



## 液体急冷法による非晶質Fe<sub>80</sub>B<sub>10</sub>Si<sub>10</sub>合金薄帯の磁気異性に及ぼす低温加熱の影響

メタデータ	言語: jpn 出版者: 室蘭工業大学 公開日: 2014-03-04 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 宮脇, 良彦, 近澤, 進, 谷口, 哲 メールアドレス: 所属:
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10258/754">http://hdl.handle.net/10258/754</a>

## 液体急冷法による非晶質Fe<sub>70</sub>B<sub>10</sub>Si<sub>20</sub>合金薄帯の磁気異方性に及ぼす低温加熱の影響

その他（別言語等）のタイトル	Effects of Low Temperature Annealing on the Ferromagnetic Anisotropies in an Amorphous Fe <sub>70</sub> B <sub>10</sub> Si <sub>20</sub> Alloy Splat-Quenched by the Single Roller Method
著者	宮脇 良彦, 近澤 進, 谷口 哲
雑誌名	室蘭工業大学研究報告. 理工編
巻	38
ページ	59-64
発行年	1988-11-10
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10258/754">http://hdl.handle.net/10258/754</a>

# 液体急冷法による非晶質 $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$ 合金薄帯の 磁気異方性に及ぼす低温加熱の影響

宮 脇 良 彦・近 沢 進・谷 口 哲

Effects of Low Temperature Annealing on the Ferromagnetic Anisotropies in an Amorphous  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  Alloy Splat—Quenched by the Single Roller Method

Yoshihiko MIYAWAKI, Susumu CHIKAZAWA and Satoshi TANIGUCHI

## Abstract

Effects of the low temperature annealing were studied on the ferromagnetic anisotropies in an amorphous  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  alloy sput—quenched by the single roller method. Measurements were made by the torque magnetometer after magnetic annealing in one direction, and next, in another direction perpendicular to the former. Besides magnetically induced anisotropy, an anisotropy was found to exist and the easy direction of which was almost the longitudinal direction of the original strip. This newly found anisotropy did not change appreciably by the low temperature annealing, but the magnetically induced anisotropy decreased with annealing time following approximately to the exponential law. Activation energy of this process was found to be about 0.3 eV.

These behaviors were discussed based on the amorphous model presented formerly by one of the authors.

## 1. 緒 言

液体急冷法（単ロール法）によって作成された強磁性非晶合金薄帯には、異なる起源を持ついくつかの磁気異方性が共存している。これらの内、符号が正で大きな磁歪を持つ合金薄帯においてしばしば観察されるメーズ磁区を発生させる歪磁気異方性（その磁化容易方向は薄帯の厚さ方向）は、非晶質合金薄帯作成時における冷却速度の局所的な変動によって生じた密度のゆらぎと正の大きな磁歪との結合によって生ずるとして説明できる<sup>(1)</sup>。また、磁界中の加熱によって誘起される誘導磁気異方性は、結晶合金におけると同様に、合金中の異種原子対の方向分布が磁界中熱処理によって異方的になるために生ずると理解されている<sup>(2)</sup>。非晶質合金には、これらの他に、薄帯の長さの方向を磁化容易方向とする単軸的な磁気異方性（以下においては配向磁気異方性という）が存在するが、この磁気異方性の性格や起源については、十分には調べられていない。

一般に、磁気異方性は強磁性体内部の原子の並び方を反映している。したがって、これらの磁気異方性の低温加熱による変化を研究することによって、非晶質合金内部の原子の並び方や、その低温加熱に伴う変化を知ることが出来る筈である。このような観点から、単ロール法で作成さ

れた非晶質  $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  合金薄帯の誘導磁気異方性と配向磁気異方性の低温加熱に伴う変化について研究した。なお、この合金薄帯に共存する歪磁気異方性は、その磁化容易方向が薄帯の厚さ方向であるから、面内の磁気異方性の測定結果には影響しない。

## 2. 実験方法及び試料

磁気異方性の測定には、自作した磁気トルク計を用いた。この装置では、試料円板に働くトルクを、永久磁石が作る放射状の磁界中に吊されたコイルに働くトルクで補償し、そのコイル電流に比例する電圧をデジタル化してコンピュータにとり込み、必要なデータ処理を行なえるようにしてある。

誘導磁気異方性と配向磁気異方性との分離には、試料円板のある方向（例えば薄帯の長さ方向）に磁界中熱処理（220℃、1時間）<sup>\*</sup>して、室温でトルク曲線を測定し、次に、それと直交する方向（薄帯の幅方向）に磁界中熱処理を施してから、室温で再びトルク曲線を測定し、これらふたつのトルク曲線を組み合わせて解析する方法を用いた。この分離法は、誘導磁気異方性の磁化容易方向は、非晶質合金の場合には、熱処理中の磁界の方向に完全に一致するという理論的考察と、配向磁気異方性はこのような低温短時間の加熱ではほとんど変化しないという実験事実とに基づいている。

低温加熱は、220～360℃の温度範囲で行なった。非晶質合金においては、その内部微細構造は加熱によって非可逆的に変化するので、ひとつの加熱温度に対してひとつの試料を用い、ある時間低温加熱後上記の磁界中熱処理と測定を行ない、再びその温度で加熱してから磁界中熱処理と測定を行なうという手順を繰返した。この実験条件を用いれば、磁界中熱処理と測定の条件はすべて同じであるから、試料内部の微細構造に変化が起こらなければ、誘導磁気異方性の大きさや配向磁気異方性は変化しないことになる。

測定に用いた試料は、 $\text{Fe}_{78}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  の組成を持つ非晶質合金であり、単ロール法で作成された幅約100mm、厚さ約35 $\mu\text{m}$ の長尺の薄帯<sup>\*\*</sup>から切り出した直径約7mmの真円度のよい円板である。

## 3. 実験結果

図-1は誘導磁気異方性定数  $K_u$  の低温加熱に伴う変化の一例を示したものである。図の横軸は加熱温度  $T_a = 240^\circ\text{C}$  における積算加熱時間、縦軸は低温加熱前の  $K_u$  の値、 $K_u(0)$ 、に対する  $t$  時間加熱後の値、 $K_u(t)$ 、の割合である。また、図の実線は、この誘導磁気異方性の低温加熱による減少が、単一の緩和時間で表わされる過程によって生ずるとした時の最も確からしい曲線

\* ) この磁界中熱処理の条件は、出来るだけ低い温度と短い時間の加熱で、誘導磁気異方性の大きさが十分に飽和することを目標に、予備実験を行なって選んだものである。

\*\* ) この非晶質合金薄帯は日立金属株式会社より提供されたものである。

液体急冷法による非晶質  $\text{Fe}_{79}\text{B}_{13}\text{Si}_9$  合金薄帯  
の磁気異方性に及ぼす低温加熱の影響

である。図-2は、このようにして得られた誘導磁気異方性の低温加熱による減少の緩和曲線をまとめて示したものであり、図-3は各加熱温度における誘導磁気異方性定数の飽和減少率を示したものである。また、図-4は、誘導磁気異方性の低温加熱による減少の緩和時間を、加熱温度の逆数に対して描いたもので、これから、この現象を生ずる過程の活性化エネルギーとして、約0.3 eVの値が得られた。

図-5は、低温加熱前の配向磁気異方性定数、 $K_0(0)$ 、に対する  $t$  時間加熱後の値、 $K_0(t)$ 、の割合と積算加熱時間との関係を、各加熱温度についてまとめて示したものである。

これまで磁気異方性の大きさの低温加熱に伴う変化をすべて相対値で表わした。これは磁気異方性の大きさの試料による差異がかなりあるためである。特に配向磁気異方性の差異は著しいので、配向異方性が比較的大きな試料を選んで実験を行なった。それでも図-5に見られるように、

他の試料では配向磁気異方性は低温加熱でほとんど変化しないのに、310℃の加熱を行なったふたつの試料では、かなり大きな変化が観測された。配向磁気異方性が比較的小きな試料では、しばしばこのような大きな変化が観測された。これらについても、次章において考察を行なう。なお、図では示していないが、低温加熱によつて配向磁気異方性が大きな変化を示さない場合には、その磁化容易方向の変化も小さく、たかだか20度程度以下であった。

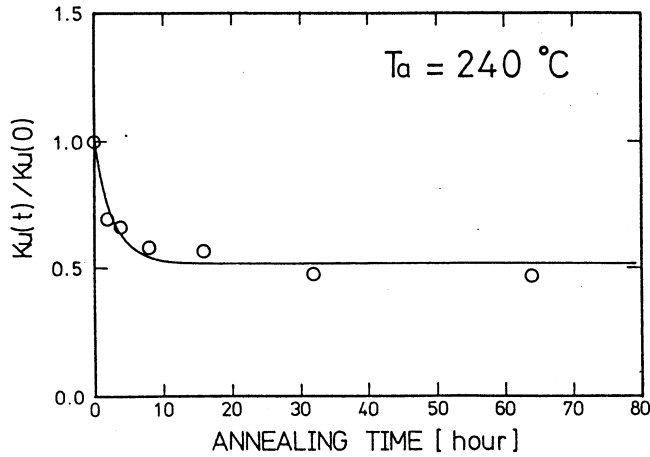


図-1 誘導磁気異方性の低温加熱に伴う変化の一例  
(加熱温度  $T_a=240^\circ\text{C}$ )

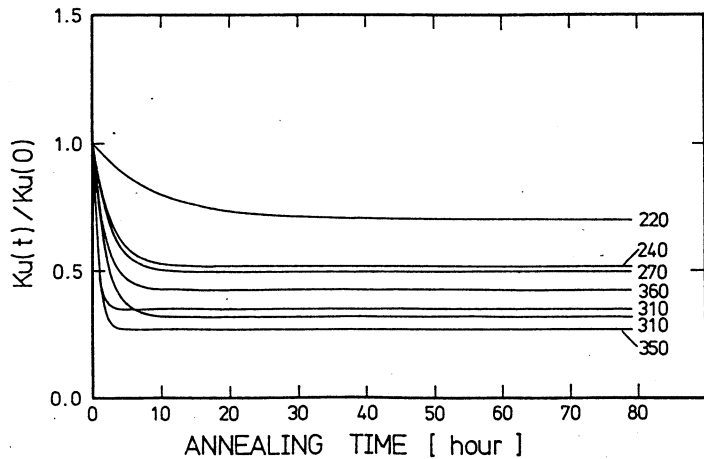


図-2 各加熱温度における誘導磁気異方性の減少緩和曲線  
(図中の数値は加熱温度  $T_a$ (°C))

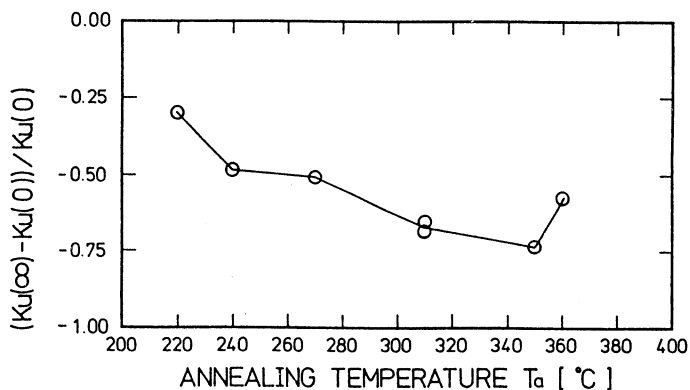


図-3 誘導磁気異方性の各加熱温度における飽和減少率

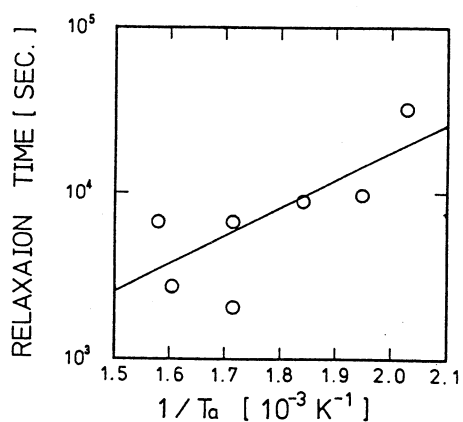


図-4 誘導磁気異方性減少の緩和時間と加熱温度との関係

## 4. 考 察

### 4.1 非晶質合金の構造モデル

著者の一人(谷口)は先に、液体急冷法で作成された非晶質 Fe-B 合金は、主として、鎖状に結合したボロン原子に鉄原子が配位した分子状の原子群(以下においては鎖状分子という)からなっており、その隙間をボロン鎖に配位していない鉄原子(以下において自由な鉄原子という)がある割合いで占めている、という構造モデルを提案した<sup>(3)</sup>。これとは別に、鉄原子が出来るだけ稠密に無秩序に詰まっていて、その隙間をボロン原子が占め、その無秩序構造を安定にすると

いうモデルがあり<sup>(4)</sup>、多くの実験結果はこれまで、主として後者によって説明されている。しかしこのモデルでは、本実験のように、低温短時間の磁界中熱処理によって誘起される誘導磁気異方性と、低温ではあるがそれよりもかなり高い温度で長時間加熱してもほとんど変化しない配向磁気異方性とが共存することは、理解しがたい。した

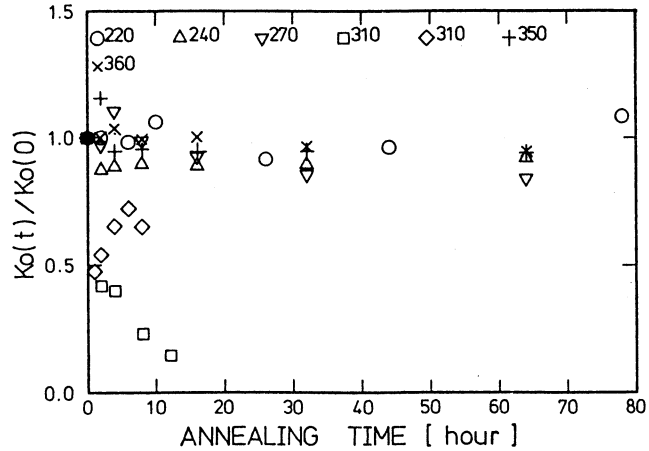


図-5 配向磁気異方性の低温加熱による変化  
(図中の数値は加熱温度 Ta(°C))

がって、以下の考察においては前者のモデルに沿って、誘導磁気異方性及び配向磁気異方性の挙動と非晶質合金の内部微細構造の低温加熱に伴う変化との関連について、考察を進めることにする。

#### 4.2 配向磁気異方性の挙動について

上記のモデルにおいては、鎖状分子は合金融液中に既に存在しており、単ロール法などの液体急冷法によって非晶質合金薄帯に凝固する際に、その融液の流れのために流動配向し、それが配向磁気異方性を与えると考えられている。したがって、配向磁気異方性の大きさは鎖状分子の方向分布の異方性の程度を表わしていることになる。また、この鎖状分子は、比較的高温においては、その囲りに存在する自由な鉄原子を吸収して分解したり、自由な鉄原子を放出して互いに結合したりして、非平衡硼化物相を晶出させると考えられている。

これらから、比較的小さな配向磁気異方性を持つ試料では、鎖状分子の方向分布が等方的に近いために、その僅かな分解や結合によつて、方向分布の異方性が大きく変わる、すなわち、配向磁気異方性の大きさが大きく変わる、可能性があり、他方、比較的大きな配向磁気異方性を持つ試料では、当初の配向の程度が大きいため、多少の鎖状分子の分解や結合が起きても、その方向分布はあまりかわらない、すなわち、配向磁気異方性は低温加熱によってほとんど変化しないことになる。

なお、配向磁気異方性の試料間の差異が大きいことは、鎖状分子の等方分布からのズレのみが測定されていることにもよるが、幅約100mm程度の長尺の薄帯を作り得る技術をもってしても、単ロール法で急冷中の合金融液の流れや冷却速度の時間的空間的なゆらぎが完全には阻止されて

いないことを示していると考える。

#### 4.3 誘導磁気異方性の低温加熱に伴う減少について

前記のモデルにおいては、誘導磁気異方性は自由な鉄原子が鎖状分子の集合体の中の隙間を占める占め方の変化によって生ずる。すなわち、自由な鉄原子はその囲りにあるいくつかの隙間の内、熱処理中の磁界の方向を磁化容易方向にするような隙間を選択して占める。本実験における磁場中熱処理条件下においては、隙間の形状や数はほとんど変化しないと考えられるので、誘導磁気異方性の大きさは自由な鉄原子の数に比例することになる。したがって、低温加熱に伴う誘導磁気異方性の減少の様子は、自由な鉄原子の数が低温加熱に伴って減少する様子を示していることになる。

他方このモデルは、自由な鉄原子は非晶質合金の母体である鎖状分子の集合体と二相分離し、鉄結晶の晶出の核となることを予測している。確かに、本実験においても、低温加熱温度範囲で長時間の加熱後の試料で、鉄結晶の晶出がX線回析で認められたが、誘導磁気異方性の減少の挙動の詳細、すなわち、図-1及び2の曲線の形や図-3の飽和減少率の低温加熱温度依存性など、を自由な鉄原子の数の減少の挙動を表わすものとするためには、二相分離した鉄原子集合体が誘導磁気異方性には寄与しないことなど、主として二相分離に関連した多くの問題について、さらに詳細な研究が必要である。

#### 参考文献

- 1) 増本健編著：アモルファス合金の基礎，p.112～118（オーム社，昭57）
- 2) 同上，p.124～128
- 3) 谷口哲：日本金属学会会報19巻6号p.420～429（1980）
- 4) 増本健編著：アモルファス合金の基礎，p.54～60（オーム社，昭57）