

# ナノ結晶軟磁性合金 FeSiBPCu の XAFS による構造解析 Structural analysis of nanocrystalline soft magnetic alloy FeSiBPCu by XAFS

佐野世樹<sup>1,\*</sup>, 大野晃未<sup>1</sup>, 久保田健<sup>2</sup>, 宮永崇史<sup>1</sup>

<sup>1</sup> 弘前大理工, 〒036-8224 青森県弘前市文京町 3

<sup>2</sup> 北日本新エネ, 〒030-0813 青森県青森市松原 2 丁目 1-3

Toshiki Sano<sup>1,\*</sup>, Akimi Oono<sup>1</sup>, Takeshi Kubota<sup>2</sup>, Takafumi Miyanaga<sup>1</sup>

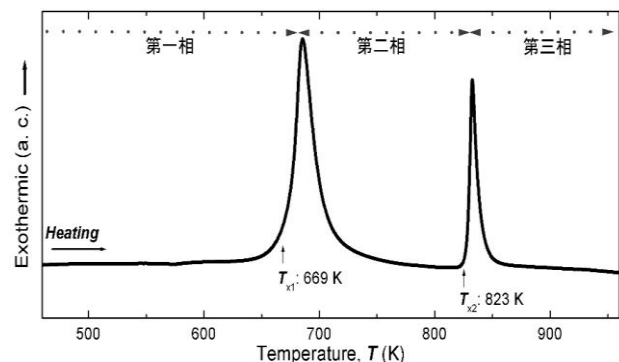
<sup>1</sup>Hirosaki Univ Science and technology, 3 Bunkyō-cho, Hirosaki, Aomori, 036-8561, Japan

<sup>2</sup>NJRISE, 1-3 Matsubara 2, Aomori 030-0813, Japan

## 1 はじめに

ナノ結晶軟磁性合金  $\text{Fe}_{83.3}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_4\text{Cu}_{0.7}$  の特徴として高透磁率、低磁心損失、高磁束密度などがあげられ、従来のケイ素鋼と同等の磁束密度を持つことから新しい磁性材料として期待されている。同時に、その超低磁心損失という特徴から省電力を通じて二酸化炭素の排出量の大幅な削減も期待できる。本試料の形成直後はアモルファス構造をしており、昇温することによって 675K 付近で一次相転移（第二相へ転移）を起こし、アモルファス Fe 基の一部が結晶化する。さらに 800K 付近で二次相転移（第三相へ転移）が起こり、完全に結晶化する。Fig.1 に DSC の結果を示す。一次相転移と二次相転移の間の第二相の軟磁性特性が優れている事は分かっているが、その詳細なメカニズムは明らかになっていない。しかし、合金を構成する元素の中でも Cu の存在が非常に重要であり、Cu の組成比を多少変えることにより相転移温度、結晶粒径、磁気特性等が変化することはこれまでの研究から分かっている。

これまで我々はアニール温度の違いによる局所構造を調べてきたが[2]、本研究では第二相におけるアニール時間によってどのような構造変化があるのかについて着目し、Cu 周辺の構造の XAFS 解析を行っ



た。  
Fig.1  $\text{Fe}_{83.3}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_4\text{Cu}_{0.7}$  の DSC (Differential scanning calorimetry) 測定結果[1]

## 2 実験

$\text{Fe}_{83.3}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_4\text{Cu}_{0.7}$  母合金は Ar 雰囲気中のアーク溶解で作製され、大気中で single-roller melt-spinning によってリボン状に急冷した。その後 693K、713K、733K でアニールされたものと、アニールを行わない as-spun 試料をそれぞれ透過法 XAFS に適した厚さに整形し、測定・解析した。それぞれの温度でアニールする時間が 10 分の試料と 60 分の試料を比較した。アニールするための昇温速度は 40K/min で行った。Cu の K-edge についての XAFS 測定は KEK-PF の BL12C で行い、19 素子 SSD による蛍光法で測定した。EXAFS の解析方法については、Athena & Artemis を用いて解析し、カーブフィットにより原子間距離を求めた[3]。

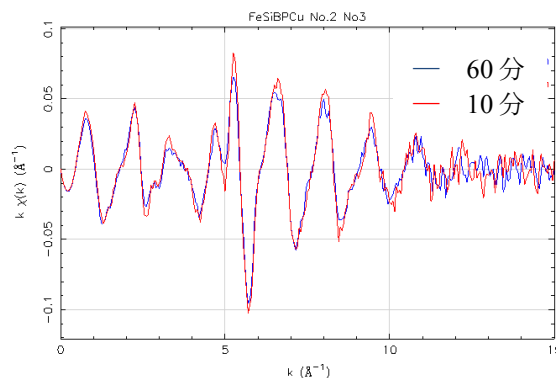


Fig.2 アニール温度 693K でのアニール時間 10 分と 60 分の Cu-K  $k\chi(k)$  スペクトル

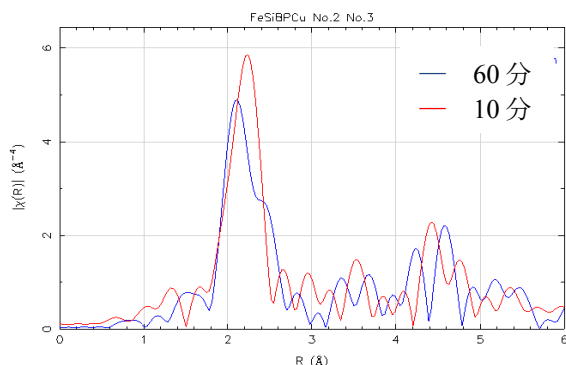


Fig.3 アニール温度 693K でのアニール時間 10 分と 60 分の Cu-K FT スペクトル

### 3 結果および考察

アニールを行っていない as-spun 試料は XRD ピークが観測されず、どの元素においてもアモルファス状態であることが確認された。本試料の XANES スペクトルの比較によって第二相において Cu 原子の周囲は bcc 構造状態であることが報告されている[2]。

Fig.2 と 3 に典型例として  $\text{Fe}_{83.3}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_4\text{Cu}_{0.7}$  の Cu K-edge のアニール温度 693K アニール時間 10 分と 60 分に対する EXAFS  $k\chi(k)$  スペクトルとそれをフーリエ変換した結果を示す。構造パラメータを求めるためにカーブフィッティングを行い、原子間距離を表した結果を Table に示す。ここでは、Cu の周囲の原子を Fe として解析を行った。カーブフィッティングの結果から、第二相の間ではアニールする時間を長くすることによって Cu と近接原子との原子間距離が長くなることが分かり、10 分でアニールされた試料より 60 分でアニールされた試料の方が原子間距離は Fe foil の原子間距離に近づく。

Table カーブフィットで得られた Cu-Fe 原子間距離

	第一近接 $r(\text{Å})$	第二近接 $r(\text{Å})$
693K 10 分	2.40	2.77
693K 60 分	2.46	2.84
713K 10 分	2.41	2.79
713K 60 分	2.48	2.86
733K 10 分	2.35	2.71
733K 60 分	2.49	2.88
Fe foil(文献値)	2.48	2.87

### 4 まとめ

ナノ結晶軟磁性合金  $\text{Fe}_{83.3}\text{Si}_4\text{B}_8\text{P}_4\text{Cu}_{0.7}$  に対して Cu K 端の XAFS 解析を行い、アニール時間の依存性を調べた。Cu の周囲構造が 60 分のアニールによって原子間距離の短いアモルファスの相から Fe 結晶の構造に近い bcc 結晶相へと転移する様子がわかった。しかし、bcc-Fe の中に Cu 原子が存在するのか、あるいは

は Cu クラスタが bcc 構造をとっているのかは依然として不明のため今後の課題である。

### 参考文献

- [1] A. Makino H. Men K. Yubuta T. Kubota, J. Appl. Phys., **105**, 013922 (2009).
- [2] A. Oono, T. Miyanaga, T. Kubota, e-J. Surf. Sci. Nanotech., **10**, 651 (2012).
- [3] <http://cars9.uchicago.edu/ifeffit/Downloads>.

\*one.winged.angel.ff7love@gmail.com