

氏名・(本籍)	たか はし せい き 高 橋 正 気
学位の種類	理 学 博 士
学位記番号	理博第 3 2 6 号
学位授与年月日	昭和 4 8 年 3 月 2 7 日
学位授与の要件	学位規則第 5 条第 1 項該当
研究科専門課程	東北大学大学院理学研究科 (博士課程)物理学専攻修了
学位論文題目	Fe <sub>3</sub> Al 規則合金の圧縮変形による誘導磁気 異方性と Superlattice Dislocation
論文審査委員	(主査) 教授 山本美喜雄      教授 中川康昭 教授 小川四郎

## 論 文 目 次

- 第 1 章 序論
- 第 2 章 MODEL
- 第 3 章 実験の手順
- 第 4 章 実験結果
- 第 5 章 考察
- 第 6 章 結論

# 論文内容要旨

## 第1章 序 論

1934年にNi-Fe合金を圧延することによって非常に大きな一軸性の磁気異方性が生ずることがSix等によって発見された。それ以来この現象の原因についていろいろ考えられているが、Chikazumi等によって提案された"Slip-induced directional order"が現在実験結果を最もよく説明しているとされている。しかし彼等のMODELの誘導磁気異方性を与える理論式には実験的に求めることが困難なパラメータが含まれているし、転位論的に不完全であるように思われる。又Fe<sub>3</sub>Al長範囲規則合金に於いては、いまだlong range order typeとしての誘導磁気異方性が計算されていない。よって本論文はFe<sub>3</sub>Al長範囲規則合金の圧縮変形による誘導磁気異方性に対してChikazumi等のモデルを改良し転位論的に基礎づけられた新しいモデルを作りあげることの一つの目的とした。又新しいモデルを誘導磁気異方性のトルク測定と転位の電顕観察と合わせて実験的に実証することも試みた。

## 第2章 モデル

圧縮変形によって結晶内で作られた転位はじり面上を移動し、結晶全体に拡がる。これらの転位は、長範囲規則合金では、じり面上に逆位相境界を交互に作る。このじり面上の(2)型の逆位相境界の上下では、2nd nearest neighbourの位置にAl-Al原子対が存在している。これらの異方性に並んだAl-Al原子対の総数は、転位がじり面上に作っている(2)型の逆位相境界の面積を求めることによって得られる。この考え方にもとづいて、理想的に完全な長範囲規則状態にあるFe<sub>3</sub>Al合金に対して計算した。その結果、圧縮変形による一軸性の誘導磁気異方性エネルギーは次のように表現される。

$$E_{\sigma} = \mp \sum_i K_{\sigma i} \cdot \alpha_i^2 \quad (1)$$

ここで正負の符号は、Fe<sub>3</sub>Al-DO<sub>3</sub>型(負)及びFe<sub>3</sub>Al-B2型(正)長範囲規則状態に対するものであり、誘導磁気異方性の大きさ $K_{\sigma i}$ は各組のじり面上の転位密度 $\rho_i$ の関数として

$$K_{\sigma i} = \frac{\sqrt{2} \cdot l_2}{a_i^2} \cdot \int_V r d s_i = \frac{\sqrt{2} \cdot l_2}{4 a_i^2} \cdot \bar{r} \cdot \rho \quad (2)$$

となる。ここで $r$ は、じり面上に(2)型の逆位相境界を作っている転位の間平均距離で転位分布に依存する。

Fe<sub>3</sub>Al-DO<sub>3</sub>型規則状態に於いては3種類の型のsuperlattice dislocationsが存在する。転位が結晶中の(011)及び(0 $\bar{1}$ 1)面に均一に分布している場合、誘導磁気異方性の大きさは、a型のsuperlattice dislocationでは転位密度に比例し、 $10^2 \sim 10^3$  erg/cm<sup>3</sup>の値をとり、c及びd型のsuperlattice dislocationsに対しては転位密度の平方根に比例し、 $10^5 \sim 10^6$  erg/cm<sup>3</sup>の値をとる。一方、Fe<sub>3</sub>Al-B2型長範囲規則状態では、誘導磁気異方性の大きさはDO<sub>3</sub>型のd型のsuperlattice dislocation

の場合と同一である。

以上の結果は、理想的な結晶の場合の話であるが、実際の結晶には熱処理の際に導入される逆位相境界が存在する。この熱的逆位相境界を転位が横切るときに迂り面上に新しく逆位相境界が出来る。このことによる誘導磁気異方性の大きさは

$$K_{APB} = \frac{S^2 \cdot l_2}{4 a_0} \cdot \frac{\bar{L}}{D} \cdot \rho^* \quad (3)$$

となる。実際の結晶の塑性変形による誘導磁気異方性の大きさは理想的な場合の結果に、この効果を加えなければならない。

### 第3章 実験の手順

試料はFe-25at%Al合金単結晶をBridgman法で作製し、900°Cで2週間焼鈍後、次の3種類の熱処理を行なった。(001)面を円板面にもつ第一の組の円板状試料はDO<sub>3</sub>型の完全規則状態に近い試料を得るために900°Cから550°Cまで10°C/dayの冷却速度で降ろした。第2の組の試料はB2型の長範囲規則状態を得るために900°Cから、試料を封入した石英管を水中で割ることにより室温まで急冷した。円板状試料の円板面は(011)面であった。(011)面を円板面に持つ第3の組の試料はDO<sub>3</sub>型のpartialな長範囲規則状態を得るために900°Cから約100°C/hrの冷却速度で室温まで降ろし、途中600°Cで1時間保った。同時にこれと同じ熱処理をした粉末試料を用いて、長範囲規則度Sを求めた。以後これらの試料の組をそれぞれ、徐冷、急冷、炉冷した試料と呼ぶ。

これらの試料に対して室温で円板面に垂直に圧縮した後、トルクメータを用い、誘導磁気異方性の測定を行なった。これらの試料の転位密度及びその分布を加速電圧500kVの電顕で観察した。

### 第4章 実験結果

3種類の熱処理をした試料の誘導磁気異方性の測定結果及び転位の電顕観察結果は次の如く要約される。

#### (i) 徐冷した試料

圧縮変形により一軸性磁気異方性が誘導されるが、圧縮変形が進むに従い、誘導磁気異方性の大きさは減少し、 $\epsilon = 8\%$ では、ほとんど消える。磁化容易方向は、(011)面内の1つの $\langle 100 \rangle$ 方向であった。転位密度も圧縮変形と共に増加し、働く迂り面は変形の初期では1つの $\{110\}$ 面が優先的に働き、変形が進むに従い複数の $\{110\}$ 面が均等に働く。

#### (ii) 急冷した試料

一軸性の誘導磁気異方性も転位密度も圧縮変形に従って単調に増加し、誘導磁気異方性は転位密度と比例関係にある。転位は1つの $\{110\}$ 面上にslip bandを作って分布し、圧縮変形が進むに従いslip bandが結晶全体に広がる。一方迂り面上の転位間距離は変形によってあま

り変化しない。磁化容易方向は(001)面内の一つの<100>方向で、圧縮変形によって試料が伸びた方向と直角の方向であった。

### (iii) 炉冷した試料

一軸性の誘導磁気異方性は転位密度の平方根に比例して単調に増加した。変形の初期では(c)及び(d) typeのsuperlattice dislocationが観察され、変形が進むに従い(d) typeが主に観察された、転位の分布は一様であった。磁化容易方向は[100]であった。長範囲規則度はD0<sub>3</sub>型の $S = 0.8 \pm 0.1$ であった。

その他、誘導磁気異方性に関して次のような結果が得られた。

圧縮変形によって誘導された一軸性の磁気異方性は140°C1時間の焼鈍により急激な消失を示すが、転位分布は、この焼鈍によりまったく変化しなかった。誘導磁気異方性の消失過程に於ける活性化エネルギーは0.8eVであった。

## 第5章 考 察

以上の実験結果を新しいモデルに従い考察する。その際、2nd nearest neighbourのdipole-dipole相互作用の係数 $\lambda_2$ の値としてSuzuki and Chikazumiによって求められた値を用いた。

徐冷した試料と急冷した試料とでは、誘導磁気異方性の転位密度依存性がまったく異なるが、このことは圧縮変形の際に動く面{110}によって説明される。この結果は電顕観察による転位分布と一致する。又、急冷した試料の誘導磁気異方性が転位密度に比例して増加するという実験事実、転位の不均一分布すなわち面{110}上の転位間距離が圧縮変形の大きさにほとんど依存しないという電顕観察結果から説明される。この異方性の磁化容易方向もモデルと一致する。

炉冷した試料の誘導磁気異方性と転位密度の相関に於いてモデルは実験結果をよく説明しているが、(2)式で長範囲規則度 $S$ を考慮した計算結果は、実験結果より幾分小さい。この差違は、熱的に導入された逆位相境界を考慮することにより小さくなるが、むしろ用いた $\lambda_2$ の値によるものと思われる。我々の実験結果から予想される $\lambda_2$ の値は $-6 \pm 2 \times 10^{-14}$  ergである。この値は、Suzuki and Chikazumiによって求められた値と一致する。

140°Cの焼鈍による誘導磁気異方性の急激な消失は空格子を通した原子の拡散によるものである。その際の空格子のmigration energyが0.8eVであると考えられる。

## 第6章 結 論

本研究ではChikazumi等のSlip induced directional orderの理論を改良し、転位論に直接基礎づけられたより完全と思われるモデルを作り上げ、実験によりその検証を行った。次にFe<sub>3</sub>Al規則合金に於いて得られた結論を記述する。

- (1) 圧縮変形による誘導磁気異方性の大きさは、塑性変形に於いて最も重要な物理量である転位密度及びその分布の関数によって(2)式で表わされる。

- (2)  $\text{Fe}_3\text{Al-DO}_3$  型長範囲規則状態では誘導磁気異方性の大きさは Superlattice dislocation の型に依存する。
- (3)  $\text{Fe}_3\text{Al-DO}_3$  型長範囲規則状態に於ける誘導磁気異方性の磁化容易方向は同じくり系に対して  $\text{Fe}_3\text{Al-B2}$  型の場合の磁化困難方向になる。
- (4) 実際の結晶に於ける誘導磁気異方性の大きさは、長範囲規則度  $S$  を考慮した (2) 式と熱的に入った逆位相境界を転位が横切ることを考慮した (3) 式の和で表わされる。
- (5) 誘導磁気異方性の大きさ及びその磁化容易方向は塑性変形の際働くくり面に依存し(1) 式で表わされる。
- (6) Suzuki and Chikazumi によって求められた dipole-dipole 相互作用の係数  $k_2$  は我々の実験結果から予想される値と良く一致する。

以上のモデルの考え方は、BCCを含む他の一般的な長範囲規則合金に適用することが可能である。

## 論文審査結果の要旨

高橋正気提出の学位論文は強磁性規則合金の圧延磁気異方性に関する近角等の slip induced directional order のモデルが転位論的に不完全であることに注目して、転位論に基礎をおく本格的なモデルの改良によって、従来計算の困難視されていた  $\text{Fe}_3\text{Al}$  の長範囲規則合金を対象にその圧縮変形による誘導磁気異方性の理論式の導出に成功し、それが転位密度や分布など実験で直接求められる物理量で表現しうる点に留意してその実験的確認につとめたものである。

圧縮変形による誘導磁気異方性のモデルとその特徴は次のとおりである。

(1)  $\text{Fe}_3\text{Al}$  規則合金には 3 種の superlattice dislocation があり、塑性変形に伴うその運動と発生、消滅は結晶内部のすべり面  $(110)$  上に 2 種の逆位相境界をはさむ原子対にもともとの規則格子内部のものとは異った型のものとなる。

(2) 谷口、山本、Néel 等の誘導磁気異方性の原子対の擬双極子相互作用のモデルに従えば、この異った型の原子対の発生は誘導磁気異方性の出現をもたらす。特定のすべり面で考えれば後者の大きさは前者の数に従ってまた逆位相境界の面積に比例する。

(3) 転位の増殖、その運動によって生ずる逆位相境界の面積は塑性変形後の転位の密度およびその相互間距離で表現できる。したがって近角等の場合と違って、このモデルでは電顕観察等で実験的に確認できる変形に寄与したすべり面の種類、superlattice dislocation の型、転位密度や分布によって誘導磁気異方性の定数を簡明に表現できる。

モデルの実験的検証は次のように行われた。

(4) 25 at. % Al の単結晶の  $(100)$  板面試料の徐冷 (D0<sub>3</sub> 型)、急冷 (B2 型) の 2 種と  $(110)$  板面の試料の炉冷 (中間規則度) の計 3 種の試料を数多く作り、いろいろの程度の圧縮変形を与えてトルク測定および転位の電顕観察が行われた。

(5) これらはその熱処理や結晶方位の相異で加工度に対して誘導磁気異方性定数の単調増大や一旦極大をつくり後減少するなどそれぞれの特徴的变化を示したが、それらはいずれもその加工度での電顕観察から得られる変形に寄与したすべり面の種類、その上の転位の密度や分布を考察して定性的乃至半定量的に実験式とのよい一致の得られることが示された。

規則度の補正も実験とのよい一致を示した。

(6) この実験は独立には決め難い原子対の擬双極子相互作用係数はこの実験結果から逆に推算され、それは近角等の磁場中冷却効果の実験で得られたものとよく一致した。

このように、この新しいモデルは近角等のそれと比較して、実験的に容易に測定可能な転位密度や分布の関数として誘導磁気異方性を与え、塑性変形との対応を簡明なものとした。これは更により多くの規則合金系に拡張できる可能性をもち、この分野の研究に極めて重要な貢献をなしたものとみなされる。

よって高橋正気提出の論文は理学博士の学位論文として合格と認める。