

氏名・(本籍)	えちご や じゅん いち 越後谷 淳 一
学位の種類	理 学 博 士
学位記番号	理 博 第 3 7 2 号
学位授与年月日	昭和 4 9 年 3 月 2 6 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	Invar 型合金の塑性 — その磁性との関連 —
論文審査委員	(主査) 教授 山本美喜雄      教授 小川 四郎 教授 中川 康昭

## 論 文 目 次

- 第1章 序 論
- 第2章 試料作製および測定方法
- 第3章 実験結果
- 第4章 議 論
- 第5章 総括と結論

## 論 文 内 容 要 旨

### 概 要

本論文は、インバー型合金  $\text{Fe}_{65}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_{35}$ 、 $\text{Fe-Ni}$ 、 $\text{Fe-Mn}$  合金の塑性を詳細に調べ、インバー特性を有する強磁性  $\text{Fe-Ni}$  合金および反強磁性  $\text{Fe-Mn}$  合金において観測された変形応力の温度依存性の磁気変態点に対応した変化、あるいは  $\text{Fe-Ni}$  インバー合金において観察された、他の f.c.c. 合金とは全く異った特異な応力-歪曲線、転位分布について、その原因を考察し、インバー合金の持つ大きな磁気体積効果を通しての磁性の転位運動への影響の可能性を指摘したものである。

### 第1章 序 論

従来、塑性の研究は、転位間の相互作用のみから議論されてきた。もちろん、この相互作用は、結晶の加工硬化を決定する大きな因子には違いないが、その他に転位と転位以外の物質の物性との相互作用に伴う因子も、それを決定するものとなり得ると考えられるにもかかわらず、これまでほとんど研究されていなかった。

本研究では、転位と物質の磁氣的性質との相互作用が、変形応力を決定する大きな因子となり得ることを  $\text{Fe}_{65}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_{35}$ 、 $\text{Fe-Ni}$ 、 $\text{Fe-Mn}$  合金を用いて実験的に研究することを目的とした。

### 第2章 試料作製および測定方法

試料は、99.7%電解鉄、99.9%モンドニッケル、99.9%電解マンガンを配合して、 $\text{Fe}_{65}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_{35}$  について  $x=0.2\sim 0.9$  の5種、 $\text{Fe-30}\sim 45\%$   $\text{Ni}$  について12種、 $\text{Fe-30}\sim 45\%$   $\text{Mn}$  について5種をそれぞれ真空熔解あるいはアルゴン熔解したのち、たん造、圧延、線引きして作製した。使用目的によってその処理方法は異なる。

- (1) 引張り試験：多結晶試料は1.5mmφに線引きしたものを1200℃×1週間真空中( $\text{Fe-Ni}$ 合金)あるいは1000℃×2日間マンガン雰囲気中( $\text{Fe-Ni-Mn}$ 、 $\text{Fe-Mn}$ 合金)で焼鈍して実験に用いた。1.5mmφ  $\text{Fe-Ni}$  単結晶は、Bridgman法によって作製し、1200℃×1週間真空中で焼鈍後実験に用いた。引張り試験および応力緩和は室温から約300℃の温度範囲でアルゴン中または真空中でインストロン引張り試験機を用いておこなわれた。
- (2) 電子顕微鏡観察：多結晶試料は、0.2mm厚さに圧延した薄板を1000℃×2日間焼鈍したのち、適当な歪量引張り変形をあたえ、化学および電解研磨して準備した。

浮遊帯熔融法を用いて作製した  $5\text{ mm}\phi\text{ Fe-35\% Ni}$  インバー合金単結晶試料は、室温で引張り変形をおこなったのち、すべり面に平行あるいは垂直に切り出して、その転位分布を観察した。

- (3)  $\text{Fe-35\% Ni}$  インバー合金の塑性変形の寸法効果：Bridgman 法によって作製した  $10\text{ mm}\phi$  単結晶を切り出し、試料の巾と厚さの比を著るしく大きくとり、変形が主に刃状あるいはらせん転位によって進行するような形状と方位を持った試料を作製し、その変形をおこなった。

### 第3章 実験結果

実験結果は以下のように要約される。

- (1)  $\text{Fe}_{65}(\text{Ni}_x\text{Mn}_{1-x})_{35}$  , および  $\text{Fe-Ni}$  合金のインバー領域では応力-歪曲線、変形応力の温度依存性、および転位分布は、同じ合金系の常磁性あるいは、インバー領域からはずれた強磁性合金に比較して特異な性質を示す。その特徴は、
- (a) 応力-歪曲線、室温では、降伏応力が大きく、stage II における硬化率が小さい。
- (b) 変形応力の温度依存性、インバー領域における室温付近での変形応力の温度依存性は非常に大きい。また急激な変形応力の温度依存性が消失する温度は、ほぼ Curie 温度に対応している。

$\text{Fe-Ni}$  合金系に対する変形応力の濃度依存性は、室温ではインバー領域の端である  $\text{Fe-37\%Ni}$  付近で peak を示す。一方、 $250^\circ\text{C}$  における変形応力の濃度依存性は、ニッケル濃度に依存しない。

- (c) 転位分布、インバー合金のすべり面上での転位分布は、変形の初期ではらせん転位が多数観察され、これらは直線的でかつ cusp をふくんでいる。変形の中期中に入ると、転位ループが多数かつ均一に分布する。転位ループに転位が集積したいわゆる転位のもつれが観察される。また孤立した長い転位は、cusp や edge dipole をひきずったらせん転位である。さらに変形が進行すると、転位のもつれがつながり、小さな cell 構造を取る。

一方、インバー領域からはずれた  $\text{Fe-45\% Ni}$  合金では、Lomer-Cottrell 転位への転位の強いもつれが観察され、また、インバー合金でよく観察された転位ループは、ほとんど観察されない。

- (d) 降伏応力の寸法効果、 $\text{Fe-35\% Ni}$  インバー合金において、bulk 結晶の降伏応力は  $9\sim 10\text{ kg/mm}^2$  に対して、約  $0.1\text{ mm}$  以下の厚さの試料では、その降伏応力は、 $5\sim 6\text{ kg/mm}^2$  となる。また特殊な形状と方位を持った試料の変形は、この合金では、刃状転位が、らせん転位より変形応力が大きいことを示した。

(e) 活性化体積には、Curie 温度に対応した変化は示さない。

(2)  $Fe_{65}(Ni_xMn_{1-x})_{35}$  , Fe-Mn 反強磁性合金では、変形応力の温度依存性に、Néel 温度以下で変形応力の増加が観察された。一方、転位分布や活性化体積は、Néel 温度に対応した変化がみとめられなかった。

以上の実験結果のうち、Fe-Ni インバー合金の変形応力の温度依存性をのぞいた応力-歪曲線変形応力のニッケル濃度依存性、転位分布および  $Fe_{65}(Ni_xMn_{1-x})_{35}$  , Fe-Mn 合金の塑性は、すべて本研究で初めて見いだされた特異な実験結果である。

#### 第4章 議 論

以上のFe-NiおよびFe-Mn合金の特異な塑性的挙動は、変形応力の急激な温度依存性がCurie温度あるいはNéel温度で消失していることや変形応力が刃状転位によって決定されていることから、インバー特性-とりわけ非常に大きな磁気体積効果-を通しての転位と磁性との相互作用から説明することができる。転位の性質が刃状なら、そのまわりに静水圧場を持っているため、転位のまわりでは、磁化が減少する。刃状転位の運動を考えると、磁化の減少が、転位の運動に付随しておこるため、転位は常に磁化の減少をおこしながら運動しなければならず、これは転位の運動に対する抵抗となる。この考え方にもとづいて算定した室温での変形応力、変形応力の温度依存性、濃度依存性は、実験とorder的に一致した。また、Fe-Ni インバー合金の転位分布や応力-歪曲線の特異性は、この合金の以上に述べた刃状転位とらせん転位との差に依存していると考えられる。なぜなら、この合金では、刃状転位の変形応力が高いため、刃状転位の運動の一部が、らせん転位によっておこなわれるからである。したがって観察される転位は、らせん転位が多くなり、またらせん転位の運動に伴って転位ループの発生頻度が増加し、さらにこれらが転位の運動の障害物となり、この合金の特異な転位分布と硬化率の小さいstage IIを持った応力-歪曲線をあたえていると考えられる。

#### 第5章 総括と結論

(1) 強磁性Fe-Ni合金および反強磁性Fe-Mn合金は、特異な塑性的挙動を示すことが、実験的に明らかにされ、その解明がおこなわれた。

(2) 強磁性Fe-Ni合金における変形応力の温度依存性、濃度依存性、応力-歪曲線および転位分布の特異性は、この合金の持つ非常に大きな磁気体積効果に伴う転位と磁化との相互作用、いわゆるインバー特性との相関において統一的に説明された。

(3) 反強磁性Fe-Mn合金における変形応力の温度依存性の特異性は、Fe-Ni インバー合金の場

合と同様，この合金のインバー特性との関連で説明された。

- (4) 本研究によって得られた事実は，従来あまり問題にされなかった磁氣的性質の変形応力あるいは塑性への影響の重要性を明らかにしている。

## 論文審査結果の要旨

越後谷淳一提出の学位論文は、従来ほとんど研究されていなかった磁氣的性質の転位運動への影響に注目し、インバー型 Fe-Ni, Fe<sub>65</sub>(Ni<sub>x</sub>Mn<sub>1-x</sub>)<sub>35</sub> および Fe-Mn 合金の塑性変形を実験的に詳細に調べ、多くの特徴ある現象を新たに発見し、しかもその結果がこれらの合金のインバー特性によって説明されることを明らかにしたものである。

実験結果の主な内容は次のとおりである。

- (1) 変形応力の温度依存性の測定からこれらの合金は、それぞれの磁気変態点に対応した温度から強磁性あるいは反強磁性の出現に伴って他の強磁性金属にはみられない変形応力の急激な増加を示した。
- (2) Fe-Ni インバー合金の応力-歪曲線の結果は他の f.c.c 合金よりも降伏応力が極立って大きくまた stage II における硬化率が小さいことを示した。
- (3) 電子顕微鏡観察結果は、Fe-Ni インバー合金では、インバー特性を示さない f.c.c 合金の転位分布とは著しく異なって、らせん転位、転位 loop が多数観察されることを示した。
- (4) Fe-Ni インバー合金の塑性変形に対する寸法効果の結果は、この合金では刃状転位がらせん転位よりかなり高い変形応力を持っていることを証拠だてた。

これらの実験結果について次のような解明がなされた。

これらの合金の変形応力の特異性は、その変化が磁気変態点に対応して出現することと刃状転位の挙動が変形応力の主体をなしていることからして、明らかにこれらの合金の持つインバー特性と関係をもつものと判断される。即ち、インバー特性の一つである磁気体積効果を通して刃状転位と磁化とが相互作用をもち転位の運動に対する一種のまさつ力を生むと考えられる。そして Fe-Ni インバー合金の転位分布の特異な形態も、この合金での刃状転位の変形応力が大きいことからくる転位の運動形態の特殊性によって説明できる。

以上の研究結果から明らかなように本論文はインバー型合金の極めて興味ある数多くの塑性的挙動を新たに発見し、それをこの合金のインバー特性との関連において追求したものであり、この分野の研究に極めて重要な貢献をなすものと判断される。

よって越後谷淳一提出の論文は理学博士の学位論文として合格と認める。