

平成 23 年 2 月 21 日現在

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2007～2009

課題番号：19360291

研究課題名（和文） Co系過冷融液の磁気特性

研究課題名（英文） Magnetic Property of Undercooled Co Alloy Melt

研究代表者

稲富 裕光（INATOMI YUKO）

独立行政法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・准教授

研究者番号：50249934

研究成果の概要（和文）： 強い静磁場下で Co 系及び幾つかの鉄族－白金族の融液を電磁浮遊させた後に大きく過冷却させることで、融液のまま強磁性体になるかどうかを調べた。そのために、融液を大きく過冷却させ同時に磁化を高速かつ非接触で測定する装置を新たに開発した。測定の結果、Co₈₀Pd₂₀ ではキュリー点近くで磁化の急激な上昇が測定された。しかし、更なる過冷却状態では融液が急速凝固し、融液の強磁性転移を確認出来なかった。

研究成果の概要（英文）： In order to investigate whether alloy melts of iron and platinum elements show ferromagnetic or not, the melts were undecooled by a electromagnetic levitation method under a strong static magnetic field. The newly-developed setup makes it possible to measure magnetization of the deeply undercooled melts based on a non-contact high-precision optical technique. In the result, undercooled Co₈₀Pd₂₀ melt near its Curie point showed a sharp rise of magnetization. However, a ferromagnetic transition of the melt was not measured because of rapid solidification of the melt at a deeper undercooling condition.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2007 年度	3,600,000	1,080,000	4,680,000
2008 年度	6,000,000	1,800,000	7,800,000
2009 年度	3,400,000	1,020,000	4,420,000
年度			
年度			
総計	13,000,000	3,900,000	16,900,000

研究分野：凝固・結晶成長、熱物性、熱物質輸送、非接触計測

科研費の分科・細目：材料工学・金属物性

キーワード：電子・磁気物性、過冷融液

1. 研究開始当初の背景

強磁性物質のキュリー点が融点よりも低いことから、従来はその物質の強磁性は固体状態でのみ発現するとされてきた。ところが、近年の浮遊技術の発達により非平衡状態で

ある融液の過冷却状態を地上でも長時間達成できるようになった。そして、Co₈₀Pd₂₀ 合金ではその液相線温度 $T_L=1610\text{K}$ とキュリー温度 $T_C(1271\text{K})$ との温度差が 339K と小さいことから、CoPd 融液を T_C 以下まで過冷却出来れば

液体のまま強磁性へ転移するのではないかという推測から CoPd 過冷却融液の研究が行なわれ、1995 年に $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ および $\text{Co}_{75}\text{Pd}_{25}$ の過冷却融液が強磁性的挙動を示すという大変興味深い実験結果が報告された。その過冷却融液が強磁性を有する根拠として (1) 電磁浮遊中の融液に永久磁石を近づけると磁石に引き付けられるように融液が変形した、(2) 過冷却融液の磁化率の温度依存性がキュリー・ワイス則で良く表される、(3) キュリー一点近傍での比熱の急激な上昇、が挙げられる。もし液体状態であってもキュリー温度が存在すると仮定すると、液体状態でのキュリー温度 $T_c(L)$ はキュリー・ワイス則により $1253 \pm 8\text{K}$ となり、固体のキュリー温度 $T_c(S)$ より 20K 低いことが予想されている。その一方で、自発磁化の影響により $T_c(S)$ 以下には過冷却しないという報告があり、 $T_c(L)$ の存在に関して意見が 2 つに分かれている。

これまでに研究代表者らは過冷却状態からの核生成・凝固、また過冷却融液の熱物性を様々な浮遊技術により明らかにして来ており、特に本問題を解決するためには後述する均一静磁場での電磁浮遊法と磁気光学効果測定を組み合わせた有効な実験的手段であると推察した。なお、研究代表者らはこの電磁浮遊法により、高純度 Si 融液において最大過冷却 320K を得、融点の密度、熱伝導率の温度依存性を求めることに成功している。この際、冷却用に市販の高純度アルゴン・ヘリウム混合ガスを脱酸素処理なしに冷却ガスとしてそのまま使いかつ試料加熱・浮遊用高周波コイルの形状を最適化しなかったにもかかわらず 300K を超える最大過冷却を再現良く達成出来たことから、もし $T_c(S)$ 近傍において自発磁化が核生成に影響を与えないのであれば、冷却ガスの成分や流量、高周波コイルの形状などの最適化を図ることで、申請者らは同じ手法により $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 融液を $T_c(S)$ 以下まで過冷却させ得ると予想した。

2. 研究の目的

重畳磁場電磁浮遊法により対流が抑制された状態で幾つかの鉄族-白金族の試料を浮遊溶解し、核生成の抑制により従来の報告以上の高過冷却を狙う。そして磁気光学カー効果に注目して、強い静磁場中の浮遊過冷却融液の磁化を光学的に計測する。

3. 研究の方法

試料として、 $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 、 $\text{Co}_{95}\text{Pt}_5$ 、 $\text{Ni}_{80}\text{Pd}_{20}$ 、 $\text{Ni}_{95}\text{Pt}_5$ 、 $\text{Fe}_{80}\text{Pd}_{20}$ 、 $\text{Fe}_{95}\text{Pt}_5$ の 2 元系合金を選び、実験に供した。静磁場印加のためにボア径及び長さがそれぞれ 300mm 、 600mm 、中心最大磁束密度 6T の超伝導マグネットを用いた。高周波加熱コイルの周波数は 200kHz 、最大電力 15kW の高周波加熱用電源を用いた。また、既

有の電磁浮遊用真空チャンバーでは、キュリー一点近傍までの大きな過冷却を達成できるほど試料融液を冷却することが困難であったため、重畳磁場ガスジェット電磁浮遊装置を試作した。反応容器内は高純度アルゴン・ヘリウム混合ガス雰囲気とし、光ファイバー 2 色温度計を用いて浮遊融液の温度を計測した。融液の磁化は磁気光学カー効果に注目してリアルタイムかつ高精度で計測した。

4. 研究成果

(1) 既有的電磁浮遊用真空チャンバーでは、キュリー一点近傍までの大きな過冷却を達成することが困難であったため、重畳磁場ガスジェット電磁浮遊装置を開発した (図 1)。更に、浮遊融液用磁化測定装置を開発した (図 2)。その測定原理は光弾性変調器を用いた光学遅延変調法に基づいている。その結果、浮遊する高温融液のカー回転角とカー楕円率を同時にかつ高速で求めることに世界で初めて成功した。

(2) $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 融液では静磁場 5T 下においてキュリー一点近傍に至る 260K 程度の過冷却を達成した。また、強磁場印加により試料の形状振動および対流が抑制されたため安定した温度測定及び偏光解析が容易になった。

(3) 図 3 に印加磁場 5T での $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 過冷却融液の極カー回転角の温度依存性を示す。過冷却融液 $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ のカー回転角は他の研究で報告されている常磁性キュリー温度 1251K に近づくにつれ大幅に上昇し、キュリー・ワイス則に従うように見える。しかし、 1260K 以下になると過冷却度の増加に伴い融液が磁場方向に沿って縦長に変形しかつ大きく振動した。図 4 に 1260K 近傍で急冷凝固した $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 試料を示す。試料のこのような変形は磁化した融液が磁場勾配に引かれたことを意味している。本研究で用いた超伝導マグネットはそのボア中心近傍で均一磁場を発生するように設計されているが、ごく僅かな軸方向の磁場勾配が磁気力を発生したものと考えられる。本研究で試作した浮遊装置は凝固後の $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 試料を 1220K 以下まで冷却することが出来たが、常磁性キュリー温度近傍になると過冷却融液の振動とそれに続く急速凝固が再現良く発生したので強磁性転移を確認することは出来なかった。

(4) 図 5 に印加磁場 5T での $\text{Co}_{95}\text{Pt}_5$ 過冷却融液の極カー回転角の温度依存性を示す。 $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 融液での測定と異なり、キュリー一点と液相線温度の差 370K 程度まで大きく過冷却させることが出来なかった。しかし過冷却が大きくなるとカー回転角が僅かながら増大することが新たに見出された。

(5) 図6に示されるように、 $\text{Ni}_{80}\text{Pd}_{20}$ 、 $\text{Fe}_{80}\text{Pd}_{20}$ 、 $\text{Ni}_{95}\text{Pt}_5$ 、 $\text{Fe}_{95}\text{Pt}_5$ では、極カー効果が計測されなかった。従って、キュリー点と液相線温度の乖離が小さい鉄族-白金族合金系では融液の過冷却によりキュリー点に近づけることが出来たので、常磁性的挙動が計測されたものと思われる。

(6) 本研究で開発した上記の偏光解析手法は試料の表面状態に敏感である。そのため、高温融液の磁化のみならず従来の光学系では測定出来ない融液表面の酸化や放射率のわずかな変化をも測定することを可能にする。従って、本手法は様々な高温試料の熱物性測定において今後強力なツールの一つとなる。

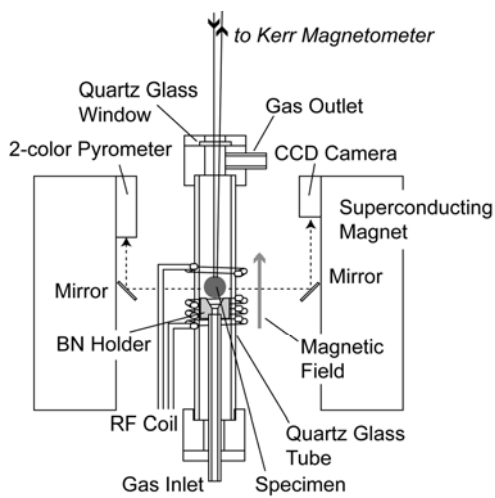


図1 重畳磁場ガスジェット電磁浮遊装置の概略図

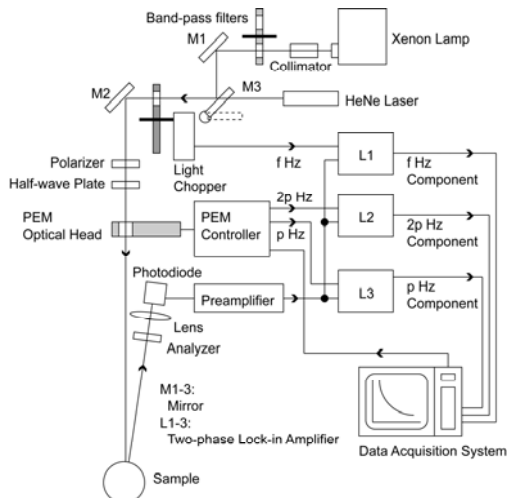


図2 浮遊融液用極カー磁化測定装置の概略図

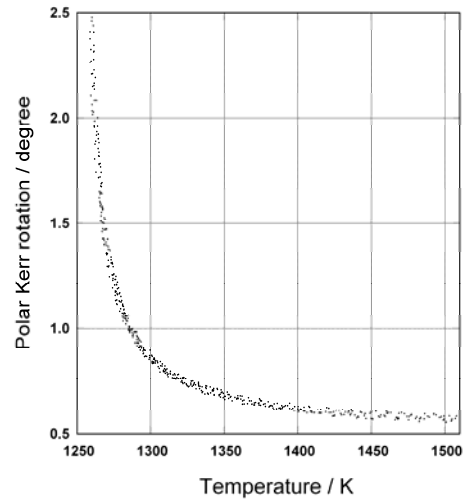


図3 印加磁場5Tにおける $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 浮遊融液の極カー回転角の温度依存性

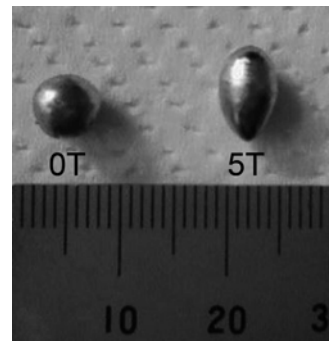


図4 磁場印加下、1260K近傍で急凝固した $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 試料。

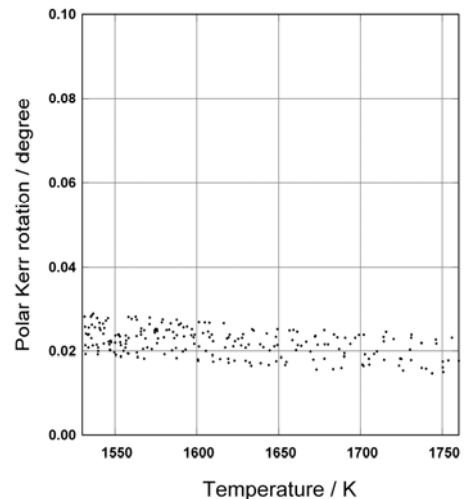


図5 印加磁場5Tにおける $\text{Co}_{95}\text{Pd}_5$ 浮遊融液の極カー回転角の温度依存性

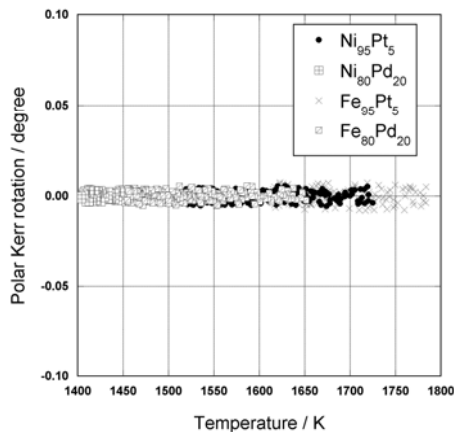


図6 印加磁場 5T における $\text{Ni}_{95}\text{Pt}_5$ 、 $\text{Ni}_{80}\text{Pd}_{20}$ 、 $\text{Fe}_{95}\text{Pt}_5$ 、 $\text{Fe}_{80}\text{Pd}_{20}$ 浮遊融液の極カー回転角の温度依存性

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

- 1) Kensuke Higuchi, Yuko Inatomi: “Mass transport in the electromagnetically levitating droplet superimposed a static magnetic field for measurement of diffusion using containerless processing”, Proc. 7th China-Japan Workshop on Microgravity Sciences, 査読無, (2008), Hangzhou, China, p. 65.

[学会発表] (計 8 件)

- 1) 稲富裕光, 村山健太, 塚本勝男: “浮遊融液からの核生成・結晶成長”, 第 34 回日本結晶成長学会討論会, 2009 年 9 月 2 日, p. 34.
- 2) 樋口健介, 稲富裕光: “磁気カー効果を利用した過冷却 $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 合金融液の強磁性転移の観測”, 日本金属学会 2009 年春期(第 144 回)大会, 日本金属学会講演概要, 2009 年 3 月 29 日, 東京工業大学, p. 265.
- 3) 樋口健介, 稲富裕光, 飯倉寛: “静磁場印加ガスジェット電磁浮遊法による無容器拡散実験”, 日本鉄鋼協会第 157 回春季講演大会概要, 2009 年 3 月 28 日, 東京工業大学, p. 114.
- 4) 樋口健介, 稲富裕光: “放射光を利用した浮遊拡散合金試料の三次元濃度分析～無容器による拡散係数測定を目指して～”, 第 25 回宇宙利用シンポジウム, 2009 年 1 月 14 日, p. 244.
- 5) 樋口健介, 稲富裕光: “過冷 CoPd 融液における極カー効果測定を試み”, 第 3 回

偏光計測研究会, 北海道大学 低温科学研究所, 2008 年 11 月 28 日.

- 6) 樋口健介, 稲富裕光: “静磁場下における過冷却 $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 融液の磁化”, 日本マイクログラビティ応用学会第 23 回学術講演会, 2008 年 11 月 26 日, 京都大学, 日本マイクログラビティ応用学会誌 25 (2008) p. 131.
- 7) 樋口健介, 稲富裕光: “過冷却 $\text{Co}_{80}\text{Pd}_{20}$ 合金融液の磁化率の測定”, 日本金属学会 2008 年秋期(第 143 回)大会, 2008 年 9 月 23 日, 日本金属学会講演概要, 熊本大学, p. 277.
- 8) 樋口健介, 稲富裕光: “無容器法を用いた拡散係数測定を試み”, 第 24 回宇宙利用シンポジウム, 2008 年 1 月 17 日, p. 41.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

稲富 裕光 (INATOMI YUKO)

独立行政法人 宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・准教授

研究者番号: 50249934

(2) 研究分担者

栗林 一彦 (KURIBAYASHI KAZUHIKO)

独立行政法人 宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・教授

研究者番号: 70092195

(H19 年度～H20 年度)

長汐 晃輔 (NAGASHIO KOUSUKE)

独立行政法人 宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・助手

研究者番号: 20373441

(H19 年度 9 月まで)

樋口 健介 (HIGUCHI KENSUKE)

独立行政法人 宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究本部・研究員

(H19 年度 10 月～H21 年度)

研究者番号: 10462897

(3) 連携研究者

()

研究者番号: