

CZ 法による Si ドープの Fe 単結晶作成

Crystal growth of Si doped Fe metal single crystal by CZ method

福田結晶研¹, 東北大金研², 東北大 μ SIC³○熊谷 毅¹, 安藤 宏孝¹, 川又 透², 杉山 和正², 鈴木 茂³, 福田 承生¹Fukuda Crystal Lab.¹, IMR, Tohoku Univ.², MicroSIC, Tohoku Univ.³T. Kumagai¹, H. Ando¹, T. Kawamata², K. Sugiyama², S. Suzuki³, T. Fukuda¹

E-mail: kumagait suyoshi00@gmail.com

【はじめに】Fe-Si 合金（珪素鋼）[1] は磁気容易化軸 $\langle 100 \rangle$ に配向させ磁気特性をよくすることで方向性電磁鋼板として変圧器に、結晶方位をランダムになるように制御し特定の方向に偏って磁化させないようにした無方向性電磁鋼板としてモーター、発電機など使われている。単結晶化し、高精度で結晶方位を制御することで、より材料の持った特性を引き出すことができ、磁束密度、高周波特性に優れたものが得られる可能性がある。Fe は変態点があるため単結晶は出来ないが、Fig.1 [2] に示すように Fe-Si 固溶体での単結晶は可能である。バルク単結晶を加工することで単結晶薄板の作製も可能である。今回 Fe-Si 合金単結晶を CZ 法で作成、及び X 線回折で結晶の評価を行ったので報告する。

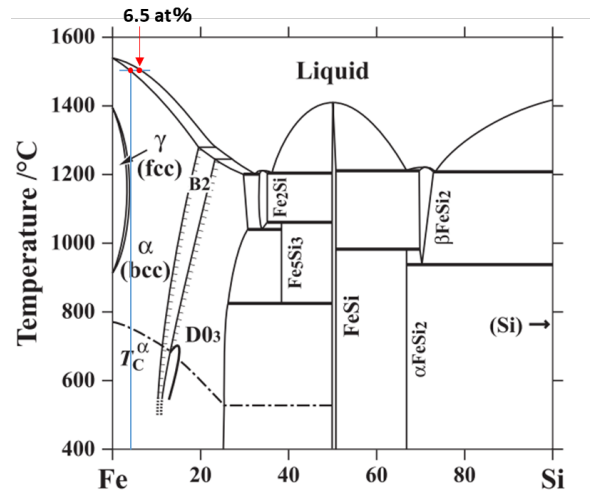


Fig.1 Fe-Si phase diagram [2]

【実験】単結晶作製は、Fe-Ga などの金属結晶作製 [3] に使用した高周波誘導加熱方式 CZ 法装置と抵抗加熱方式 CZ 法装置を用いた。原料は純度 3N の電解鉄のペレットと純度 6N のポリシリコンを、事前に熔融した熔融塊を用いた。Fig.1 に示す Fe-Si 相図より Si 組成 6% 付近の固相線と液相線にギャップがあるため結晶組成 Si 5 at% を狙い 6.5 at% を原料に添加した。坩堝の材質には緻密質アルミナを用いた。種結晶には、多結晶の純鉄と方向性電磁鋼板を用いた。雰囲気は Ar ガスを 0.5 ~ 2 L/min でフローし、引上げ速度 0.5 ~ 3 mm/h、回転速度 1 ~ 10 rpm で作成した。

【結果】サイズ $\phi 35$ mm $\times$ 直胴 65 mm の Fe-Si 単結晶 (Fig.2) の引上げに成功し、作成した Fe-Si 単結晶のアズグロン表面のラウエ写真を、Fe-Si 単結晶をスライドさせて数点とると同じスポットがみられて、方位ずれがなく単結晶であることを確認した。出来た結晶の Si 組成を蛍光 X 線組成分析で評価した。Fe-Si 単結晶の Si の組成が 5.7 at% であることを確認した。すでに磁歪材料として開発してきた $\text{Fe}_{0.82}\text{Si}_{0.18}$ 単結晶と比較するために、直径 2 インチ以上を作成し、結晶性、加工性を調べて報告する。



Fig.2 Fe-Si single crystal by CZ method

参考文献

[1] 早川康之, 鉄と鋼, 106 (2020), No. 10, 683-696.

[2] Ikuo Ohnuma, *et al.*, ISIJ International, 52 (2012) Issue 4, 540-548.[3] T. Nanto, *et al.*, Materia Japan 56 (2017) 27.