

## 高品位鉄系非平衡粒子の作製および組織制御指針の構築

研究代表者 東北大学金属材料研究所 助教 吉年 規治

### 1. 緒言

近年、電子デバイスやパワーデバイスに用いられる電磁変換機器の高性能化が、省エネルギーの観点から強く求められており、世界中でそれらの高効率化に関する研究が進められている。現在、主流となっているケイ素鋼(Fe-Si合金)は、高い飽和磁束密度を発現し、かつ安価であるため、軟磁性材料市場において高いシェアを占めているが、トランスやモータの鉄損は国内で消費される総電力の約3.4%にも達し、ケイ素鋼の鉄損改善<sup>1,2)</sup>も飽和状態に至っている。そこで現在、鉄系アモルファス材料などの非平衡軟磁性材料に注目が集まっている。非平衡軟磁性材料の最大の特徴は、低周波から高周波領域にかけてのコアロスが低いことであり<sup>3)</sup>、各種デバイスにおける電磁エネルギーの変換電力ロスを最小限にすることができる。

現在までに、軟磁性材料として種々の鉄系アモルファス材料が開発報告されてきたが、その作製過程において急冷が必要となるため、その形状はリボン形状や粉末形状に限られている。リボン材の場合、形状磁気異方性の影響が強く等方的に磁化させることができないという問題点があり、また、粉末材料の場合、圧粉成型過程において充填率や混合する潤滑剤およびバインダーの影響が大きいといった問題点を有している。したがって、何れの材料の場合においても材料自身の磁気特性を厳密に評価できないといった欠点がある。そこで本研究では、無容器凝固法を用いて3次元的に等方的な組織を有する完全球形状の粒子を作製し、単粒子での磁気特性評価を行うことを目的とした。無容器凝固法の特徴としては、熔融金属の冷却の際の容器壁の影響がなく、試料が凝固する際に均一かつ均質な組織を形成するということが挙げられる。また、完全球形状の粒子であれば形状磁気異方性がなく、1つの粒子で磁気測定を行えば粒子間の相互作用等の影響も無視することができ、材料の磁気特性の厳密な評価が可能となる<sup>4)</sup>。

本研究では、パルス圧力付加オリフィス噴射法と呼ばれる無容器凝固法を採用してアモルファス単分散粒子を作製した<sup>5)</sup>。高い濃度の鉄を含有するアモルファス粒子に適切な熱処理を加えることで、ナノ結晶化させ、その組織変化が及ぼす磁気特性への影響を詳細に調査した。Fe系アモルファス合金にCuを添加すると、アモルファス母相中にCuのクラスターが存在し<sup>6-9)</sup>、Cuのクラスターを避けるように鉄原子が拡散するため、結晶化の際に核生成頻度を増加させ、結晶粒の微細化を促進させることができる<sup>10)</sup>。その結果、ナノ結晶化により飽和磁束密度を向上させることができることが報告されている<sup>11)</sup>。ここではFe<sub>76</sub>Si<sub>9</sub>B<sub>10</sub>P<sub>5</sub>の合金にCuの微量添加を行うことによって、熱処理後の内部組織の微細化やα-Feの析出頻度の増加を促進させ、磁気特性の

向上を目指す。そこで、本研究では  $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  の合金に Cu を 0.25, 0.5 at% 添加した  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{100-x}\text{Cu}_x$  ( $x=0.25, 0.5$ ) を合金組成として選択し、無容器凝固法により単分散粒子を作製し、その後、熱処理を行い、Cu の添加が合金の内部組織と磁気特性にどのような影響を与えるかを調査した。

## 2. 実験方法

本研究では、粒状 Fe(99.99 %)、粒状 B(99.5 %)、粒状 Si(99.999 %)、粒状  $\text{Fe}_3\text{P}$ (99 %) (いずれも (株)高純度化学製) を用いた。これらの原料を目的組成となるように重量計算し、秤量した。秤量後、Ar ガス雰囲気中で高周波溶解により母合金インゴットを作製した。その後、母合金インゴットを破砕し、パルス圧力付加オリフィス噴射法により単分散粒子を作製した。

作製した単分散粒子の粒径及び粒度分布は、正立型光学顕微鏡(BX-51、(株)オリンパス製)で得られた粒子画像を、画像解析ソフト(Win ROOF ver.6.5 (株)三谷商事製)を用いて測定した。

単分散粒子の内部組織構造は、X線回折法(以下 XRD、RINT Ultima IV、(株)リガク製)により評価した。この時、ガラス板上に粒子数十個を接着剤で固定し、粒子赤道部付近まで研磨を行った後、断面を XRD により内部構造を評価した。XRD 測定には  $\text{CuK}\alpha$  線を用い、管電圧 40 kV、管電流は 40 mA に設定し、 $2\theta = 20\sim 90^\circ$  の範囲を  $1^\circ/\text{min}$  の速度で測定した。

単分散粒子の熱分析には示差走査熱量計(以下 DSC、Q-2000、(株)TA インストルメント製)を用いた。測定は約 50 ml/min の高純度 Ar ガス流中で昇温速度  $0.67\text{ K/s}$  にて行った。

最後に、熱処理前後の粒子の磁気特性について、1 つの球状粒子を用いて振動試料型磁力計により評価した。粒子 1 つを接着したセロハンテープを測定用の石英管ロッドに固定し、印加磁場は  $-12\text{ kOe}\sim 12\text{ kOe}$  の範囲で設定し測定を行った。

## 3. 結果と考察

### 3-1. 単分散粒子の内部組織と熱処理によるナノ結晶化

図 1 にパルス圧力付加オリフィス噴射法で作製した  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  および  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の SEM 画像を示す。

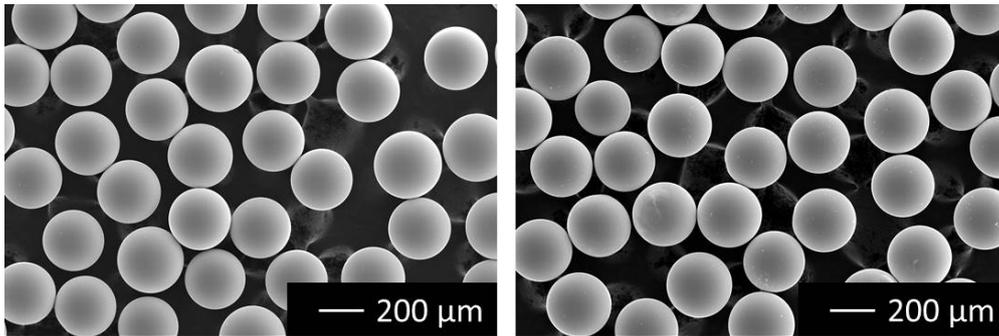


図1 パルス圧力付加オリフィス噴射法で作製した粒子のSEM画像  
 (左)  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  (右)  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$

SEM 観察結果より、作製した粒子はどちらも非常に滑らかな表面状態を有していることが確認され、結晶化の体積収縮に伴うくぼみ等も見られなかった。また、画像分析による粒度分布測定により、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  の粒子の平均粒径は  $274 \mu\text{m}$ 、真球度は 99 %、粒径の標準偏差は  $6 \mu\text{m}$ 、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  の粒子の平均粒径は  $275 \mu\text{m}$ 、真球度は 99 %、粒径の標準偏差は  $6 \mu\text{m}$  であり、2 種類の粒子とも非常に優れた真球度を有していることが確認された。以上の結果から、本研究で作製した  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  および  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  粒子は均一粒径でかつ高真球であることが明らかとなった。

次に、作製した組成  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子と  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の粒子断面の内部構造評価を行った。図 2 に作製した粒子の断面の XRD パターンの分析結果を示す。

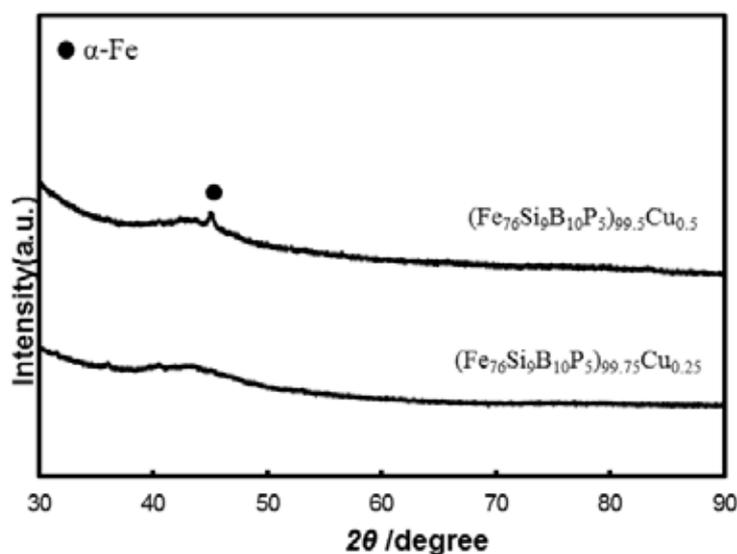


図2 未熱処理の単分散粒子の粒子断面 XRD パターン

この図より、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子はアモルファス構造特有のブロードパターンが見られたが、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子は微小な  $\alpha\text{-Fe}$  のピークが確認され、わずかに結晶相を含んでいることが明らかとなった。ここで、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子の平均粒径は  $274 \mu\text{m}$ 、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の平均粒径は  $275 \mu\text{m}$  であり、ほぼ同一粒径であることから、粒子作製時の冷却速度はどちらもほぼ同じであったと推定される。したがって、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子は合金のガラス形成能が低いために、急冷凝固時に結晶化が発生したものと考えられる。

図 3 に  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子と  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の昇温過程における DSC 熱分析曲線を示し、表 1 に Cu を添加した単分散粒子のガラス転移温度  $T_g$ 、結晶化温度  $T_x$ 、発熱量  $\Delta H$  を示す。

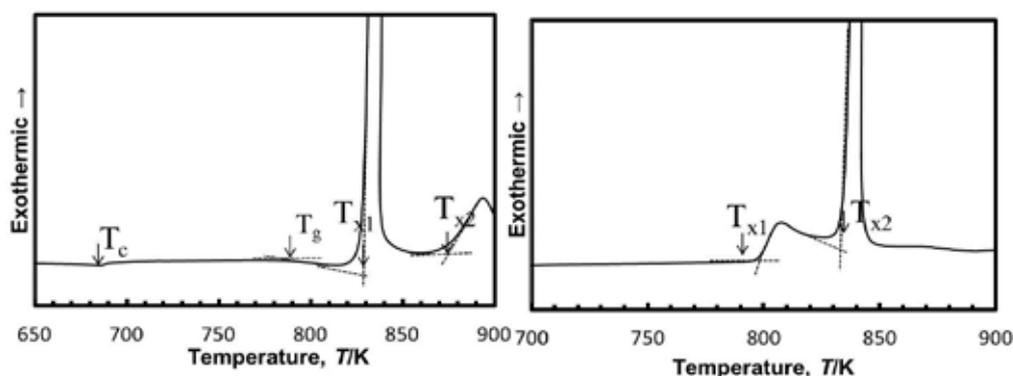


図 3 単分散粒子の昇温過程における DSC 熱分析曲線  
 (左)  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  (右)  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$

表 1 単分散粒子のガラス転移温度  $T_g$ 、結晶化温度  $T_x$ 、発熱量  $\Delta H$

組成	$(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$	$(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$
ガラス転移温度 $T_g$	790 K	—
第一結晶化温度 $T_{x1}$	828 K	798 K
第二結晶化温度 $T_{x2}$	875 K	834 K
発熱量 $\Delta H$	114 J/g	54 J/g

図より、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子はガラス転移による吸熱反応が見られ、ガラス転移温度は  $790 \text{ K}$  であることが分かった。また、その後結晶化による発熱ピークも確認され、第一結晶化ピーク温度  $T_{x1}$  は  $828 \text{ K}$ 、第二結晶化ピーク温度  $T_{x2}$  は  $875$

K であることが分かった。ここで、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子の過冷却液体温度領域  $\Delta T$  は 38 K と求められ、この温度域では過冷却液体状態となることが分かった。また、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子の結晶化ピークは  $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  単分散粒子と比較をして、第一および第二結晶化ピークがより明瞭に分かれているため、結晶化が  $\alpha\text{-Fe}$  の析出から化合物相の析出へと結晶化が段階的に進行していくものと考えられる。また、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子はガラス転移温度を示さず、第一結晶化ピーク温度  $T_{x1}$  は 798 K、第二結晶化ピーク温度  $T_{x2}$  は 834 K であることが分かった。ここで、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の第一結晶化ピークの面積は第二結晶化ピーク的面積よりも小さいことが分かる。本研究において  $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  単分散粒子の第一結晶化温度  $T_{x1}$  が 828 K、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の第一結晶化温度  $T_{x1}$  が 798 K であったことから Cu の添加量が 0.5 at% まで増加すると第一結晶化ピークが低温側にシフトすることが確認された。また、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子の結晶化による発熱量  $\Delta H$  の値は 114 J/g と求められ、 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  の発熱量 79 J/g と比較をすると、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子の発熱量は高い値を示していることが分かる。一方で、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の発熱量  $\Delta H$  は 54 J/g であり、 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  や  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  と比較して小さい値を示している。これは、図 2 で示したように  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の内部には結晶相がわずかに含まれているため、結晶化による発熱量が減少したと考えられる。そのため、Cu の添加量を 0.5 at% まで増加をすると、合金の熱的安定性は  $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  単分散粒子や  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子よりも低下していることが明らかとなった。以上の結果を踏まえて、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子の熱処理温度は 685 K, 790 K, 830 K, 840 K, 875 K と設定し、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の熱処理温度は 800 K, 820 K, 834 K, 860 K と設定しそれぞれ熱処理を行った。

図 4 に 685 K, 790 K, 830 K, 840 K, 875 K で熱処理をおこなった  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子の断面の XRD パターンおよび、800 K, 820 K, 834 K, 860 K で熱処理を行った  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の断面の XRD パターンを示す。

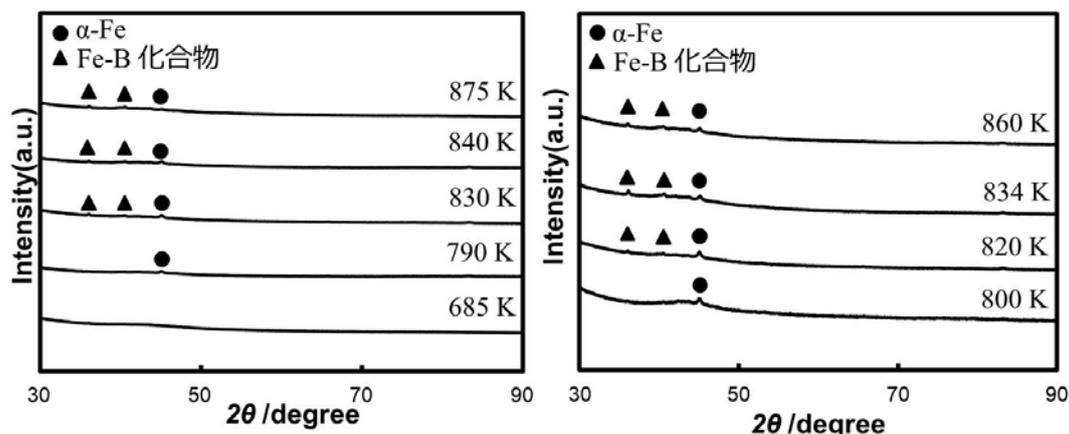


図4 熱処理後の単分散粒子の断面 XRD パターン  
 (左)  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  (右)  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$

図4より、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$ 単分散粒子を685 Kで熱処理を行うと内部組織はアモルファス構造を維持しており、790 K以上の温度において $\alpha\text{-Fe}$ を主相とする結晶相のピークが現れていることが確認された。また、830 K以上の温度においてはFe-B系化合物相のピークが見られたことから、熱処理温度の増加に伴ってFe-B系化合物相の析出が進行していることが分かった。また、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$ 単分散粒子においては、800 K以上の温度において $\alpha\text{-Fe}$ 相のピークが観察され、820 K以上の温度で熱処理を行うと全ての温度において $\alpha\text{-Fe}$ とFe-B系化合物相が析出していることが明らかとなった。

### 3-2. 単分散粒子の磁気特性と熱処理による変化

優れた軟磁気特性を発現するための理想的なナノ結晶組織には、主に次の3つの条件が挙げられる。

- ①ナノ結晶相の粒径が20 nm以下になると、結晶磁気異方性の平均化が起こり、保磁力が低下する。
- ②ナノ結晶相がbcc構造かつ強磁性である $\alpha\text{-Fe}$ 単相であれば、磁気特性は向上する。
- ③ナノ結晶粒界に残留アモルファス相が存在すると、磁化が容易になり鉄損が低下する。

本研究で作製した単分散粒子は熱処理により微細な $\alpha\text{-Fe}$ ナノ結晶が優先的に析出することが前節までに確認されたため、優れた磁気特性を発現することが期待できる。そこで、本研究では1つの球状粒子を用いたVSMによる磁気特性評価を行った。

図5に $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ 、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$ 、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$ 単分散粒子の熱処理温度と飽和磁束密度の関係を示す。

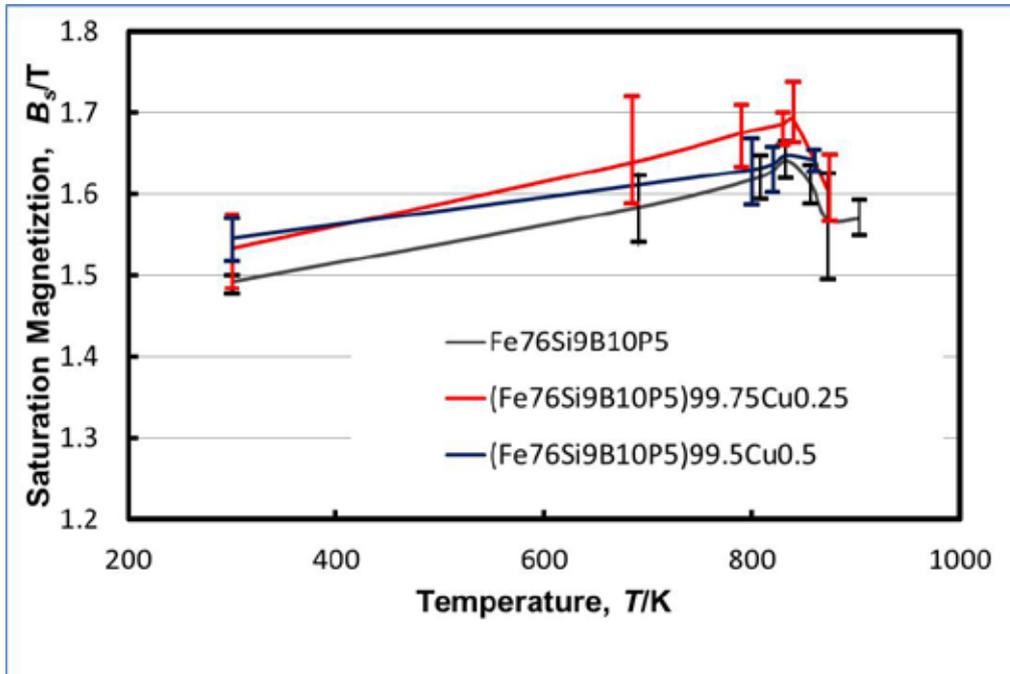


図5 単分散粒子の熱処理温度と飽和磁束密度の関係

未熱処理(As-Quenched)の粒子の飽和磁束密度を比較すると、 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  単分散粒子の飽和磁束密度は 1.49 T、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子は 1.53 T、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子は 1.55 T であり、Cu の添加量が増加する毎に As-Quenched 粒子の飽和磁束密度の値がわずかに増加した。ここで、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  粒子は As-Quenched 状態でヘテロアモルファス構造に起因する鉄の結晶核（クラスター）の数密度が増加したために、飽和磁束密度の値が増加したと考えられる。また、Cu を 0.5 at%まで増加した場合においては図2で示したようにXRDにおいてAs-Quenchedで結晶化のピークが見られており、 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ と比較してナノ結晶化が既に進行しているために、やや高い飽和磁束密度の値を示したと考えられる。すなわち、As-Quenched状態であってもすでに熱処理を行ったものと同様な内部組織構造となっている可能性がある。また、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子と  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子は熱処理を行うとナノ結晶化に伴い、飽和磁束密度の値は増加し、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子を 840 K で熱処理を行うと最大飽和磁束密度は 1.69 T を達成した。また、Cu を添加した粒子は合金組成中の鉄濃度は減少しているにもかかわらず、 $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  単分散粒子の 1.64 T よりも高い飽和磁束密度を示していることが分かる。これは、Cu を添加した粒子は粗大な結晶相の析出量が減少し、また  $\alpha\text{-Fe}$  の析出頻度が増加しているために高い飽和磁束密度を示したものと考えられる。しかし、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子の最大飽和磁束密度は 1.65 T

を示し、 $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子よりも飽和磁束密度が低い値を示していることが分かった。これは、図 2 で示したように  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子は As-Quenched ですすでにわずかな結晶化が進行しているために熱処理を行った際に  $\alpha\text{-Fe}$  から Fe-B 系化合物相への相変態が生じ、強磁性の  $\alpha\text{-Fe}$  の析出量の減少と常磁性の Fe-B 化合物相の析出が進行し、結果として飽和磁束密度の値が増加しにくくなったためと考えられる。以上の結果から、組成  $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$  に Cu を 0.25 at% 添加した粒子が最も高い飽和磁束密度を示すことが明らかとなった。

#### 4. 結言

本研究では、無容器凝固法 (POEM) により平均粒径 274  $\mu\text{m}$  の  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子と平均粒径 275  $\mu\text{m}$  の  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子を作製した。さらに、DSC の熱分析測定結果をもとに熱処理温度をそれぞれ設定し、内部組織と磁気特性の評価を行った。その結果以下の結論を得た。

①XRD の解析結果より  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.75}\text{Cu}_{0.25}$  単分散粒子および  $(\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5)_{99.5}\text{Cu}_{0.5}$  単分散粒子は Cu の添加量の増加によって合金のガラス形成能が低下し、一部結晶化が進行していることが明らかとなった。

②Cu を添加した粒子の熱処理を行うと、 $\alpha\text{-Fe}$  をメインとする微細な結晶相が析出しており、 $\alpha\text{-Fe}$  の析出頻度の増加と常磁性の Fe-B 化合物の析出量が減少したことが明らかとなった。

③VSM の測定結果より、Cu を 0.25 at% 添加した粒子を 840 K で熱処理を行うと最大飽和磁束密度は 1.69 T を達成し、鉄濃度が減少しているにもかかわらず、磁気特性が向上したことが明らかとなった。しかし、Cu を 0.5 at% まで増加をするとすでに As-Quenched の状態で析出していた結晶相の一部は、熱処理過程で常磁性の Fe-B 系化合物へと相変態したために飽和磁束密度の値が増加しにくくなったことが明らかとなった。

④微細なナノ結晶相を析出させる手法や、ガラス形成能が高く粒成長が生じにくい合金系を開発することにより、結晶粒径が 20 nm 以下の微細な  $\alpha\text{-Fe}$  を大量に析出させることができれば、さらに高飽和磁束密度・低保磁力の、軟磁気特性に優れた単分散粒子を実現する可能性があることが明らかとなった。

#### 謝辞

本研究は、公益財団法人 JFE21 世紀財団の技術研究助成の助成を受けて実施されたものであり、記して謝意を表します。

#### 参考文献

- 1) 第 155, 156 回西山記念技術講座テキスト (日本鉄鋼協会, 1995)

- 2) 新日本製鐵, Nippon Steel Monthly, Vol. 141 (2004)
- 3) X. Li, G. Lu, Z. Zhang, D. Ju, A. Makino: Journal of Alloys and Compounds 647 (2015) 917-920
- 4) 島田寛: Magnetism Jpn. Vol. 5, No. 2, (2010)
- 5) N. Yodoshi, R. Yamada, A. Kawasaki, A. Makino: Journal of Alloys and Compounds 643 (2015) S2-S7
- 6) K. Sato, K. Takenaka, A. Makino, Y. Hirotsu: Physics Procedia 75 (2015) pp. 1376-1380
- 7) A. Makino, Xue Li, K. Yubuta, C. Chang, T. Kubota, A. Inoue: Scripta Materialia 60 (2009) 277-280
- 8) Xue Li, H. Kato, K. Yubuta, A. Makino, A. Inoue: Materials Science and Engineering 527 (2010) 2598-2602
- 9) S. Jafari, A. Beitollahi, B. Eftekhari Yekta, T. Ohkubo, Viktoria Budinsky, Mie Marsilius, S. Mollazadeh, Giselher Herzer, K. Hono: Journal of Magnetism and Magnetic Materials 401 (2016) 1123-1129
- 10) T. Gheiratmand, H.R. Madaah Hosseini: Journal of Magnetism and Magnetic Materials 408 (2016) 177-192
- 11) G.T. Xia, Y.G. Wang, J. Dai, Y.D. Dai: Journal of Alloys and Compounds 690 (2017) 281-286