



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	アルミニウム添加銅希薄鉄合金の磁性に及ぼす冷間圧延の効果
Author(s)	石田, 巖; 越田, 充彦
Citation	北海道大學工学部研究報告, 120, 145-156
Issue Date	1984-03-30
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/41858
Type	departmental bulletin paper
File Information	120_145-156.pdf



アルミニウム添加銅希薄鉄合金の 磁性に及ぼす冷間圧延の効果

石 田 巖 越 田 充 彦*

(昭和58年11月30日受理)

Effects of Cold-Rolling on Magnetic Properties in Copper-Dilute Iron Alloys Containing Aluminum

Iwao ISHIDA and Mitsuhiko KOSHIDA

(Received November 30, 1983)

Abstract

Effects of cold-rolling on magnetic properties and microstructure in $(\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x)_{0.94}\text{Al}_{0.06}$ ($x=0.005\sim 0.03$) alloys with γ -iron precipitates of various mean diameter are investigated. The magnetic moment always increases by cold-rolling. The coercive force of specimens with smaller particles ($\bar{R}\sim 90\text{Å}$) remains unchanged, with medium size particles ($\bar{R}\sim 190\text{Å}$) increases, and with larger particles ($\bar{R}\geq 450\text{Å}$) decreases. Taking into account the observed results by transmission electron-microscopy, it is concluded that (1) the smaller particles are split up by glide dislocations and transform to α -phase (2) the medium size particles transform to α and grow preferentially along the rolling direction (3) and the larger particles transform to α with deformation twins.

1. 序 文

銅希薄鉄合金系は母相に整合な fcc 構造の r 鉄粒子を析出し^{1)~3)}, 析出した r 鉄粒子は低温で反強磁性^{4), 5)}, 室温では常磁性である。析出 r 鉄粒子は冷間加工によってマルテンサイト型の変態を生じ, bcc 構造の強磁性 α 鉄粒子となる^{1), 2)}。冷間加工の効果について, Boltax は粒径 15Å 程度の整合 r 鉄粒子は異常電子散乱を生ずる程度まで細分化されるとし⁶⁾, Saji らは粒径 100Å 以上の整合 r 鉄粒子は強磁性体に変態すること⁷⁾ を, また Kato らは粒径 $200\sim 2000\text{Å}$ の整合 r 鉄粒子は層状の変形双晶をともなう $r\rightarrow\alpha$ 変態すること⁸⁾ を報告している。

銅希薄鉄合金系に第三元素を添加した合金系に関する報告はほとんどない。第三元素を添加することによって, 鉄の固溶状態, クラスタリング, 偏析及び析出過程, 析出粒子の構造あるいは析出 r 鉄粒子に対する冷間加工の効果等を制御することによって新たな現象あるいは現象の本質的理解の手がかりを得る可能性がある。著者らは銅希薄鉄合金にアルミニウムを添加した合金系 $(\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x)_{0.94}\text{Al}_{0.06}$ について系統的研究を行い種々の興味ある現象を見出している。本論文では鉄濃度と熱処理によって, 平均析出粒径 44Å から 670Å に至る種々の試料を作製し, 粒径に依存した冷間加工の効果について磁気測定及び透過電子顕微鏡観察によって調べた結果を報告する。

2. 実 験

2.1 試料の作製

99.99%無酸素銅と99.9%電解鉄をアルゴンアーク溶解及び強冷間圧延し Cu-10wt.% Fe 母合金を作製し、母合金、99.8% Al および無酸素銅を同様に溶解し、 $(\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x)_{0.94}\text{Al}_{0.06}$ ($x = 0.005 \sim 0.03$) 合金系を作製した。銅に対する鉄濃度 x が0.005, 0.01, 0.015, 0.02, 0.025 及び0.03である試料を以下それぞれA0.5, A1, A1.5, A2, A2.5及びA3 と呼ぶ(AはAlを意味し、数値は銅に対する鉄の at.%を意味する)。

これらのボタン状合金を厚さ約1 mm に冷間圧延し、真空中で $1000^\circ\text{C} \times 24$ 時間の焼鈍を行い、石英管に封入状態で水焼入れを行った。一部試料はさらに $700^\circ\text{C} \times 24$ 時間あるいは $700^\circ\text{C} \times 48$ 時間真空中で時効した。焼入れ試料及び時効試料は種々冷間圧延し、直径約5 mm の円板状に切出して振動試料型磁力計用試料とし、直径3 mm の円板に打抜き電子顕微鏡用試料とした。電子顕微鏡観察用試料は、リン酸250cc, エチルアルコール250cc, 蒸留水500cc, プロピルアルコール50cc, 尿素5 g の電解液を用い、電圧10V, 電流190mA でジェット法による研磨、微小穴あけを行い、さらに硝酸1, メタノール2の割合の混合液を液体窒素で冷却し、電圧15V で仕上げ研磨し、蒸留水, メタノールによる洗浄, 乾燥を行って作製した。

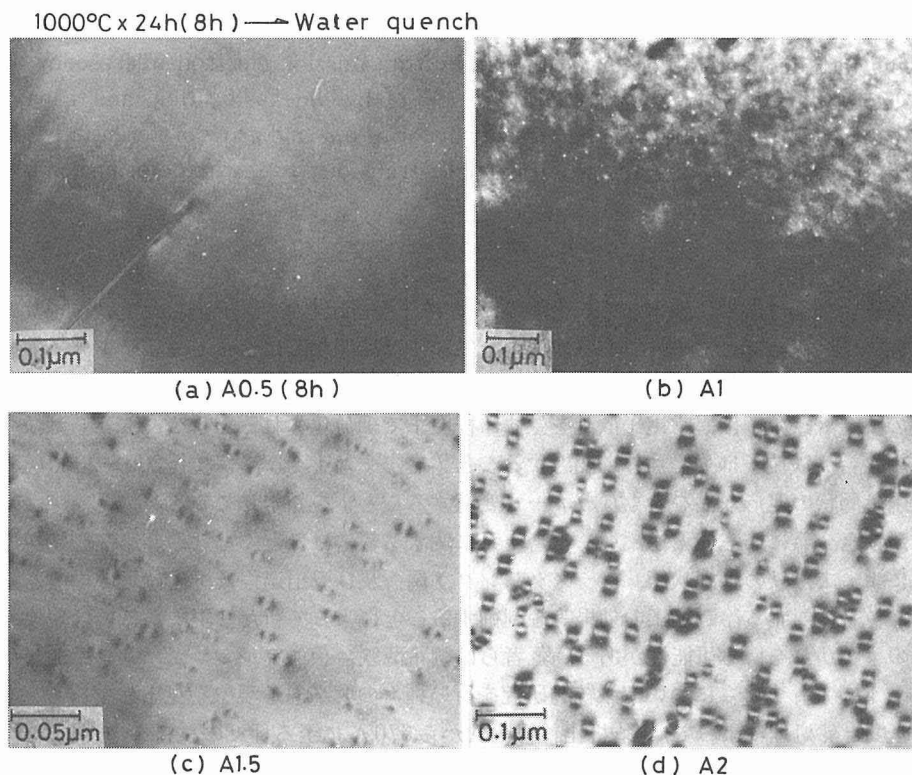


Fig. 1 Electron micrographs of $(\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x)_{0.94}\text{Al}_{0.06}$ annealed for 24hrs at 1000°C and quenched into water.
(a) A0.5 ($x = 0.005$), (b) A1 ($x = 0.01$), (c) A1.5 ($x = 0.015$), (d) A2 ($x = 0.02$).

2.2 実験方法

種々の圧延率に冷間圧延した焼入れ及び時効試料の磁気モーメントと保磁力を室温において振動試料型磁力計を用いて測定した。加えられた最大磁場は 5.3 K Oe であった。磁気モーメントより析出粒子の磁性と結晶構造及び強磁性粒子の析出量を、また保磁力より析出粒子の大きさ、形状及び内部構造を推定した。試料の組織及び析出粒子の大きさ、形状と構造ならびに結晶構造を直接調べるために 200KV 透過電子顕微鏡観察と電子回析を行った。

3. 実験結果

3.1 焼入れ及び時効

1000°C×24時間の焼鈍後水焼入れした試料（以下焼入れ試料と呼ぶ）の透過電子顕微鏡写真を Fig.1 に示す。析出速度は速く、A1 試料（ $x=0.01$ ）以上の鉄濃度試料に析出粒子が観察され。その特徴は Cu-Fe 合金³⁾及び Cu-Co 合金^{9), 10)}と同様である。A1.5 以上の鉄濃度試料では析出粒子は fcc 構造の母相に整合な球状粒子特有の整合ひずみコントラスト^{9), 10)}を提し、A1 試料では母相とはコントラストを異にする点状の析出粒子が観察される。注意してみると A0.5 試料にも点状のものが認められることがある。

焼入れ後700°C×24時間の時効を施した試料の電子顕微鏡写真を Fig.2 に示す。焼入れ試料と比較し、析出粒子径は大きく、粒子密度は低くなっており、時効中オストワルド成長が進行した

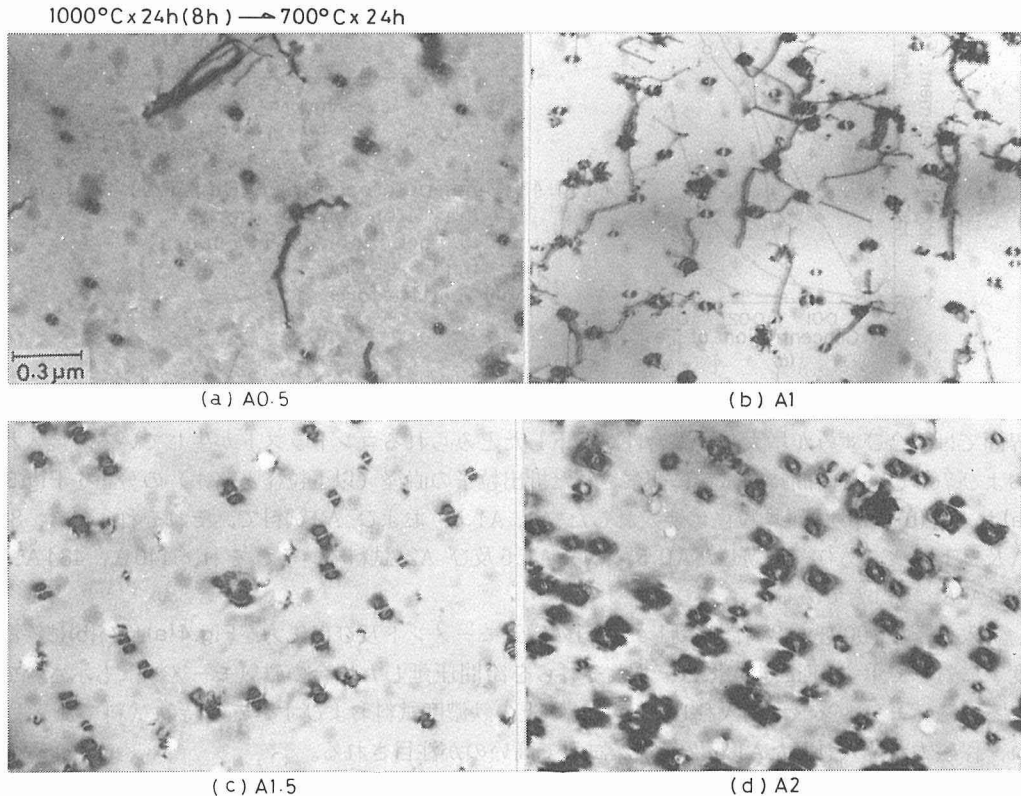


Fig. 2 Electron micrographs of $(\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x)_{0.94}\text{Al}_{0.06}$ aged for 24hrs at 700°C after quenching.

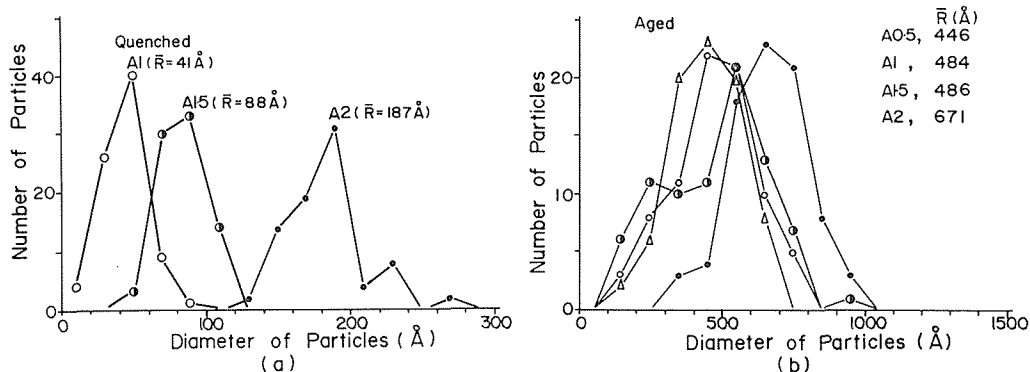
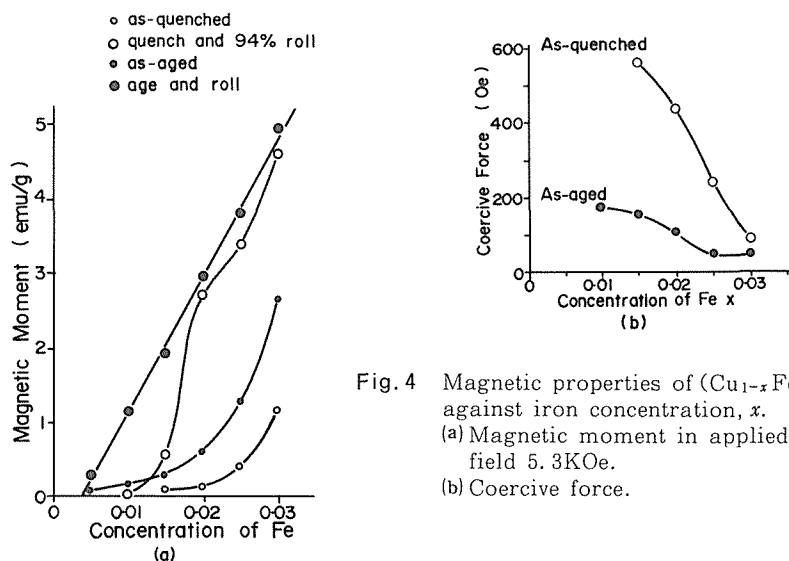


Fig. 3 Distribution of diameter of precipitates.

(a) Annealed for 24hrs at 1000°C and quenched into water.

(b) Aged for 24hrs at 700°C after quenching.

Fig. 4 Magnetic properties of $(\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x)_{0.94}\text{Al}_{0.06}$ against iron concentration, x .

(a) Magnetic moment in applied field 5.3 KOe.

(b) Coercive force.

と推定される。Fig. 2 に観察される析出粒子は整合な析出粒子の特徴を示し、大きな析出粒子の界面では整合ひずみが増大し、整合性が低下したとみられるコントラストが生じている。焼入れおよび 700°C×24 時間時効試料に観察された析出粒子の直径（以下粒径と略す）の分布を Fig. 3 (a) および (b) に示す。平均粒径は焼入れした A1, A1.5, および A2 試料で、それぞれ、41 Å, 88 Å 及び 187 Å であり、時効した A0.5, A1, A1.5 及び A2 試料で、それぞれ、446 Å, 484 Å, 486 Å 及び 671 Å である。

焼入れ及び 700°C×48 時間時効した試料の磁気モーメント及び保磁力を Fig. 4 (a) 及び (b) に鉄濃度 x に対して示す。Fig. 4 (a) には、またそれらを冷間圧延した場合の磁気モーメントも示されている。磁気モーメントは焼入れした A1.5 以上の鉄濃度試料およびすべての時効試料で測定され、保磁力が焼入れした A1.5 及び A2 試料で高いのが注目される。

3.2 冷間圧延

焼入れ試料及び 700°C×48 時間時効試料を冷間圧延した場合の磁気モーメントを Fig. 5 (a) 及び (b) に圧延率に対して示す。時効試料ではいずれも圧延とともに磁気モーメントが急増し、圧延率

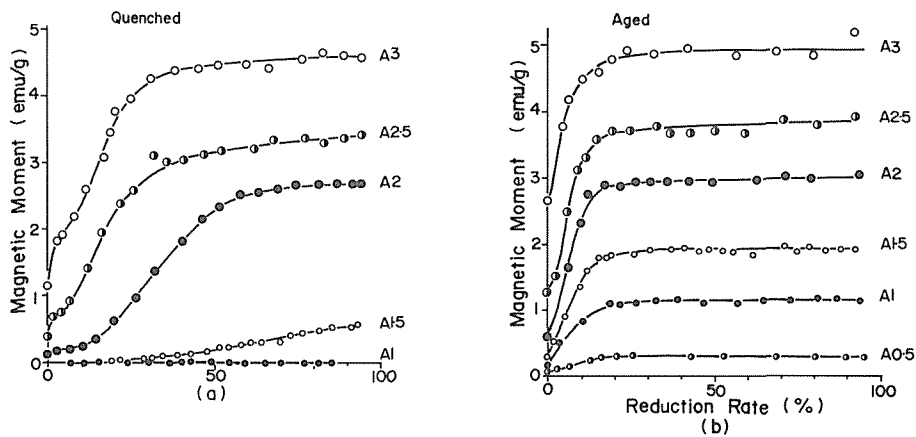


Fig. 5 Magnetic moment in field 5.3KOe against reduction rate.
(a) Cold rolled after quenching. (b) Cold rolled after aging for 48hrs at 700°C.

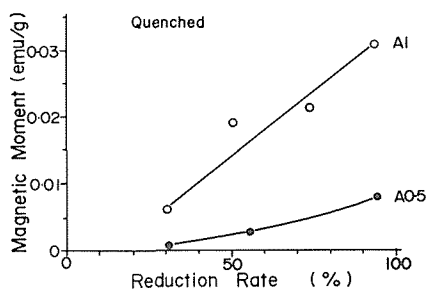


Fig. 6 Magnetic moment of A0.5 ($x=0.005$) and A1 ($x=0.01$) specimens in field 5.3KOe against reduction rate.

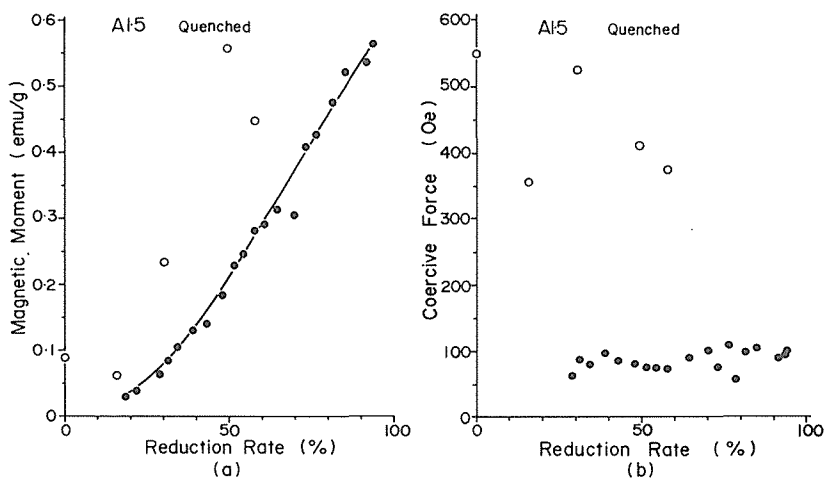


Fig. 7 Magnetic properties of cold-rolled A1.5 ($x=0.015$) specimens after quenching against reduction rate.
(a) Magnetic moment in field 5.3KOe, (b) Coercive force.

20%以下で飽和し, 20%以上では一定値となっている。これに対し, 焼入れ試料では鉄濃度に応じて磁気モーメントの圧延率に対するふるまいは異なる。これらの特徴を明らかにするため, 小さな磁気モーメントの A0.5, A1 試料については量を多くして測定した結果を Fig.6 に, また A1.5 試料については保磁力とともに Fig.7 に示す。Fig.7 で黒丸は焼入れ直後に圧延し測定したもの白丸は室温で時効されたと思われるものである。Fig.4 (a)には約94%冷間圧延した焼入れ試料及び30%以上圧延した700°C×48時間時効試料の平均磁気モーメントを鉄濃度 x に対して示す。飽和傾向を示す A2 以上の鉄濃度の焼入れ試料では時効試料に近い磁気モーメントを示し, 析出が完了近くまで進行していることを示している。鉄濃度に対する冷間圧延した時効試料の磁気モーメントを直線で最小自乗近似した場合, 直線が濃度 x 軸を切る点は0.0038, 合金全体に対する鉄濃度 $0.94x$ にして0.0036 となり, Cu-Fe 合金の700°Cにおける鉄の平衡濃度0.0035 に測定誤差内で一致する。

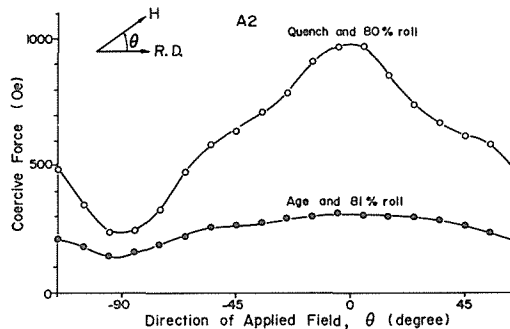


Fig. 8 Coercive force of about 80% cold-rolled A2 ($x = 0.02$) specimens against θ , angle between applied field direction and rolling direction, after quenching or aging for 24hrs at 700°C.

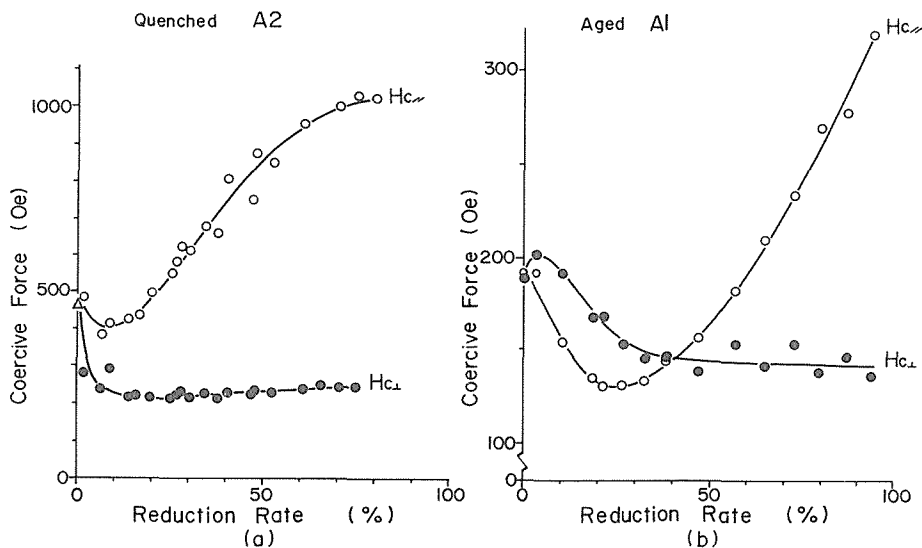


Fig. 9 Coercive force of cold-rolled specimens against reduction rate. $H_{c||}$ and $H_{c\perp}$ are coercive force in applied field parallel to and normal to rolling direction. (a) Cold-rolled A2 specimens after quenching, (b) Cold-rolled A1 specimens after aging for 48hrs at 700°C.

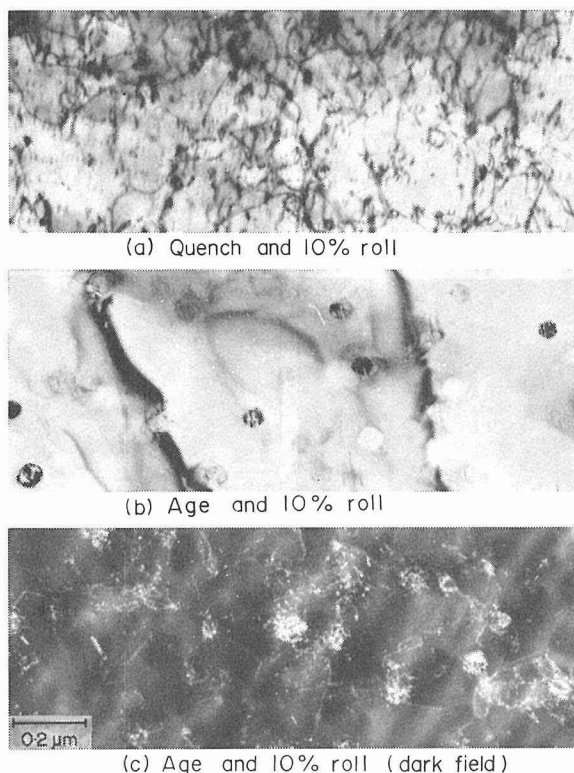


Fig.10 Electron micrographs of 10% cold-rolled A2 ($x=0.02$) specimens.
(a) after quenching, (b) and (c) after aging for 24hrs at 700°C.

焼入れ及び700°C×24時間時効した A2 試料を80%冷間圧延し、圧延方向を規準に角度 θ の方向から磁場を印加し、 θ 方向の保磁力を測定し θ に対して示したのが Fig.8 である。両試料とも保磁力は圧延方向で最大、それに垂直方向で最小となり、圧延方向を容易軸とする一軸異方性を示している。Fig.9(a)及び(b)は、焼入れ A2 試料及び700°C×48時間時効 A1 試料の圧延方向及びそれに垂直方向の保磁力を圧延率に対して示したものである。焼入れ試料では、保磁力は圧延率10%程度まで低下するが、それ以上の圧延率で、圧延方向では次第に急増し強圧延で 1000 Oe 以上となり、垂直方向では 200~250 Oe でほぼ一定となる。時効試料では、保磁力は圧延方向で圧延率25%程度まで減少しそれ以上で次第に増加し、94%で 310 Oe となり、垂直方向では 35%程度まで減少し、それ以上で 120~130 Oe で一定となる。焼入れ試料では常に垂直方向よりも圧延方向の保磁力が高いのに対し、時効試料では約40%以下の圧延率で逆に圧延方向よりも垂直方向で保磁力が高くなっており40%以上で逆転して圧延方向の保磁力が高くなる。

冷間圧延10%を施した焼入れ及び700°C×24時間時効 A2 試料の電子顕微鏡写真を Fig.10(a)及び(b),(c)に示す。焼入れ試料では析出粒子の大半は整合ひずみによるコントラストが保持され、判然とはしないが転位附近に非整合 α 鉄粒子と思われる黒い粒子状のものが一部認められる。一方、時効試料では10%の圧延によって析出粒子界面周辺の整合ひずみによるコントラストは消失し、内部に細かな層状の構造をもつ多くの析出粒子と一部に黒色の析出粒子が観察される。また10%圧延した時効試料の暗視野像 Fig.10(c)には析出粒子界面附近から周辺に伸びる転位が観察される。強冷間圧延した焼入れ試料の電子顕微鏡写真を Fig.11(a)~(d)に示す。A 1.5 以上の鉄

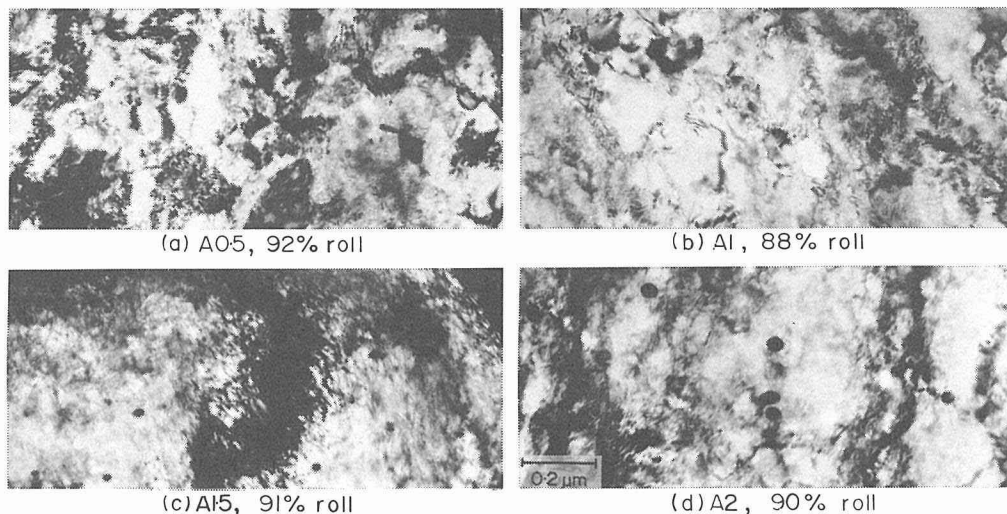


Fig.11 Electron micrographs of about 90% cold-rolled specimens after quenching. (a) A0.5 ($x = 0.005$), 92% cold-rolled. (b) A1 ($x = 0.01$), 88% cold-rolled. (c) A1.5 ($x = 0.015$), 91% cold-rolled. (d) A2 ($x = 0.02$), 90% cold-rolled.

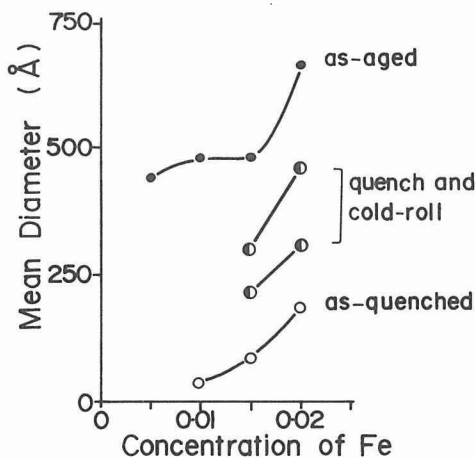


Fig.12 Mean diameter of precipitates against iron concentration, x . Mean diameter of major and minor axis of ellipsoidal particles in 90% cold-rolled specimens after quenching are plotted. Also, mean diameter of spherical particles in as-quenched and as-aged specimens are shown.

濃度試料に楕円体状に伸びた黒色の非整合な析出粒子が観察される。一方、強冷間圧延した試料の電子回折像には格子定数 $a = 2.86 \text{ \AA}$, bcc 構造に相当する回折が確認され、Fig.11(c), (d)に観察される非整合な析出粒子が α 鉄であることが確認された。写真上での長径と短径を測定し、それらの平均を Fig.12に示す。Fig.12には焼入れ及び $700^\circ\text{C} \times 24$ 時間時効のみの試料の平均析出粒径も同時に示されている。

4. 考 察

4.1 冷間圧延の効果

(i) 時効試料 平均析出粒径が約 $450 \text{ \AA}$ 以上の時効試料 (48 時間時効試料の平均析出粒径は、オストワルド成長するとして、24 時間時効試料の 1.26 倍程度と推定される) では、20% 以下の圧延によって、Cu-Fe 合金と同様^{1), 2)}、析出粒子のほとんどが応力誘起変態し、室温で常磁性で

ある γ 鉄が α 鉄となるとして Fig. 5 (b) の圧延による磁気モーメントの増加は説明されよう。さらに Fig. 9 (b) に観察される層状構造と Fig. 8 (b) にみられる 20~30% 以下での保磁力の減少は、Cu-Fe 合金と同様⁸⁾、時効試料における析出粒子の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が変形双晶をともなうことを示している。このような層状構造のスピンの配列を厳密に決定することは困難と思われるが、定性的には次のように考えることができる。スピンのいずれの $\langle 100 \rangle$ 磁化容易方向を向いても薄層（厚さ 35 Å 程度）界面には磁極を生じ非常に高い静磁エネルギーが発生すること、薄層による結晶磁気異方性エネルギーの低下および交換エネルギーをも考慮すれば（厳密には磁気弾性エネルギーも考慮されなければならない）、析出粒子が層状の多結晶からなるにもかかわらず、全体として異方性エネルギーの低い方向に並び、あたかも異方性エネルギーの小くなった単結晶におけるようにふるまうと予想される。各薄層の形状異方性を考慮すれば、異方性エネルギーは薄層平面に平行でかつ結晶磁気異方性エネルギーが最小となる方向で最小となるだろう。圧延率 40% 以下の時効試料では圧延方向よりも垂直方向で保磁力が高い (Fig. 9 (b)) ことは、薄層平面が圧延方向と垂直に近い方向にあるとして説明され、40% 以上の圧延で圧延方向の保磁力が高くなることは粒径が大きいことによる圧延によって析出粒子が圧延方向に伸び、粒子全体としての形状異方性が薄層面内の異方性を凌駕することによって説明されよう。一方、層状構造が γ 鉄の一部が層状に α 鉄に変態したものであるとすると、薄層の形状異方性が直接影響し、薄層に垂直方向で保磁力は極端に小さく、薄層面に平行な方向では単磁区粒子と同程度の高い保磁力が予想され実験結果とは矛盾する。

(ii) 焼入れ試料 平均析出粒径 88 Å の A1.5 以下の鉄濃度試料では、約 30% 以上の圧延率で磁気モーメントは直線的に増加し (Fig. 6, 7), 強冷間圧延においても飽和傾向は全くみられない。A1.5 試料では磁気モーメントが直線的に増加し (Fig. 7 (a)), 圧延率 30% 以上で、保磁力は 100 Oe 以下ではほぼ一定値を示す (Fig. 7 (b))。保磁力が一定ということは、より高い圧延によって磁気モーメントの増加に寄与する新たに発生した強磁性粒子はそれ以下の圧延率で生じた既存の強磁性粒子と同様の大きさや形状のものであり、既存の強磁性粒子も圧延によって大きさ、形状があまり変形を受けないことを意味している。このような現象を生じる機構として考えられることは、変形中、整合な析出粒子を横断するすべり帯が活動し、多数の転位が整合な析出粒子を横断し細分化すると同時に、整合な析出粒子は加えられた応力と転位の応力場の作用によって $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態する。粒径がある臨界値以下で小さな場合、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態にともなう歪エネルギーは小さく双晶をともなうことはなく、また変態した α 鉄粒子は非整合かつ粒径が小さいため、変形中あまり影響を受けることなく、試料中を移動すると予想される。Fig. 10 (a) から 100 Å 以下の析出粒子を多数の転位が横断する確率は、圧延率 10% 程度では小さく、不均一な多くのすべり帯が作用し始める圧延率 30% 以上で一定の確率に達するものと予想される。Cu-Fe 合金系

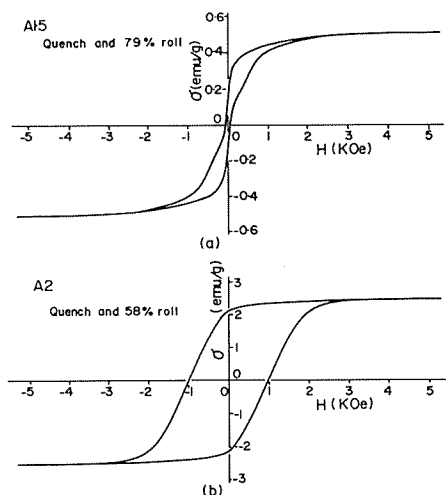


Fig. 13 Hysteresis loops of cold-rolled specimens (a) 79% cold-rolled A1.5 ($x=0.015$) specimen after quenching, (b) 58% cold-rolled A2 ($x=0.02$) specimen after quenching.

等でも整合な析出粒子の細分化が考えられている^{6), 11), 12)}。冷間圧延した A1.5 試料の履歴曲線は Fig.13(a) に示すように上昇磁場に対する磁気モーメントの増加の仕方は独特で、高磁場における磁気モーメントは小さく角形に近い。この独特の履歴曲線形状と低い保磁力は細分化され半球状となった α 鉄粒子によるものとも考えることができよう。

平均析出粒径 187 Å の A2 以上の鉄濃度試料では圧延によって磁気モーメントは急増し、高い圧延率で飽和傾向を示す (Fig. 5 (a))。圧延率 10% 以下で A2 試料に保磁力の減少が認められ (Fig. 9 (a))、圧延率 20% 以下での磁気モーメントの増加は時効試料との対応から、大部分が双晶をとまう $\tau \rightarrow \alpha$ 変態した α 鉄の量に対応するだろう。この量は A2 試料では少く、A2.5 以上の鉄濃度試料で大きい (Fig. 5 (a))。A2 試料では圧延率 20% から 60% にかけて磁気モーメントと保磁力が同時に急増している。これは圧延率 20~60% における時効試料あるいは焼入れ A1.5 試料の磁気モーメント及び保磁力のふるまいとは対照的である。したがって、圧延率 20~60% における焼入れ A2 試料の磁気モーメントと保磁力の増加は変形双晶及び析出粒子の細分化をとまうものではないと推定される。強冷間圧延した A2 試料の高い一軸異方性 (Fig. 8) を考慮し、透過電子顕微鏡で観察される析出粒子 (Fig. 11(a)) は圧延方向に長軸をもつ回転楕円体とする。長径を $2l_1$ 短径を $2l_2$ とすると形状比 $k = l_1 / l_2$ を用いて、長軸方向及び短軸方向の反磁界係数 N_1 及び N_2 は

$$N_1 = \frac{4\pi}{k^2 - 1} \left[\frac{k}{\sqrt{k^2 - 1}} \ln (k + \sqrt{k^2 - 1}) - 1 \right] \quad (1)$$

$$N_2 = (4\pi - N_1) / 2 \quad (2)$$

と表現される¹³⁾。この形状-軸異方性による単磁区粒子の長径方向の磁場に対する保磁力 $H_{C//}$ は

$$H_{C//} = I_s (N_2 - N_1)$$

と表現される¹⁴⁾。ここで、 I_s は飽和磁化、 α 鉄で $I_s = 1720$ Gauss である。90% 冷間圧延した A2 焼入れ試料の各析出粒子につき形状比より反磁界係数をもとめ、その平均をとると、 $N_1 = 3.68$, $N_2 = 4.44$ となり、式(3)より $H_{C//} \sim 1300$ Oe を得る。これは実験値とよく対応している。強圧延した A2 焼入れ試料は、圧延方向の磁場中で角形が傾斜した履歴曲線を示し、高磁場での磁気モーメントの増加はわずかである (Fig. 13(b))。高磁場での磁気モーメントの増加が少いことは、この履歴曲線が主に圧延方向を容易軸とする一軸異方性の単磁区粒子の履歴曲線から、粒径と形状比の分布に従って構成されていると解釈することができる。磁場に対する履歴曲線の微分曲線は各磁場で磁気モーメントが反転する単磁区粒子の分布密度を表現しているとすれば、Fig. 13(b) の履歴曲線を構成している単磁区粒子は、履歴曲線上の保磁力をもつ析出粒子を最大密度に、おおよそ 100~2000 Oe の保磁力をもつ粒子にわたって分布している。電子顕微鏡で観察される楕円体状の α 鉄粒子は保磁力をも妥当に説明するが、観察される α 鉄粒子の密度は焼入れ試料の整合な析出粒子の密度に比較し非常に低くなっているようにみえる。整合な析出粒子は一つの結晶粒内ですべて同一のブラッグ条件を満たし観察できるのに対し、加工組織中の非整合な析出粒子はそれぞれ方位が異なり同一の観察条件下になく、偶然ブラッグの条件を満たす α 鉄粒子のみが観察されることを考慮すれば実際の α 鉄粒子の密度は一つの条件下で観察される密度よりはるかに高くなると予想される。

焼入れ A2 試料の整合な析出粒子の体積に比較して、強冷間圧延された後に観察される α 鉄析

出粒子の体積は回転楕円体として7倍程度に増大している。圧延による体積、磁気モーメント及び保磁力の増加を矛盾なく単純明快に説明するモデルは、圧延中 α 鉄粒子が圧延方向を優先方向として成長するというモデルである。このモデルを構成する機構の詳細は明らかではない。焼入れA1.5試料においても、焼入れA2試料と同様に冷間圧延によって楕円体状に伸びた析出粒子が観察され(Fig.11(c))、高い保磁力を示す場合があり(Fig.7(b))、その磁気モーメントは保磁力の低い場合に比較的大きくはなっているがA2焼入れ試料に比較すれば非常に小さい。これらのことはA1.5焼入れ試料の整合析出粒子の平均粒径 88Å は圧延によって高い保磁力の α 鉄粒子となるか低い一定の保磁力の α 鉄粒子となるかの臨界値に近いことを示している。

4.2 焼入れ及び時効試料中の α 鉄の状態

A1.5 ($x = 0.015$) 以上の鉄濃度の焼入れ試料及びすべての時効試料で磁気モーメントと保磁力が測定されている(Fig. 4)。保磁力は鉄濃度および磁気モーメントの増加とともに減少する傾向にあり焼入れ試料ではA1.5の560 Oeから、A3の88 Oeへと減少し、時効試料ではA0.5の180 OeからA2.5の50 Oeへと減少し、A2.5以上の鉄濃度試料で飽和する傾向にある。球状の α 鉄単磁区粒子の保磁力 H_c は磁化容易方向で最大 $2K_1/I_s$ となる。 K_1 は結晶磁気異方性定数、 α 鉄で $K_1 = 4.8 \times 10^5 \text{ erg/cc}$ である。 α 鉄で $H_c \sim 560 \text{ Oe}$ となる。単磁区粒子の方位が無秩序である場合、 H_c は360 Oe程度に減少する。従って560 Oeという高い保磁力の値は形状異方性による単磁区粒子によるものと推定される。鉄濃度の増加とともに焼入れ試料の保磁力が減少するのは粒径分布が大きい方に移り、多磁区粒子の部分が多くなるためと思われる。焼入れ試料より時効試料で磁気モーメントが増加し、保磁力が減少しているのは明らかに析出粒子がオストワルド成長し γ 鉄より α 鉄への変態が生じたことによるだろう。鉄濃度の低い焼入れ試料で高い保磁力を示す析出粒子は単磁区粒子程度の大きさであり粒界近傍など α 鉄の存在にとって好ましい特殊な環境下で水焼入れ中 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態したかあるいは高温から維持されたものと推定される。Cu-Fe合金系^{(8), (15), (16)}に比較し、アルミニウムを添加したCu-Fe合金系($\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x$)_{0.94} Al_{0.06}では α 鉄析出粒子が容易に発生するといえる。

5. 結 論

銅希薄鉄合金系にアルミニウムを添加した合金系($\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_x$)_{0.94} Al_{0.06} ($x = 0.005 \sim 0.03$) について γ 鉄析出粒子に対する冷間圧延の効果を、析出粒子の粒径に着目して、振動試料型磁力計による磁気測定及び透過電子顕微鏡観察によって調べた結果

- (1) 焼入れ及び時効によって、平均析出粒径 44Å から 670Å に至る整合 γ 鉄粒子を含む種々の試料が得られた。
- (2) 平均析出粒径 88Å の整合 γ 鉄粒子を含む試料では、圧延率30%以上で圧延の増加とともに磁気モーメントは直線的に増加するのに対し、保磁力は100 Oe程度で一定にとどまる。履歴曲線も考慮すれば、整合 γ 鉄粒子はすべり転位による細分化と双晶をともなわない $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を生じているとみられる。
- (3) 平均析出粒径が 450Å 以上の整合 γ 鉄粒子を含む試料では、圧延率20%以下で磁気モーメントは急増し飽和するのに対し、保磁力は低下し、圧延率20%以上で磁気モーメントは一定値にとどまり圧延方向の保磁力が次第に大きく増加する。圧延率10%の試料に層状構造をもつ析出粒子が観察され、圧延率20%以下で変形双晶をともなう $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が生じていると結論される。
- (4) 平均析出粒径 187Å の整合 γ 鉄粒子を含む試料では、圧延率20~60%で磁気モーメント、保

磁力ともに急増し、90%圧延試料に圧延前の整合粒子に比較し、7倍程度の体積をもつ楕円体状の α 鉄粒子が観察される。圧延中、圧延方向を優先方向とする α 鉄の成長が生ずるというモデルはこれらの現象を矛盾なく単純に説明する。

本報告を終るにあたり、大変忙がしいなか労を惜しまず時間をさいて議論をしていただいた精密工学科教授 桐谷道雄氏、おりにふれて磁性について議論していただいた北海道大学名誉教授 中江 仁氏、電子工学科助教授 佐藤正義氏、電子顕微鏡操作について超高圧電子顕微鏡研究室 望月 進氏、陰に陽に御支援いただいた研究室の皆様にご心から謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) Bitter, F. and Kaufmann, A. R.: Phys. Rev., **56** (1939), 1044.
- 2) Smith, C. S.: Phys. Rev., **57** (1940), 337.
- 3) 松浦圭助, 北村真, 渡辺勝也: 日本金属学会誌, **41** (1977), 1285.
- 4) Abrahams, S. C.: Phys. Rev., **127** (1962), 2052.
- 5) Gonser, U., Meechan, C. J., Muir, A. H. and Wiedersich, H.: J. Appl. Phys., **34** (1963), 2373.
- 6) Boltax, A.: AIME Trans., **224** (1962), 281.
- 7) Saji, S., Mori, S. and Mima, G.: Trans. JIM, **14** (1973), 82.
- 8) Kato, M., Monzen, R. and Mori, T.: Acta Met., **26** (1978), 605.
- 9) Phillips, V. A. and Livingston, J. D.: Phil. Mag., **7** (1962), 969.
- 10) Ashby, M. F. and Brown, L. M.: Phil. Mag., **8** (1963), 1083, 1649.
- 11) Mitui, J.: J. Phys. Soc. Japan, **15** (1960), 929.
- 12) Weil, J.: J. Phys. Radium, **20** (1959), 218.
- 13) Osborn, J. A.: Phys. Rev., **67** (1945), 351.
- 14) Kittel, C.: Rev. Mod. Phys., **21** (1949), 541.
- 15) Denney, J. M.: Acta Met., **4** (1956), 586.
- 16) Newkirk, J. B.: AIME Trans., **209** (1957), 1214.