

# Fe-Ni合金単結晶の磁場誘起マルテンサイトとFe-Ni-Co-Ti合金の磁気弾性型マルテンサイト変態

阪大産研 掛下 知行, 清水 謙一

**目的:** ソ連の研究者によりいくつかの磁場誘起マルテンサイト変態(以下、マルテンサイト変態をM変態と略)に関する報告がなされて来た。筆者らもいくつかの鉄系合金の磁場誘起M変態を詳細に調べ、従来の報告にはない興味ある成果を報告して来た。しかしながら、従来の研究はすべて多結晶合金を用いたため、磁場誘起M変態に及ぼす結晶粒界ならびに結晶方位の影響に関する知見は得られていない。また、従来の研究は、いわゆる非熱弾性型M変態に関するものが主であり、熱弾性型M変態に関する研究はほとんどない。本研究では、これらの点を明らかにするために、異なる方位を持つFe-Ni合金単結晶ならびに最近になり見い出された熱弾性型M変態を示すFe-Ni-Co-Ti合金に強磁場を印加し、M変態に及ぼす磁場効果を調べた。とくに、熱弾性型M変態を示す系においては、 $A_f$ 点以上の温度で生成するM変態等に着目した。というのは、熱弾性型M変態が擬弾性を示すことを考慮すると、 $A_f$ 点以上の温度で磁場を印加・除去することにもないM晶が弾性的に生成・消滅する“磁気弾性型M変態”の実現が予想されるからである。本講演では、これらの結果について報告する。

**実験方法:** 用いた試料は異なる3種類の方角を持つFe-31.6at%Ni合金単結晶(結晶方位  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$ )ならびにオースエイジを施したFe-33.04Ni-10.17Co-3.94Ti (mass%)合金多結晶である。用いた磁場は阪大のパルス超強磁場で、その最高磁場値は31.75 MA/m (約400kOe)である。なお、単結晶合金において磁場は各々の結晶方位に平行に印加している。また、単結晶合金における磁場誘起M晶の組織ならびにそれらの分布を光学顕微鏡で観察した。

## I 実験結果 (Fe-Ni合金単結晶)

### (i) 変態点

右表に、電気抵抗測定により求めた変態点を示した。また、比較のために単結晶合金の組成にほぼ等しい多結晶合金のそれを示した。特徴的なことは、単結晶合金の $M_s$ 点は $M_s$ 点に一致していることである。このことは $M_s$ 点でM変態が爆発的に起こることを示している。この結果は、多結晶合金の場合とは異なり、その違いは結晶粒界の有無に依存していると考えられる。一方、 $A_s$ ならびに $A_f$ 点は両者とも大きな違いはないことから逆変態過程は同じ様に起こると考えられる。

表: Fe-Ni合金単結晶における変態点

Composition		transformation temperature			
		$M_s$ (K)	$M_f$ (K)	$A_s$ (K)	$A_f$ (K)
Fe-31.6at%Ni single	$\langle 100 \rangle$	165	165	504	670
	$\langle 110 \rangle$	163	163	500	670
	$\langle 111 \rangle$	160	160	498	667
Fe-31.7at%Ni	poly	164	<77	584	723

(ii) 磁場誘起Mの生成温度と臨界磁場の関係

図1に、3種類の方位の試料に対する磁化曲線の例を示した。図中に示した $\Delta T$ は $T - M_s$ で定義している。この図から分かるように、いずれの方位においても矢印で示した磁場でM変態にともなう磁化の急激な増加がある。従って、この磁場はM変態を誘起するために必要な最小磁場すなわち臨界磁場に相当する。この臨界磁場を $\Delta T$ と変えて測定し、それと $\Delta T$ に対して整理したのが図2である。この図から、単結晶合金における臨界磁場は結晶方位に依存せず $\Delta T$ のみに依存し、かつその値は実線で示したほぼ同一組成の多結晶合金の値に一致することが分かる。このことは、 $M_s$ 点に及ぶ磁場効果が結晶方位ならびに結晶粒界に影響されないことを示しており、とくに前者の結果から、それは結晶学的に等方的な特徴を有することが結論される。この結果は、以前に筆者らが熱力学的な考察から提唱した $M_s$ 点に及ぶ磁場効果（従来から報告されているゼーマン効果以外に高磁場磁率ならびに強制体積磁歪からなる）の結晶方位依存性とは矛盾しないことになり、その妥当性がさらに確かめられたことになる。

(iii) 磁場誘起Mの生成量

磁場誘起Mの臨界磁場における生成量と磁化測定により求め、それと図3に示した。この図から、生成量は $\Delta T$ ならびに結晶方位に依存せずほぼ一定（約80%）であることが分かる。また本実験において、 $\Delta T$ を固定し生成量の磁場依存性を求めた。その結果、生成量は印加磁場の大きさに依存せず、臨界磁場でのそれと同じであった。このことは図2で示した磁化曲線においてM変態に伴う磁化の増加は臨界磁場でのみ観察されることから分かる。これらの結果は、臨界磁場でM変態が爆発的に起こることを示している。

(iv) 磁場誘起M晶の組織ならびにそれらのマクロな分布

磁場誘起M晶の内部組織とも管めり形態は、 $\Delta T$ および印加磁場の大きさに依存せず熱誘起M晶のそれと同じレンズ状Mであった。この結果は多結晶合金の場合と同じである。特徴的なことは、いずれの結晶方位においても磁場誘起M晶の中には数は少ないが磁場方向

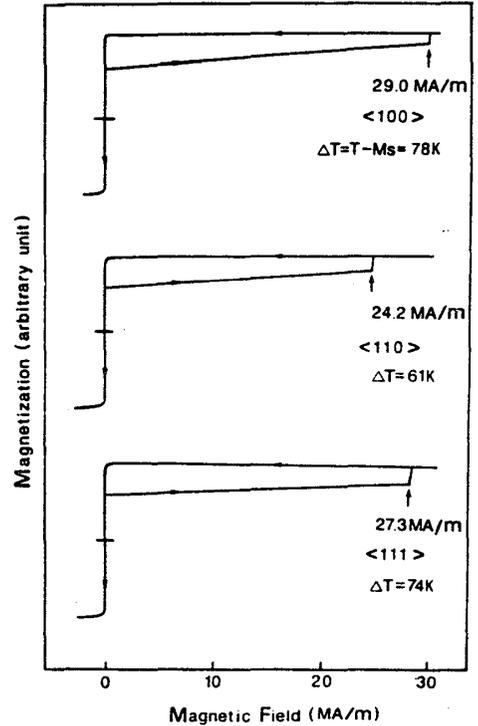


図1. 3つの方位の試料の磁化曲線

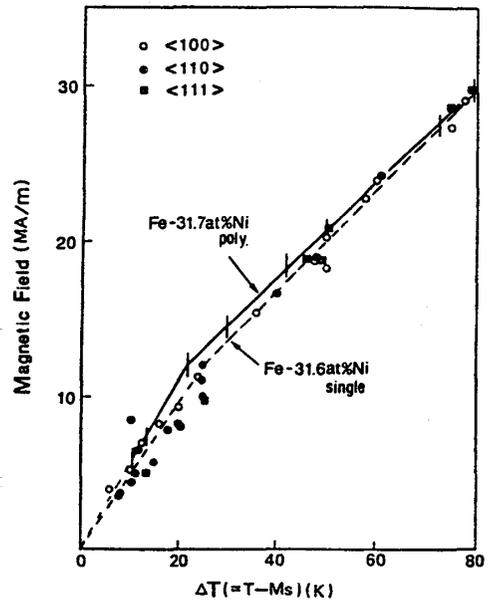


図2.  $\Delta T$ と臨界磁場の関係

にはほぼ平行に長く伸びたものが観察されることである。その一例として、 $\langle 110 \rangle$  方位の場合を図4(a)に示した。また、(a)の実線で囲んだ領域を拡大して(b)から分かるように、このM晶は他のM晶の成長を阻止している。このことは、磁場方向に平行に伸びたM晶が磁場によりはじめに生成したことと示している。この様に、磁場は生成するM晶の分布にも影響を及ぼすことが分かるが、その原因は不明である。しかしながら、一つの可能性として誘導磁気異方性による効果が考えられる。

## II 実験結果 (Fe-Ni-Co-Ti合金)

### (i) 変態点

図5にこの合金の電気抵抗の温度依存性を示した。また、この図から求まる $M_s$ ならびに $A_f$ 点と矢印で示した。従って、 $M_s$ と $A_f$ の差は27Kとなり、この大きさならびに抵抗の温度依存性は多くの熱弾性型M変態を示すそれらと同じである。また、母相とM相の磁気モーメント差は $M_s$ 点直下で $0.3 \mu B$ 程度となり、以前の実験からみれば磁場による大きな $M_s$ の上昇が期待される。

### (ii) 磁気弾性型M変態の臨界磁場の $\Delta T$ 依存性

はじめにも述べたような磁気弾性型M変態を実証するために、生成温度と $A_f$ 点以上に設定して強磁場を印加した。その時に得られる磁化曲線を図6の(a)および(b)に示した。(a)は22.22 MA/mの磁場を印加した時のものである。この図から分かるように、磁化の増加は高磁場帯磁率以外には何の変化も見られない。(しかしながら、それ以上の磁場を印加したとき得られる磁化曲線(b)は(a)とは異なり、磁化は $H_c$ で示した磁場から急激に増加し、それは最高磁場に到るまで増加しつづける。また、その磁化は磁場除去とともに減少し、 $H_f$ で示した磁場で磁場印加時の値と一致している。この磁化曲線のふるまいは、まさに磁気弾性型M変態が実現していることと示している。すなわち、 $H_c$ (臨界磁場)以上の磁場でM変態が誘起され、磁場除去とともにM晶が消えはじめ、 $H_f$ の磁場で完全に消滅することになる。一方、生成温度 $T$ が $M_s < T < A_f$ である場合の

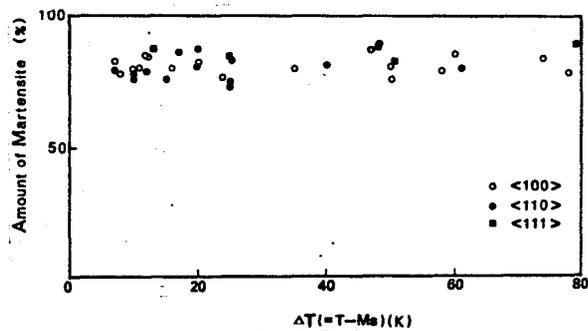


図3. 磁場誘起マルテンサイトの生成量

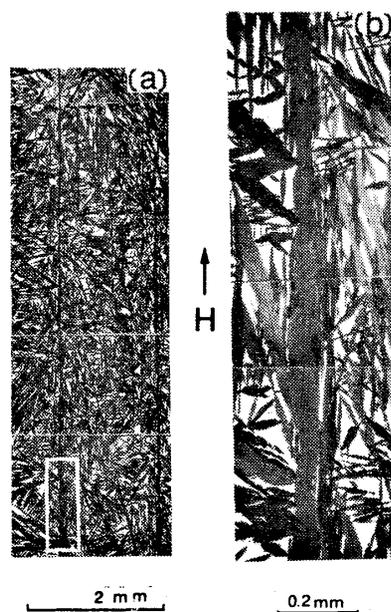


図4. 磁場誘起マルテンサイトのマクロ組織

- (a)  $\langle 110 \rangle$  方位試料のもの
- (b) (a)の実線領域の拡大写真

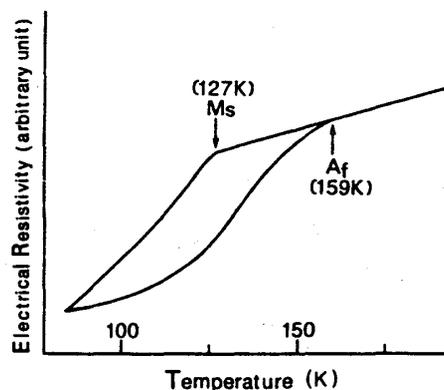


図5. 電気抵抗の温度依存性

例と図6の(c)および(d)に示した。(c)で示した磁化曲線は、最高磁場が9.52 MA/m の場合のものであるが(a)と同様に磁化の異常な変化は見られない。しかしながら、それ以上の磁場を印加して得られる磁化曲線(d)は明らかに(c)とは異なり、磁場印加過程においては(b)と同様にHcで示した磁場から磁化の異常な増加が最高磁場までみられる。ところが、磁場除去過程では、磁化は減少するが(b)とは異なり、ゼロ磁場でもはじめの値に一致せず大きくなっている。また、この増加した磁化は、 $A_f$ 点以上の温度で磁場を印加しない状態にもどることが観察された。これらの結果は、生成温度 $T$ が $M_s < T < A_f$ の場合には、Hcで誘起したM晶の一部または全部が残留することと示している。さらに詳細な実験から、Hc以上の磁場から $H_r$  ( $H_r > H_c$ )の磁場範囲では、生成したM晶はすべて残留し、 $H_r$ 以上の磁場では残留M晶の他に磁気弾性型M晶が生成することが分かった。上で述べた、Hc,  $H_f$ ならびに $H_r$ と $\Delta T$ に対して整理したのが図7である。

### (iii) 磁場誘起Mの生成量

図8に、磁場誘起Mの生成量と印加磁場の大きさに対して整理した結果を示した。この図で、実線は残留Mの生成量を示し、点線は磁気弾性型Mのそれと示している。例えば、 $\Delta T = 11K$ の場合、29 MA/mの磁場を印加すると約55%の磁場誘起Mが生成するが、磁場除去により点線で示した量のMが消失し、実線で示した約20%のM晶が残留することになる。また、この図からいずれのMも、磁場の大きさに比例して増加するが、残留Mの生成量には飽和値があることが分かる。その量は、温度で決まる熱的な残留Mの生成量に一致することが分かった。

本実験における単結晶合金の磁場効果の研究は、伊達研究室(阪大)との共同実験である。また、熱弾性型M変態の磁場効果の研究は、田村研究室(京大)ならびに伊達研究室との共同実験である。

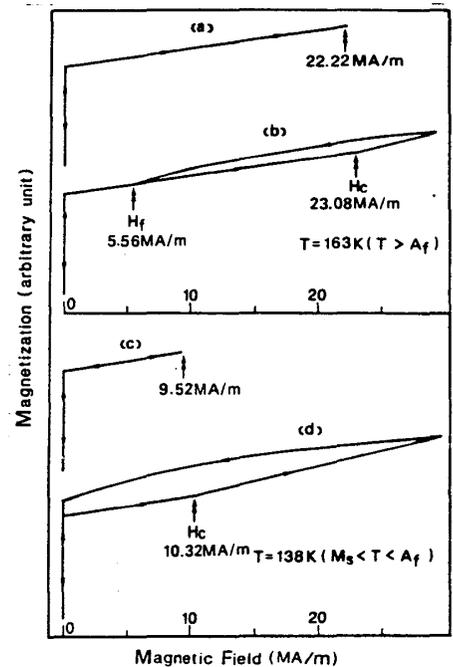


図6. 磁化曲線

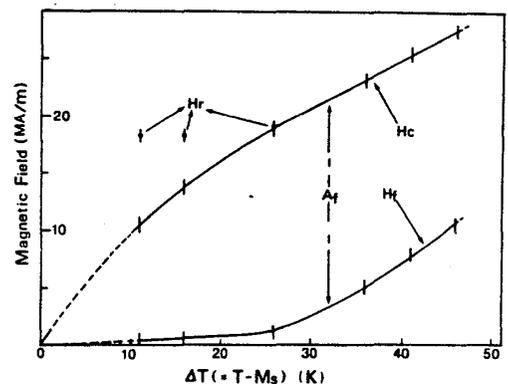


図7.  $\Delta T$ と臨界磁場の関係

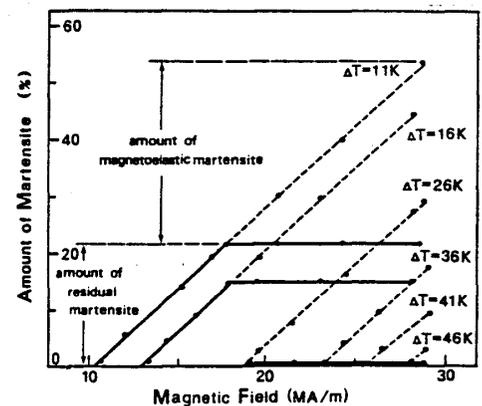


図8. 磁場誘起マルテンサイトの生成量