出した。また、これまでの研究によれば、この組成の合金では、Fe粒子の体積分率は1.40 vol%となる¹³⁾。

Fe粒子に $\gamma \rightarrow \alpha$ マルテンサイト変態を誘発させるため、試料を室温で20%引張変形させた。Cu-Fe合金単結晶を用いたこれまでの研究によれば、 $[419]_f$ 引張変形によって誘発される α -Feマルテンサイトバリエントは、Cu母相とKSの方位関係をほぼ満たす。そして、24種類あるKSバリエントのうち、

$$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f // (110)_b, [\bar{1}\bar{1}\bar{0}]_f // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_b,$$

$$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f // (110)_b, [110]_f // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_b$$

という互いに双晶関係にあるバリエントが、優先発生することが知られている⁴⁾⁷⁾。ここで、24種類のKSバリエントを、以前の研究¹⁴⁾¹⁵⁾にならって、Table 1のように分類しておく。この分類では、上記2つのバリエントは、それぞれKS1-3とKS1-6バリエントに相当する。また、それぞれのバリエントの焼鈍による成長方向は、そのKS関係を記述する $\langle 110 \rangle_f$ 方向であることも知られている⁹⁾¹⁰⁾。したがって、KS1-3とKS1-6バリエントの成長方向は、 $[110]_f$ 方向となる。

引張変形を終えた後、振動試料型磁力計(Vibrating Sample Magnetometer; VSM)を用いて試料の飽和磁化を測定し、Fe粒子の変態率を見積もった。また、各焼鈍を終えた試料についても同様に飽和磁化を測定し、 α -Fe粒子の割

Table 1. Notation of the 24KS variants.

Variant name	Plane (fcc)//(bcc)	Direction [fcc]//[bcc]	Twin-related variant
1-1	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})(110)$	$[\bar{1}0\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	1-4
1-2		$[0\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	1-5
1-3		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	1-6
1-4		$[\bar{1}0\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	1-1
1-5		$[0\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	1-2
1-6		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	1-3
2-1	$(111)(110)$	$[\bar{1}0\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	2-4
2-2		$[0\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	2-5
2-3		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	2-6
2-4		$[\bar{1}0\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	2-1
2-5		$[0\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	2-2
2-6		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	2-3
3-1	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})(110)$	$[\bar{1}0\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	3-4
3-2		$[0\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	3-5
3-3		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	3-6
3-4		$[\bar{1}0\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	3-1
3-5		$[0\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	3-2
3-6		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	3-3
4-1	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})(110)$	$[10\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	4-4
4-2		$[0\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	4-5
4-3		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	4-6
4-4		$[10\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	4-1
4-5		$[0\bar{1}\bar{1}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	4-2
4-6		$[\bar{1}\bar{1}\bar{0}]$ $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	4-3

合を調べた。

2・2 磁気異方性測定

引張変形を与えFe粒子にマルテンサイト変態を導入させた試料から、10mm ϕ の円板状試料を打ち抜き、磁気異方性測定用試料とした。磁気異方性測定には、成瀬科学製TM-IIトルクメーターを用いた。 α -Fe粒子を飽和に至るまで磁化させるために、マグネットにより1.25MA/mの磁場を印加した。この状態で、マグネットを、 $[110]_f$ 方向をスタート方向として、 $(3\bar{3}\bar{1})_f$ 板面試料の周りで360°回転させ、トルク曲線を得た。

α -Fe粒子の成長に及ぼす磁場効果を調べるために、磁気異方性測定用試料を1.25MA/mの強磁場中973Kで焼鈍した。焼鈍開始時点で試料中に最も多く含まれるバリエントは、はじめにも述べたようにKS1-3と1-6バリエントであり、これらのバリエントの無磁場での焼鈍による成長方向が $[110]_f$ 方向であることから、磁場印加方向は、これと平行な $[110]_f$ 方向と、垂直な $[\bar{1}\bar{1}\bar{6}]_f$ 方向を選んだ。これ以後、 $[110]_f$ 方向の磁場を平行磁場、 $[\bar{1}\bar{1}\bar{6}]_f$ 方向の磁場を垂直磁場と呼ぶことにする。さらに、比較のために無磁場の焼鈍も行った。焼鈍時間は、15min~8hとし、各時間の焼鈍を終えたそれぞれの試料の室温における磁気トルクを測定した。

α -Fe粒子を含むCu-Fe合金の磁気異方性は、磁化した粒子の結晶学的方位に依存する結晶磁気異方性と、粒子の形状に依存する形状磁気異方性の2つからなる。3つの $\langle 100 \rangle_b$ 方向を容易磁化方向とする α -Feの、単位体積あたりの結晶磁気異方性エネルギー E_c は、

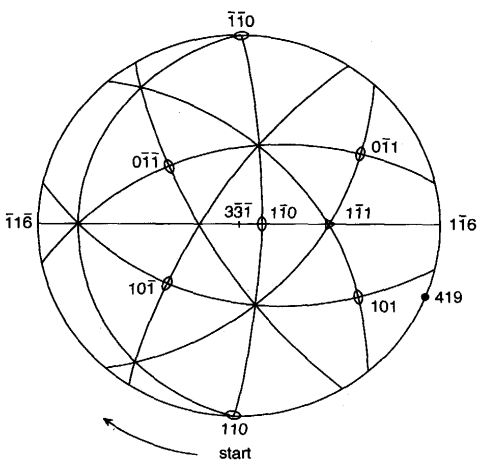


Fig. 1. $(3\bar{3}\bar{1})_f$ stereographic projection showing the $[419]_f$ tensile axis and the orientation of disk specimens for the magnetic anisotropy measurement.

$$E_c = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2\alpha_1\alpha_2\alpha_3 \dots\dots\dots(1)$$

と表される¹⁰⁾。ここで、 $[\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3]_b$ は、自発磁化方向と $[100]_b, [010]_b, [001]_b$ のそれぞれの方向とのなす方向余弦である。また、 K_1 と K_2 は磁気異方性定数で、 α -Feの場合、 $K_1 = 4.72 \times 10^4 \text{ J/m}^3$ と $K_2 = -0.075 \times 10^4 \text{ J/m}^3$ である¹⁷⁾。一方、 α -Feの粒子の形状をx-y-z座標系のz軸を回転軸とする回転楕円体とすると、単位体積あたりの形状磁気異方性エネルギーは、

$$E_s = \frac{1}{4\mu_0} I_s^2 (3N_z - 1) \cos^2 \phi \dots\dots\dots(2)$$

と表される¹²⁾。ここで、 μ_0 は真空の透磁率、 I_s は飽和磁化、 ϕ は磁化方向とz軸のなす角である。また、反磁界係数 N_z は、軸比 k (≥ 1)を、(楕円体の長軸の長さ)/(x-y断面の直径)と定義すると、

$$N_z = \frac{1}{k^2 - 1} \left\{ \frac{k}{\sqrt{k^2 - 1}} \ln(k + \sqrt{k^2 - 1}) - 1 \right\} \dots\dots\dots(3)$$

と表される¹²⁾。

外部磁場を印加させたまま試料を回転させると、

$$L_c = -\frac{\partial E_c}{\partial \theta} \dots\dots\dots(4)$$

と、

$$L_s = -\frac{\partial E_s}{\partial \theta} \dots\dots\dots(5)$$

の2種類のトルクが働く。ここで、 θ は $[110]_r$ 方向から磁場印加方向までの回転角である。マルテンサイト変態によって発生する α -Feバリエントの結晶学は既知であることから、各々のバリエントの体積率と形状を与えれば、式(1)~(5)よりトルク曲線が理論的に再現でき、これと実験によって得られるトルク曲線を比較できることになる。上記理論に基づくトルク曲線の解析手法は、すでにFujiiらにより確立されている¹¹⁾。本研究でもこれを用いることにする。ここで、注意すべき点は、実際の解析では、Table 1に示した24種類のKSバリエントをすべて区別することができないということである。これは、 α -Feバリエントの結晶学的対称性によるものである。これを考慮すると、 α -Fe粒子の結晶磁気異

Table 2. Six twin-pair groups of the KS variants.

Group name	#11	#12	#13	#22	#23	#31
Belonging	KS1-1 KS1-4	KS1-2 KS1-5	KS1-3 KS1-6	KS2-2 KS2-4	KS2-3 KS2-6	KS3-1 KS3-4
twin pairs	KS2-1 KS2-4	KS4-2 KS4-5	KS3-3 KS3-6	KS3-2 KS3-5	KS4-3 KS4-6	KS4-1 KS4-4

方性と形状磁気異方性は、ともにTable 2に示すような6つのグループに分類し解析できることになる。

3. 実験結果

3.1 マルテンサイト変態率

Fig. 2は、引張変形直後、及びその後の無磁場焼鈍を終えた各試料について、VSMによる磁化率の測定結果より得られたFe粒子の変態率を示す。これより、室温での20%の引張変形では、Fe粒子はその一部のみがマルテンサイト変態することがわかる。焼鈍が進むにつれて α -Fe粒子の割合は増加し、18hの焼鈍で、ほぼ100%となっている。焼鈍により α -Fe粒子の割合が増加するのは、変態直後に残存した γ -Fe粒子が消滅してゆき、 α -Fe粒子が優先的に成長することを意味している⁹⁾。ここで得られた変態率は、磁気トルクを α -Feの単位体積あたりに換算する際に必要となる。

3.2 トルク曲線

Fig. 3 (a)~(d)は、引張変形直後、及びその後の各焼鈍時間で、磁気異方性測定により得られたトルク曲線を示す。横軸は、 $(3\bar{3}1)_r$ 面上で、測定のスタート方向である $[110]_r$ 方向と、外部磁場方向のなす角である。縦軸のトルク値は、各々の時間で求めたFe粒子の変態率を考慮し、 α -Feの単位体積あたりの値に換算してある。

Fig. 3 (a)に示した引張変形直後のトルク曲線は、後の焼鈍を行ったものに比べ、振幅ならびに位相が大きく異なることがわかる。Fig. 3 (b)~(d)に示す、焼鈍を行った試料のトルク曲線を見ると、いずれも周期が 180° の正弦曲線に近い形をしている。さらに、曲線の山と谷、そしてトルク値が0となる角度は、焼鈍が進んでもほとんど変化していない。このことより、試料内に存在する α -Feバリエントの分布状態は、ほとんど変化していないことが予想できる。また、周期が 180° で、スタート方向である $[110]_r$ 方向近傍でトルク値が正から負へと変化していることから、 $[110]_r$ 方向に長軸をもつ α -Fe粒子の形状磁気異方性が強く表れていることが

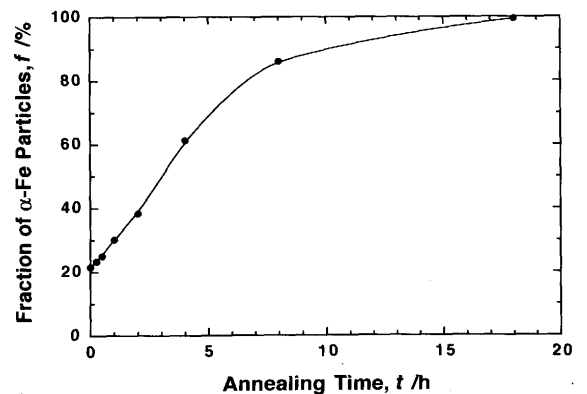


Fig. 2. Volume fraction of transformed α -Fe particles in the specimens annealed at 973K without an external magnetic field.

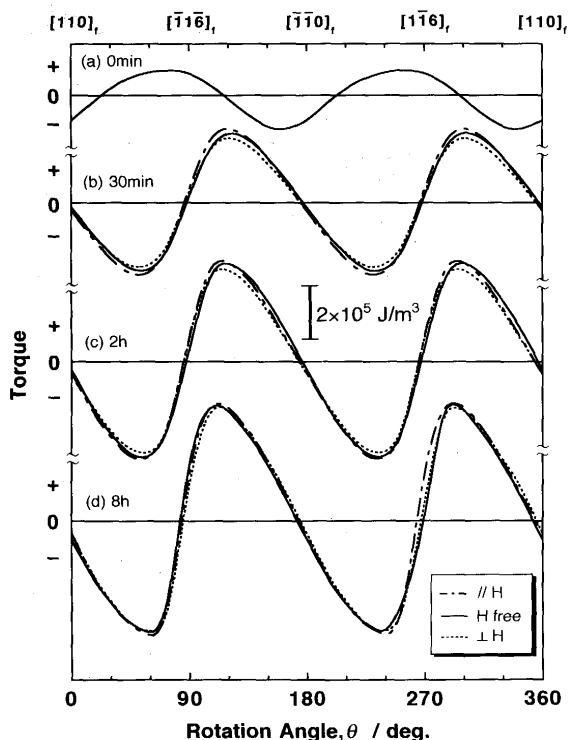


Fig. 3. Magnetic torque curves obtained from specimens deformed in tension by 20% at room temperature and successively annealed at 973K under the magnetic field of 1.25MA/m parallel to $[110]_t$ ($\parallel H$) and $[\bar{1}\bar{1}6]_t$ ($\perp H$) for (a) 0 min, (b) 30 min, (c) 2h and (d) 8h. Curves for annealed specimens without a magnetic field (H free) are also shown.

予想できる。さらに、焼鈍が進むにつれて曲線の振幅が増大していくことから、粒子が成長し、その軸比を増していることもわかる。Fig. 3において最も注目すべき点は、いずれの焼鈍時間においても、平行磁場中で焼鈍した試料のトルク値は、無磁場のそれより大きく、逆に、垂直磁場中で焼鈍した試料のトルク値は、小さな値となっていることである。この結果は、焼鈍の際の平行磁場印加により、 α -Fe粒子の形状の伸びが促進され、反対に、垂直磁場では、伸びが抑制されたことを示唆するものである。このことは、次章の理論的解析によって明確となる。

4. 検討

4.1 トルク曲線の解析

ここでは、第3章で得られた実験によるトルク曲線を、Fujiiらの手法¹¹⁾に基づいて理論的に再現することを試みる。実際の解析としては、Table 2の#11~#31の6つのグループに対し、各々の体積率と軸比を与えて理論曲線を求め、実験による曲線と比較する。ただし、 α -Fe粒子の成長方向は、6つの $\langle 110 \rangle_t$ 方向のみであるとし、同一試料内での α -Fe粒子の軸比はすべて等しいとする。

まず、理論から得られる6つのグループの各々に対して

L_c と L_s の曲線をフーリエ級数に分解し、フーリエ係数を求める。一般に、 $0 \leq \theta \leq 2\pi$ で定義された積分可能な関数 $f(\theta)$ は、次のような三角級数としてフーリエ分解できる。

$$f(\theta) = \frac{A_0}{2} + \sum_{n=1}^{\infty} \{A_n \cos(n\theta) + B_n \sin(n\theta)\} \quad \dots\dots\dots (6)$$

ここで、 A_n と B_n は、フーリエ係数で、それぞれ次式によって計算できる。

$$A_n = \frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} f(\theta) \cos(n\theta) d\theta \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$B_n = \frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} f(\theta) \sin(n\theta) d\theta \quad \dots\dots\dots (8)$$

フーリエ係数は、24種類のKSバリエントの各々に対して求めるが、6つのグループに対して求めるには、双晶対同士の係数を足して2で割るようにする。一方の実験曲線からも、曲線を $f(\theta)$ として、フーリエ係数 A_n 、 B_n を求めることができる。

実験曲線と理論曲線の形状を比較するには、それぞれの曲線を規格化しなければならない。このため、ここでは、曲線を $\sqrt{A_n^2 + B_n^2}$ で割算する。したがって、比較すべき曲線は、

$$g(\theta) = \frac{1}{\sqrt{A_n^2 + B_n^2}} \sum_{n=2}^{\infty} (A_n \cos n\theta + B_n \sin n\theta) \quad \dots\dots\dots (9)$$

となる。実験曲線 $g(\theta)_e$ と理論曲線 $g(\theta)_t$ の一致度を定量的に評価するために、

$$D = \sum_{\theta} \{g_e(\theta) - g_t(\theta)\}^2 \quad \dots\dots\dots (10)$$

を計算し、この D 値が小さいほど曲線の一致度が高いと判断した。計算間隔は、 10° おきとし、 $\theta = 10^\circ \sim 180^\circ$ の間の18点を用いた。そして、各グループの体積率は、0.1間隔、軸比は、0.01間隔で変化させ、実験曲線を再現する最も合理的なグループの組み合わせを求めた。

ここで、注意すべきことは、本研究で定義した D 値にはトルクの絶対値が考慮されないということである。そこで本解析では、実験曲線と理論曲線のトルクの最大値も同時に比較し、それらの最大値が $\pm 10\%$ 以内で一致するものを抽出した。

解析は、同一の焼鈍時間における、無磁場、平行磁場、及び垂直磁場の3つのトルク曲線について行い、これらと比較した。具体的には、まず、無磁場焼鈍の実験曲線に対し、#11~#31グループの体積率を割り当て、トルクの最大値が $\pm 10\%$ 以内で一致し、かつ D 値が最小となる軸比を求めた。次に、平行磁場と垂直磁場焼鈍の場合には、グループ体積率は無磁場焼鈍の場合と同一と仮定し、 D 値が最小となる軸比を求めた。この場合においても、各々のバリエント(グループ)の軸比はすべて同一と仮定した。

Table 3. Calculated aspect ratios and volume fractions of the twin-pair groups to reproduce the experimentally obtained torque curves in Fig.3.

Annealing time	Volume fraction						// H		H free		⊥ H	
	#11	#12	#13	#22	#23	#31	k	D	k	D	k	D
As-D	0	0.2	0.1	0.7	0	0	—	—	1.38	0.354	—	—
	0	0	1	0	0	0	—	—	1.21	0.356	—	—
	0	0	0.2	0.7	0.1	0	—	—	1.31	0.361	—	—
15min	0	0	1	0	0	0	1.36	0.242	1.34	0.130	1.30	0.199
	0	0	0.9	0	0.1	0	1.42	0.254	1.40	0.144	1.35	0.213
	0	0	0.8	0	0.2	0	1.52	0.270	1.48	0.157	1.42	0.227
30min	0.1	0	0.9	0	0	0	1.51	0.204	1.46	0.161	1.42	0.166
	0	0	0.9	0.1	0	0	1.53	0.196	1.48	0.168	1.44	0.162
	0.1	0	0.8	0	0.1	0	1.62	0.205	1.57	0.182	1.51	0.172
1h	0.2	0	0.8	0	0	0	1.70	0.308	1.66	0.232	1.62	0.231
	0	0	0.7	0.1	0.2	0	2.02	0.283	1.97	0.238	1.91	0.250
	0	0	0.8	0.1	0.1	0	1.76	0.288	1.73	0.241	1.69	0.257
2h	0	0	0.9	0.1	0	0	1.82	0.453	1.80	0.276	1.73	0.456
	0.1	0	0.9	0	0	0	1.78	0.471	1.76	0.278	1.69	0.472
	0	0	0.8	0.1	0.1	0	2.06	0.444	2.03	0.288	1.93	0.449
4h	0	0	0.9	0.1	0	0	1.88	0.565	1.86	0.484	1.80	0.464
	0.1	0	0.9	0	0	0	1.84	0.582	1.82	0.484	1.77	0.470
	0.1	0	0.8	0	0.1	0	2.06	0.573	2.04	0.495	1.97	0.476
8h	0	0	0.8	0.2	0	0	2.44	0.685	2.38	0.693	2.32	0.671
	0.1	0	0.7	0.1	0.1	0	2.96	0.708	2.86	0.695	2.78	0.718
	0.2	0	0.7	0	0.1	0	2.76	0.687	2.68	0.699	2.62	0.672

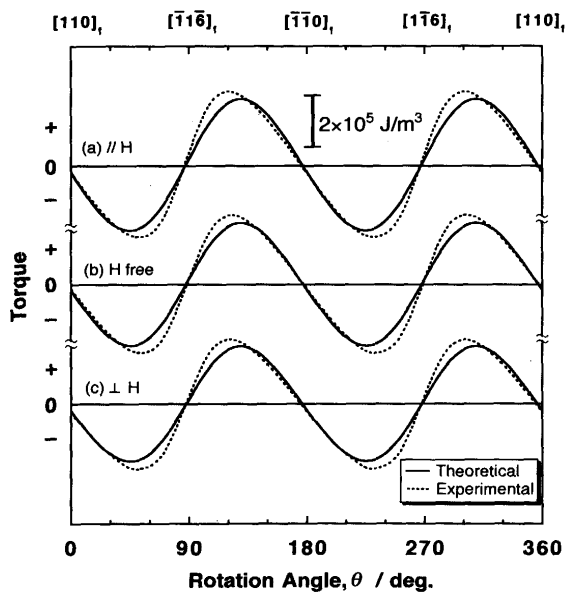


Fig. 4. Theoretically calculated torque curves which best reproduce the experimentally obtained curves for the 30 min annealed specimens in Fig.3 (b).

上記の手法を用いてFig. 3に示した実験によるトルク曲線を解析した。その結果を、Table 3に示す。このTableには各焼鈍時間で、実験によるトルク曲線を最もよく再現するグループ体積率と軸比を、 D 値の小さいものから順に3組ずつ示してある。このうち、 D 値が最も小さくなる理論曲線の一例を実験曲線とともに、Fig. 4に示した。

4・2 変形直後のトルク曲線

Table 3において、変形直後(As-D)のトルク曲線は、 D 値が大きく実験曲線の理論的再現性が悪いことがわかる。

また、優先発生するバリエントが#13と#22のどちらに属するか、判断しがたい結果となっている。これらの結果は本研究で α -Fe粒子を単一バリエントの回転楕円体と仮定したことによると考えられる。このことは、Fujiiらの研究においてすでに指摘されている¹¹⁾。すなわち、実際には変態直後の α -Fe粒子が、双晶対からなる層状構造をもち、かつ、変態により歪みが存在するが、本解析ではこれらの点を考慮していないためであると考えられる。

4・3 無磁場焼鈍後のトルク曲線

Table 3の無磁場焼鈍(H free)の結果に注目してみると、#13に属する粒子の体積率は70%以上を占めることがわかる。この結果は、 $[419]_r$ 引張変形により優先的に誘発されるマルテンサイトバリエントがKS1-3と1-6バリエントであるという以前の研究結果⁴⁷⁾と一致している。ところで#13グループにはKS3-3と3-6バリエントも含まれるが、以前の研究結果を参考にすれば、これらのバリエントが発生している可能性は低いといえる。また、Table 3の無磁場焼鈍による α -Fe粒子の軸比の変化を見てみると、焼鈍が進むにつれて軸比が増大していくことがわかる。この結果も、Fujiiらの研究結果と一致するものであり、#13グループの粒子が焼鈍により $[110]_r$ 方向に成長していくことを示すものである。ただし、本研究の結果では、焼鈍時間が短いものでも、軸比はFujiiらのものより大きくなっている。これは、本実験では引張変形を室温で行ったため、Fe粒子のマルテンサイト変態率が低くなったことと関連している。すなわち、焼鈍開始時点で α -Fe粒子と γ -Fe粒子が共存している場合には、 α -Fe粒子のみの場合に比べ、その後の焼鈍による α -Fe粒子の成長が促進されるという報告がある⁹⁾。これは本研究の室

温引張の場合に相当しており、したがって、 α -Fe粒子の成長が促進されたといえる。

Table 3において実験曲線と理論曲線の形状の一致度を示す D 値を見ると、焼鈍が進むにつれて大きくなっていくことがわかる。これは、長時間焼鈍した実験曲線の理論的再現性が悪いことを意味する。すなわち、短時間の焼鈍では理論曲線のフーリエ分解において、6次以上のフーリエ係数は存在しないのに対し、長時間焼鈍を行った試料の実験曲線をフーリエ分解すると、6次以上のフーリエ係数が多く含まれる。このことは、 α -Fe粒子の形状は、長時間の焼鈍により、単純な回転楕円体で近似できないような複雑な形状へと変化していることを示唆している。事実、Fujiiらは、 $[110]_r$ 方向に成長した α -Fe粒子の断面を透過電子顕微鏡観察し、粒子の側面がフラット化することを示している¹⁰⁾。

4.4 α -Fe粒子の形状変化に及ぼす外部磁場効果

Table 3の平行磁場($\parallel H$)と垂直磁場($\perp H$)焼鈍の結果を無磁場焼鈍の結果と比較すると、軸比はいずれの焼鈍時間でも、平行磁場では大きく、垂直磁場では小さくなっている。この結果より、次の重要な結論を導くことができる。

(i) 試料中に最も多く存在するKS1-3と1-6バリエーションの α -Fe粒子の成長は、焼鈍中にその成長方向である $[110]_r$ 方向に強磁場が印加されると、促進される。

(ii) またこれとは反対に、 $[110]_r$ 方向に垂直な方向に磁場が印加されると、 $[110]_r$ 方向への成長は抑制される。

Fig. 3に示した実験曲線のみでは、このことはあまり明確ではなかったが、本研究の解析により上述のことが明らかとなった。言い換えれば、磁気異方性測定を行い、合理的な理論的解析を行えば、強磁性体粒子のわずかな形状変化もとらえることができることになる。また、注目すべき点は、 $[\bar{1}1\bar{6}]_r$ 方向を磁場印加方向とする垂直磁場中焼鈍の場合においても、 α -Fe粒子は依然として $[110]_r$ 方向に成長していることである。 $[110]_r$ 方向に対して垂直な外部磁場は、成長抑制効果は持つものの、その方向への成長を引き起こすまでの効果は持たないといえる。

本研究の解析においては、各々のバリエーション(グループ)で、 α -Fe粒子の軸比はすべて等しいとしたため、個々のバリエーションに属する粒子の成長に及ぼす磁場効果が明確にできていない可能性がある。しかし、無磁場焼鈍による結果を見ると、試料中に存在する α -Fe粒子は、#13に属するものがほとんどであることから、本実験で検知された磁場効果

は、#13に属する α -Fe粒子に対するものであると考えてよい。したがって、本研究の解析結果は、 α -Fe粒子の成長に対する外部磁場効果を十分検知しているといえる。

5. 結論

本研究では、応力誘発マルテンサイト変態した α -Fe粒子を含むCu-1.53mass%Fe合金単結晶を用いて、焼鈍による α -Fe粒子の成長に及ぼす外部磁場効果を、磁気異方性測定法により調べた。磁気異方性測定により得られたトルク曲線を、 α -Fe粒子の結晶磁気異方性と形状磁気異方性を考慮して解析し、以下の結論を得た。

- (1) 焼鈍による α -Fe粒子の成長は、焼鈍中に粒子の長軸方向に強い外部磁場が印加されると、促進される。
- (2) これとは垂直な粒子の短軸方向に磁場が印加されると、その成長は抑制される。
- (3) 磁気異方性測定法は、強磁性体粒子のわずかな形状変化をも検知し得る有用な手法である。

文 献

- 1) C.S.Smith: Phys. Rev., **57** (1940), p.337
- 2) K.E.Easterling and H.M.Miekk-Oja: Acta Metall., **15** (1967), p.1133
- 3) K.E.Easterling and G.C.Weatherly: Acta Metall., **17** (1969), p.845
- 4) M.Kato, R.Monzen and T.Mori: Acta Metall., **26** (1978), p.605
- 5) H.Kubo, Y.Uchimoto and K.Shimizu: Met. Sci. J., **9** (1975), p.61
- 6) J.B.Newkirk: Trans. AIME, **209** (1957), p.1214
- 7) 加藤雅治, 藤居俊之, 星野安生, 森 勉: 日本金属学会誌, **56** (1992), p.865
- 8) R.Monzen, A.Sato and T.Mori: Trans., JIM, **22** (1981), p.65
- 9) T.Fujii, M.Kato and T.Mori: Mater. Trans., JIM, **32** (1991), p.229
- 10) T.Fujii, T.Mori and M.Kato: Acta Metall. Mater., **40** (1992), p.3413
- 11) T.Fujii, Y.Watanabe, T.Enami, A.Sato and M.Kato: ISIJ Int., **32** (1992), p.1027
- 12) R.M.Bozorth: Ferromagnetism, (1951), p.849 [D.Van Nostrand Company, New York]
- 13) R.E.Johnson: Metals Handbook 8th Edition Vol.8, ed. by T. Lyman, (1973), p.293 [ASM, Ohio]
- 14) Y.Higo, F.Lecroisey and T.Mori: Acta Metall., **22** (1974), p.313
- 15) M.Kato and T.Mori: Acta Metall., **24** (1976), p.853
- 16) K.Hoselitz: Physical Metallurgy, ed. by R.W.Cahn, (1965), p.1015 [North-holland, Amsterdam]
- 17) H.Gengragel and U.Hofmann: Phys. Stat. Solid., **29** (1968), p.91