

高温強磁場中磁化測定装置の開発と Fe-C 二元合金の高温強磁場中磁化測定 Development of High-Field and High-Temperature Magnetometer and Magnetization Measurement of Iron-Carbon Binary Alloys up to 13 T and 1273 K

東北大・金研 吉澤清文, 高橋弘紀, 渡辺和雄, 宮本吾郎, 古原忠

鹿児島大・理工 小山佳一

K. Yoshizawa, K. Takahashi, K. Watanabe, G. Miyamoto, T. Furuhashi, K. Koyama*

Institute for Materials Research, Tohoku Univ.

*Graduate School of Science Engineering, Kagoshima Univ.

1. 背景

近年、鉄鋼やその他磁性材料開発のパラメータに電場や圧力に加え新たに磁場を用いた研究が注目されている。具体的には磁場中熱処理による永久磁石材料の保磁力上昇[1]や MnBi 合金の相転移温度の上昇[2]、炭素鋼の組成制御[3]、変態量の制御[4]などの報告がある。しかしこれらの磁場効果に大きく関わっていると考えられる磁化の挙動については不明な点が多く、解明が望まれている。また、プロセスの最適化や指針を得るために必要な磁場中状態図の研究は、基本材料である Fe-C 二元合金を中心に少数の材料についてしか行われておらず[2, 4-9]、様々な材料についての磁場中状態図の作成が望まれている。

高温強磁場中における材料の磁気特性の観測には磁化測定によるその場観察が最適であるが、市販の磁化測定装置には 1273 K までの高温と 10 T 以上の強磁場を共に満たした条件下での磁化測定が可能な装置は存在しない。

従って本研究では、高温強磁場中における材料の磁気特性の解明、また磁場中プロセス最適化のための磁場中状態図作成を目的とし、10 T 以上の強磁場中、1273 K までの温度範囲で測定可能な高温強磁場中磁化測定装置の開発を行った。また、開発した装置を用いて Fe-C 二元合金の高温強磁場中磁化測定を行ったのでその結果についても報告する。

2. 実験方法

開発した装置の概要を Fig.1 に示す。電気炉の外壁に片

側 1 万巻のソレノイド型の検出コイルと補償コイル (125 巻) を固定し、10 T 又は 15 T-CSM (無冷媒超伝導マグネット) の最小 52 mm 室温ボアに挿入する。次に内径 14 mm の Al₂O₃ 炉心管に上から試料ホルダーと試料用温度計を配した石英製試料ロッドを挿入し、磁場中心、加熱中心、試料中心を一致させる。最後に試料ロッドを超音波モータ式加振器により一定振幅、周波数で振動させ、この時生じる交流誘導起電力をロックインアンプにより検出する。電気炉の温度制御は炉心管内壁に配した温度計により行った。試料用、温度制御用温度計には共に高温で強磁場の影響が少ない JIS クラス 2 の Pt-PtRh13% 熱電対を用

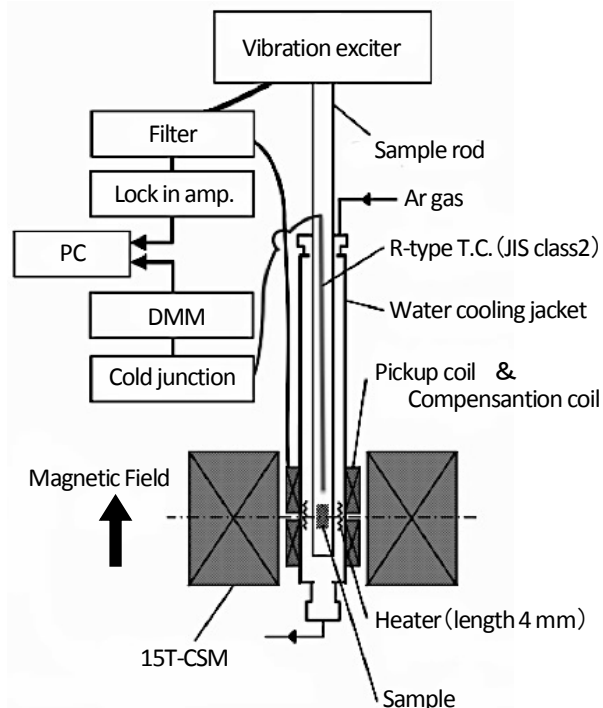


Fig.1 Schematic diagram of VSM measurement systems.

い、その温度誤差は 1273 K で 2.5 K 程度である。また、高温で酸化する試料も測定できるよう不活性ガスフロー機構を設けた。

試料ロッドは主材質に 1473 K までの耐熱性がある石英管を用いたため温度範囲は 1473 K まで測定可能であるが、長時間測定においては 1273 K 以下が適当である。石英は反磁性であるためほぼバックグラウンド磁化の温度依存がなく、その絶対値は常温における純鉄の磁化の 1% 程度の大きさであった。また、従来の加振器に用いていた電磁モータは漏洩磁場 800 Gauss 程度で正常に動作しなくなるが、今回は超音波モータを採用することにより実質的に漏洩磁場の影響は皆無となり、今後のハイブリッドマグネット使用による、より強磁場までの測定に耐え得る構造となっている。

今回測定で用いた試料は、純鉄と高純度 Fe-x wt.%C (x=0.18, 0.38, 0.62, 0.91, 1.06) であり、その Mn、Si などの不純物含有量は市販品の 1/10 以下であった。形状は純鉄は 5 mm² × 2 mm の板状 (約 0.4 g)、その他は 5 mm³ の立方体 (約 1 g) である。測定は昇温速度 10 K/min、Ar 雰囲気中で行った。

3. 実験結果と考察

上記 6 組成について印加磁場 0.5 - 13 T 中における磁化の温度依存性の測定を行った。Fig.2 - 4 に代表的な 3 組成 (純鉄、亜共析鋼、過共析鋼) の測定結果を示す。純鉄 (Fig.2) においては内挿図に示すように昇温過程において磁化が急激に変化する点が存在する。これは α 相 (強磁性) から γ 相 (常磁性) への構造相転移に伴う磁気相転移であると考えられるので、この温度を α - γ 転移温度とし、昇温過程と冷却過程における α - γ 転移温度をそれぞれ $T_{\alpha-\gamma,h}$ 、 $T_{\alpha-\gamma,c}$ と定義する。更に、その平均転移温度を $T_{\alpha-\gamma,ave}$ と定義する。また、純鉄の室温における磁化の値は 2.23 μ_B であり、純鉄の飽和磁化の文献値 2.2 μ_B とよく一致している。

同様に亜共析鋼における α +Cm \rightarrow α + γ (過共析鋼におけ

る α +Cm \rightarrow γ +Cm、Cm:セメンタイト) の構造相転移に伴う磁化の変曲点を A_1 温度、 α + γ \rightarrow γ の構造相転移に伴う磁化の変曲点を A_3 温度、過共析鋼における γ +Cm \rightarrow γ の構造相転移に伴う磁化の変局点を A_{cm} 温度とする。更に昇温過程と冷却過程とその平均転移温度を添字 h、c、ave をつけて表すことにする。

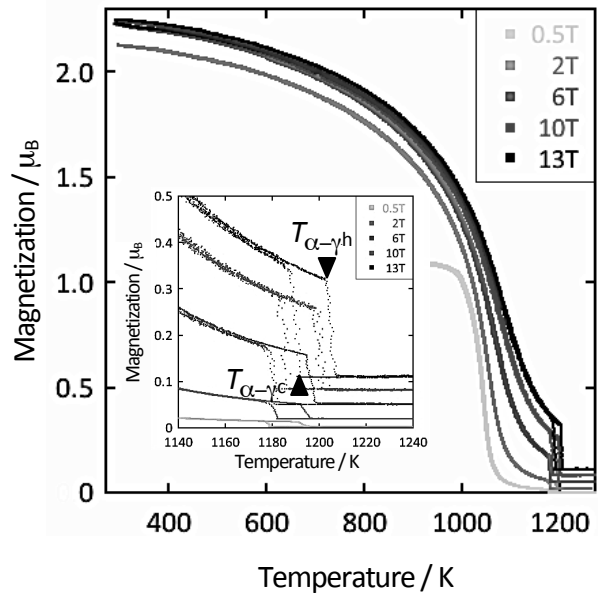


Fig.2 Temperature dependence of magnetization of the pure iron under various magnetic fields.

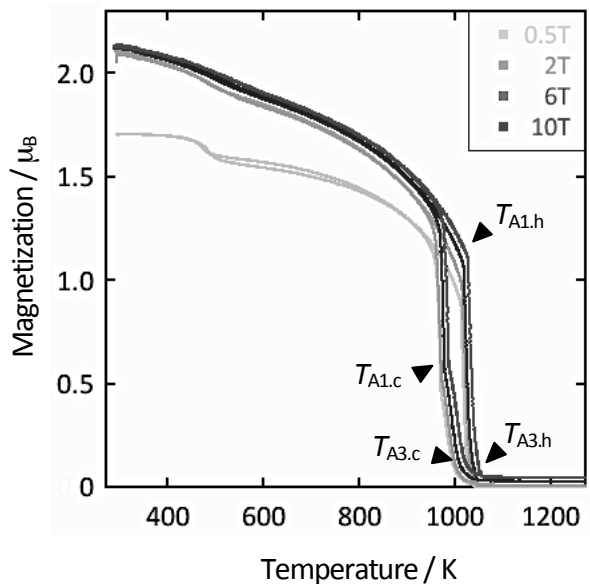


Fig.3 Temperature dependence of magnetization of the hypo-eutectoid steel (Fe-0.61wt.%C) under various magnetic fields.

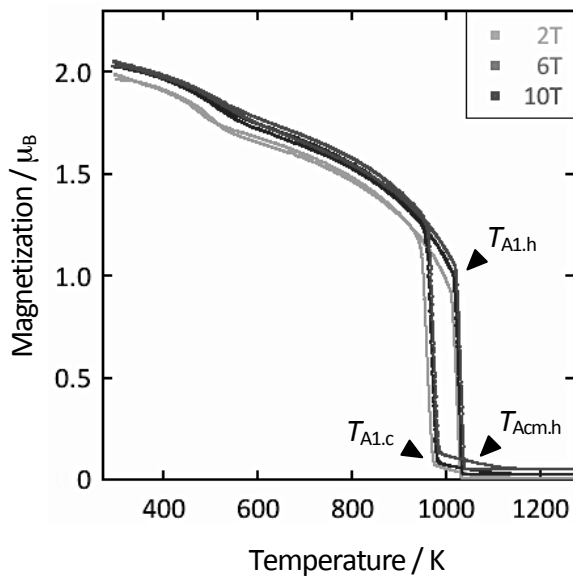
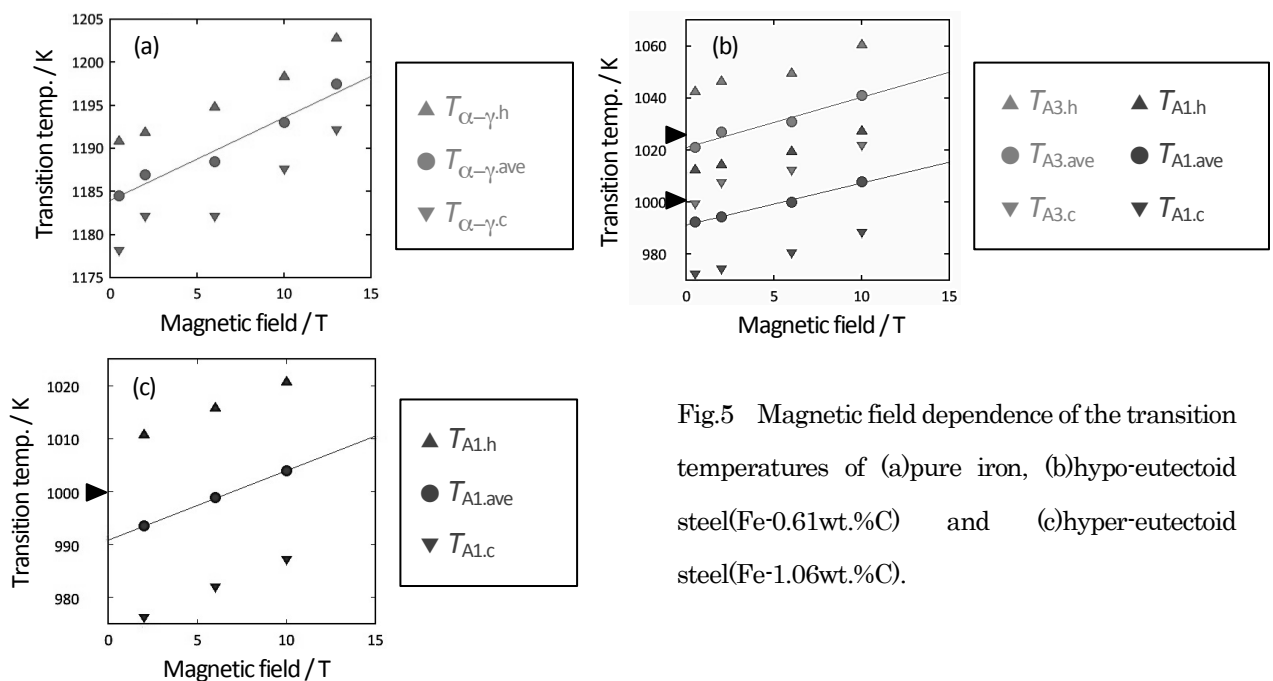


Fig.4 Temperature dependence of magnetization of the hyper-eutectoid steel (Fe-1.06wt.%C) under various magnetic fields.

上記転移温度の磁場依存性を Fig.5 に示す。Fig.5(a)より純鉄の転移温度の磁場依存性のゼロ磁場外挿値は 1184 K であり、文献値と一致した。亜共析鋼 (Fig.5(b)) と過共析鋼 (Fig.5(c)) についても同様に転移温度のゼロ磁場外挿値と文献値 (▶印) を比較すると実験値の方がやや温度が高い結果が得られた。これは炭素量が増すにつれ相転移の昇温速度依存性が大きくなることが影響している



めであると考えられる。また、転移温度の磁場依存性 (直線の傾き) も 1 - 2 K/T 程度と、先行研究[9]とよい一致を示した。

4. まとめ

温度範囲 1273 K まで、最大磁場 10 T 以上の環境で測定可能な高温強磁場中磁化測定装置を開発した。本装置を用いて Fe-C 二元合金の温度範囲 1273 K まで、最大磁場 13 T における磁化測定に成功した。Fe-C 二元合金の磁化測定結果から転移温度の絶対値や磁場依存性は先行研究とよい一致を示すことが分かった。

参考文献

- [1]H. Kato, *et al*, J. of Mag. Mag. Mater. **310** (2007)2596-2598
- [2]K. Koyama, *et al*, Sci. Tech. Adv. Mater. **9** (2008)023204 (5pp)
- [3]M. Shimotomai, *et al*, Acta Mater. **51** (2003)2921-2932
- [4]M. Enomoto, *et al*, Metall. and Mater. Trans. **32A** (2001)445-453
- [5]J-K. Choi, *et al*, Scripta Mater. **43** (2000)221-226
- [6]H. Cho, *et al*, Mater. Trans. JIM **41** No. 8 (2000)911-916
- [7]Y. D. Zhang, *et al*, Solid State Phenomena **105** (2005)187-194
- [8]T. Garcin, *et al*, Acta Mater. **58** (2010)2026-2032
- [9]池原, 平成 22 年度修士論文 (2011)

Fig.5 Magnetic field dependence of the transition temperatures of (a)pure iron, (b)hypo-eutectoid steel(Fe-0.61wt.%C) and (c)hyper-eutectoid steel(Fe-1.06wt.%C).