Fe-Ni 基ナノ結晶合金における L10 型規則相の生成

東北大学金属材料研究所(現:大阪大学超高圧電子顕微鏡センター) 佐藤和久 東北大学金属材料研究所 Parmanand Sharma 張 岩 竹中佳生 牧野彰宏



Fig. 1 (a) Fe₄₂Ni_{41.3}Si_xB_{12-x}P₄Cu_{0.7}ナノ結晶合金(x=8 at%)の明視野 TEM 像と制限視野電子回折図形,
(b) STEM-EDX 元素マッピング像, (c) (d) (e) NBD 図形(合金組成と熱処理条件は本文参照).

鉄隕石中に含まれるL1₀型FeNi規則相は、希土類 元素を含まないことから、新しい永久磁石材料の候補 として注目を集めている.しかしながら,規則化には 天文学的な時効時間が必要とされ、バルク合金におい て熱処理による規則相形成例はない、最近に至り、著 者らは $Fe_{42}Ni_{41,3}Si_{x}B_{12-x}P_{4}Cu_{0,7}$ 急冷薄帯 (x = 2-8 at%)を熱処理したナノ結晶合金中に、L1₀型 FeNi 規 則相が形成されることを見出した⁽¹⁾. Fig. 1(a)にナ ノ結晶合金の透過電子顕微鏡(TEM)明視野像と制限 視野電子回折図形を示す.粒径 30 nm サイズの多結 晶組織が形成されていることがわかる. 走査透過電子 顕微鏡(STEM)を用いて、エネルギー分散 X 線分光 法(EDX)により元素マッピングを行ったところ、本 合金は組成の異なる3領域(Fe-rich 相, Ni-rich 相, 等比組成 Fe-Ni 相)から構成されていることが判明し た(Fig. 1(b)). 極細束電子線を走査しながらナノビ ーム電子回折(NBD)図形を観察した結果,L1₀型構 造に由来する規則格子反射が検出され、規則相の生成 を確認した. Fig. 1(c), (d), (e)に NBD 図形を示す

(プローブサイズ約 0.5 nm, 収束半角 3 mrad)⁽²⁾. 観 察試料の合金組成と熱処理条件,入射方位はそれぞ れ,(c) x=8 at%,673 K-1.04 Ms,[001]入射,(d) x=6 at%,773 K-3.6 ks,[110]入射,(e) x=4 at%, 813 K-3.6 ks,[001]入射である.また,Fig.1(c)に 示す NBD 図形は(b)の丸印で囲んだ領域から得た. いずれの NBD 図形も規則格子反射を含み,本合金の 規則-不規則変態温度は過去の文献値(593 K)より高 温であることを示している.短時間熱処理での規則相 形成は,アモルファスの結晶化に伴う高速拡散に起因 すると推察される.より詳細な観察結果は文献(2)を 参照されたい.

文 献

- (1) A. Makino, P. Sharma, K. Sato, A. Takeuchi, Y. Zhang and K. Takenaka: Scientific Reports, **5**(2015), 16627.
- (2) K. Sato, P. Sharma, Y. Zhang, K. Takenaka and A. Makino: AIP Advances, **6**(2016), 055218.

(2016年7月5日受理)[doi:10.2320/materia.55.596]

TEM specimen preparation: Ar ion milling

L1₀-type Ordered Phase Formation in Fe-Ni-based Nanocrystalline Alloys; Kazuhisa Sato^{*,**}, Parmanand Sharma^{*}, Yan Zhang^{*}, Kana Takenaka^{*} and Akihiro Makino^{*} (*Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai. **Present address: Research Center for Ultra-High Voltage Electron Microscopy, Osaka University, Ibaraki)

Keywords: scanning nanobeam electron diffraction, L10-FeNi, atomic ordering, permanent magnet

TEM utilized: JEOL JEM-ARM200F (200 kV, Cold-FEG)