

鉄バナジウム系ナノクリスタル磁性材料における磁気特性の組成依存性及び温度変化

日大生産工(院) ○紺野 啓太 日大生産工 矢澤 翔大 工藤 祐輔
東静工業(株) 佐久間 穂崇 渡邊 洋

1. はじめに

近年、電気自動車、電子機器などに搭載されている磁性部品で使用される周波数帯が高周波化しつつある。しかし、高周波で使用することにより軟磁性材料の透磁率の低下、磁心損失の増加が問題になる。そこで、結晶磁気異方性が小さく、磁歪が限りなく 0 であり、高周波で優れた磁気特性を有するナノクリスタル磁性材料に注目が集まっている。

ナノクリスタル磁性材料とは、結晶磁気異方性 K が大きな磁性材料であっても、結晶粒をナノサイズに微細化することで優れた軟磁気特性を発現する材料である⁽¹⁾。

代表的な材料に Fe-Si-B-Nb-Cu 系合金薄帯「ファインメット」がある⁽²⁾。ファインメットの特徴として、主相が bccFe に Si が固溶しており、結晶粒径は 20 nm 以下になる。1 kHz の透磁率は 20000 以上⁽²⁾を示すなど優れた高周波磁気特性を有している。

ファインメット以外にも Fe に固溶する Al を添加した Fe-Al-Si-Nb-B 系ナノクリスタル磁性材料がある⁽³⁾。特徴として、主相は beeFe に Al と Si が固溶したセンダスト系合金になり、結晶粒径は 20 nm 以下になる。100 kHz の透磁率は 15000 以上⁽³⁾を示し優れた磁気特性を有している。しかし、磁歪が 0 になる組成領域と透磁率が最大を示す組成領域は一致しなかった⁽³⁾。

本研究では、Al 以外の Fe に固溶する元素 V を添加することで磁歪と結晶磁気異方性が共に小さくなり良好な磁気特性が得られる組成があるか検討した。Fe-V-Si-B-Cu ナノクリスタル磁性材料の結晶構造および磁気特性の組成依存性について幅広く検討した。

2. 実験方法

今回、液体急冷法を用いて幅約 1 mm、板厚約 20~

25 μm の $\text{Fe}_{(90-X-Y)}\text{-V}_X\text{-Si}_Y\text{-B}_9\text{-Cu}_1$ (at%) ($X=2,4,6,8$) ($Y=14,16,18,20$) 組成のリボンを作製した。試料は外径約 17 mm、内径約 15 mm、高さ約 1 mm のトロイダルコア状に形成した。大気雰囲気、無磁場、第一結晶化温度以上、保持時間 30 分で熱処理を行い、ナノ結晶合金を作製した。

作製した全ての組成において 100 kHz の比透磁率が最も高くなった熱処理温度を最適熱処理温度とした。

構造解析を X 線回折(X-ray Diffraction :XRD)で測定した。透磁率測定をインピーダンスアナライザーで測定した。

Fig.1 に今回作製した組成の三元図を示す。作製した組成比は $\text{Fe}_{(90-X-Y)}\text{-V}_X\text{-Si}_Y\text{-B}_9\text{-Cu}_1$ (at%) ($X=2,4,6,8$) ($Y=14,16,18,20$) である。V、Si を 2 at%ずつ増加させ、Fe に置換した材料である。左斜辺に V 添加量(at%)、右斜辺に Si 添加量(at%)、底辺に $\text{Fe}+\text{B}_9+\text{Cu}_1$ 添加量(at%)を示している。プロットは今回作製した組成を示している。

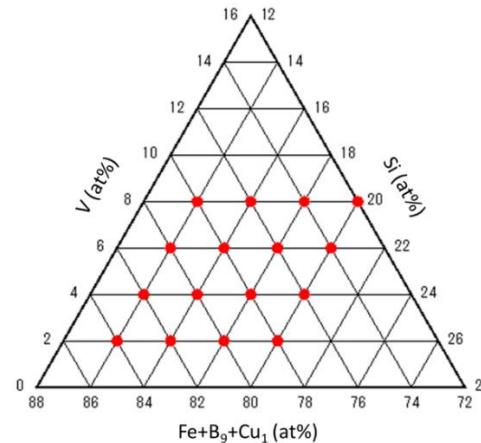


Fig.1 作製組成三元図

3. 実験結果

Fig.2 に $\text{Fe}_{70}\text{V}_{16}\text{Si}_{16}\text{B}_9\text{Cu}_1$ (at%)組成の As-cast、最適熱処理後の結晶構造を示す。縦軸にピーク強度、横軸に

Composition and Temperature Dependence of Magnetic Properties in Iron-Vanadium Nanocrystalline Magnetic Materials

Keita KONNO, Shota YAZAWA, Yusuke KUDO, Hotaka SAKUMA, Hiroshi WATANABE

2θ (deg)を示している。Fig.2 から As-cast の状態ではピークが析出されなかつことから、アモルファス構造が得られた。最適熱処理後の構造は bccFe の反射ピークが見られ、かつ低角側に DO3 の規則構造⁽⁵⁾が得られた。また、今回作製したすべての組成で As-cast はアモルファス構造、最適熱処理後は DO3 の規則構造が析出されることが明らかになった。

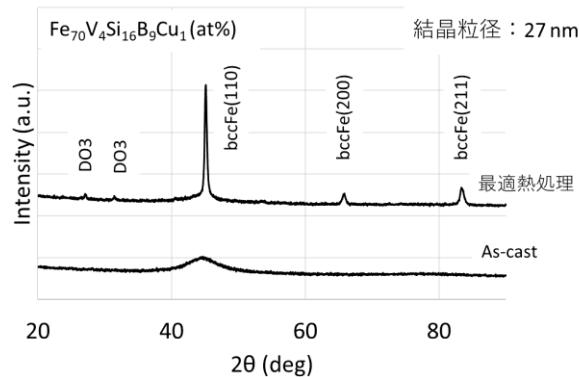


Fig.2 結晶構造

Fig.3 に結晶粒径における組成依存性を示す。左斜辺に V 添加量(at%)、右斜辺に Si 添加量(at%)、底辺に Fe+B₉+Cu₁ 添加量(at%)を示している。結晶粒径はXRD の 110 面の回析線幅の広がりから算出した。Fig.3 より広い領域で結晶粒径 30 nm 程度であることが明らかになった。

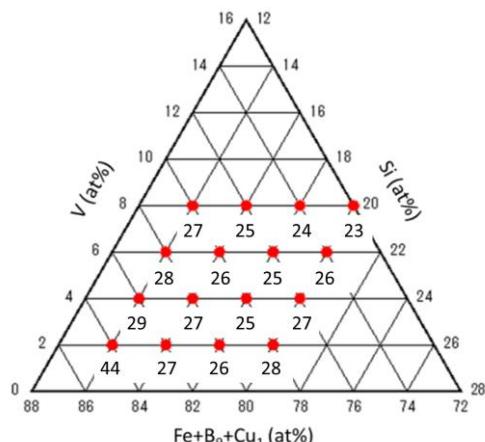


Fig.3 結晶粒径における組成依存性

Fig.4 に 0.4 A/m、100 kHz のときの比透磁率における組成依存性を示す。左斜辺に V 添加量(at%)、右斜辺に Si 添加量(at%)、底辺に Fe+B₉+Cu₁ 添加量(at%)を示している。Fig.4 より低 V 低 Si 領域では比透磁率が 500 程度だった。V、Si 添加量が増加するにつ

れて比透磁率が増加し、Fe₇₀V₄Si₁₆B₉Cu₁ (at%)の付近に比透磁率が 5000 程度の高い領域が得られた。V、Si 添加量がさらに増加すると比透磁率は減少し 1000 程度に低下する傾向を示した。

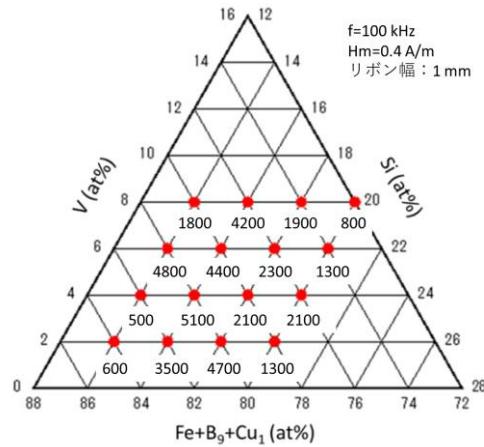


Fig.4 比透磁率における組成依存性

4.まとめ

本研究では、Fe-V-Si-B-Cu ナノクリスタル磁性材料の結晶構造および磁気特性の組成依存性について幅広く検討し、以下の結果が得られた。

作製したすべての組成で初期アモルファス構造が得られた。XRD より最適熱処理後の結晶構造は DO3 の規則構造が得られた。回析線幅の広がりから結晶粒径を算出した結果、広い領域で結晶粒径 30 nm 程度であることが得られた。

Fe₇₀V₄Si₁₆B₉Cu₁ (at%)の付近に 100 kHz の比透磁率が 5000 程度の高い領域が得られた。

参考文献

- (1) 高原良博：「Fe-Cu-Nb-Si-B 系アモルファス合金におけるナノ結晶組織の形成過程」 日本国金属学会誌第 63 卷第 3 号(1999) p.367-374
- (2) 吉沢克仁：「超微結晶軟磁性材料 「ファインメット」の開発」日本金属学会会報第 28 卷(1989)4 号
- (3) 渡邊洋：「Fe-Al-Si-Nb-B 微細結晶薄帯の軟磁気特性と構造」 日本応用磁気学会誌第 17 卷第 2 号(1993)p. 191-196
- (4) 高橋研：「最近の鉄系薄膜磁気ヘッド材料—センダスト合金を例として—」応用物理第 56 卷第 10 号(1987)p.1289-1306
- (5) 山口正治「B₂,DO₃ および L₂ 型金属間化合物の塑性」生産技術振興協会