

論文内容の要旨

論文題目 極低温における Mn-Cu 合金の内部摩擦と磁性に関する研究

(Magnetism and internal friction of Mn - Cu alloys at cryogenic temperatures)

氏名 丹治 亮

1 序

構造体の損傷，騒音，雑音の回避に振動抑制は重要な技術である．その中で，構造体自体に機械振動の散逸機能（内部摩擦）を持たせる制振材料技術は，システムの簡素化・省スペース化などの視点から期待できる．現在，行われている研究の多くが室温以上の温度領域での応用を想定しており，これに対して極低温を対象とした研究は数少ない．真空・低温環境では高分子材料の機能が厳しく制限されるため，非高分子制振材料に期待が持てる．例えば，学術分野では次世代型重力波検出器(LCGT)，低温 STM を用いた表面科学，超伝導工学，そして産業分野では水素エネルギーシステム，液体燃料ロケットなどへの応用が考えられる．ただ，対象温度が他と異なる分，メカニズムやそれに関わるエネルギースケールも他と異なったものが必要であると予想される．

その点において，Mn-Cu をベースにした Mn-20Cu-5Ni-2Fe 合金の内部摩擦と磁性に関する過去の我々の研究結果^[1]には期待ができるものがある．そこでは 70K を中心にした内部摩擦の温度ピークの存在を明らかにし，これがスピングラスと呼ばれる磁性と関連していることを提案した．これを発展させる形で本研究では Mn-Cu の内部摩擦と磁性の関連を系統的に調べるとともに，実用性を検討することを目的とした．

2 結晶組織と磁性

80 at.%程度の Mn を含む γ 相 Mn-Cu は常温近くで大きな内部摩擦を有することが良く知られている． γ -Mn-Cu は面心立方(FCC)構造の高温相から面心正方(FCT)構造の低温相へ相変態する際，変態ひずみを解消させるために双晶を導入する．双晶境界は応力により容易に移動するため，振動応力に対して応答ひずみに遅れを生じさせることにより前述の内部摩擦が生じると理解されている．FCC-FCT 相変態は，反強磁性相転移と密接に関連しているのが特徴的ある．いずれも Mn 濃度 > 70 at.% で起き，その温度は隣接している．また，FCT の c 軸は Mn 磁気モーメントの容易軸になっている．したがって双晶境界は反強磁性ドメインとみなすことができる．

γ -Mn-Cu は磁気的な乱れによって低温でスピングラスとなる．特に，Mn > 70 at.% では，反強

磁性相からの冷却によってスピングラスとの共存が起こる．これをリエントラントスピングラス (RSG)と呼ぶ．RSGは凍結の過程が未だ明らかにされていないことなどから現在も研究の対象になっている．ただし，強磁性 RSG の場合と比べて反強磁性 RSG の研究は少ない．その原因として，磁気応答が小さいことが考えられる．したがって力学的手法を用いた本研究は反強磁性 RSG に関する貴重な情報を提供できる可能性がある．

3 実験

3.1 試料

試料には，(独)物質・材料研究機構から提供された γ -Mn_{1-x}Cu_x ($x=0.15, 0.20, 0.25, 0.30, 0.40$. 名目値) の鋳造材を用いた．最終熱処理は，溶体化処理(1173K, 1h 保持)後，水冷である．

3.2 内部摩擦測定システム

内部摩擦測定は自作のシステムで行った．試験片と，無酸素銅製のクランプでカンチレバーを構成し，これを GM 型パルスチューブ冷凍機(ナガセ電子機器サービス)の 4K コールドステージにマウントして冷却した．カンチレバーのたわみ計測には，市販のレーザー変位センサー (KEYENCE, LB-080) ないしは当研究室の川浪氏が製作したシャドウセンサーを用いた．感度はそれぞれ $1\mu\text{m/rHz}$, 10nm/rHz @ 100Hz であったが，実際は稼働中の冷凍機の振動によって 300Hz の帯域で $1\mu\text{m}$ 程度の振動が励起されており，これが測定をリミットした．シグナルジェネレータで生成した正弦波形電圧を電流信号に変換し，それによって電磁アクチュエータを駆動してカンチレバーの振動を励起した．汎用アプリケーションで作成した自動測定プログラムを用いて計測器の GPIB 制御，信号取得，データ解析，ファイル I/O などを行った．

このシステムを用いて内部摩擦測定を行った．共振法を用い，カンチレバーの基本モードの自由減衰振動から，位相と振幅の時間変化を抽出し，これらに回帰を施すことで共振周波数(100Hz 程度)と内部摩擦を求めた．共振周波数とカンチレバーの形状からヤング率を計算した．内部摩擦の指標には，対数減衰率 (Log. dec. または δ) を用いた．カンチレバーのたわみは，最も変形の大きい部分の縦ひずみに換算した．以下，振動の振幅はひずみ振幅 ϵ_0 で表す．

具体的には以下の特性を調べた．

- 振幅一定条件下の温度依存性
- 等温条件下の振幅依存性
- 温度・振幅依存性に対する振動周波数の影響
- 温度・振幅依存性に対する磁場の影響

3.3 磁気測定

磁気凍結温度 T_f を求めるため，SQUID 磁束計 (MPMS, Quantum Design) を用いて磁気測定を行った．各試料の零磁場冷却 (ZFC)，磁場中冷却 (FC) 直流帯磁率を比較し，履歴が開始する温度を T_f とした．冷却磁場と測定磁場はともに 1kOe とした．磁気相図や過去の測定結果と比較し，矛盾がないことを確認した．

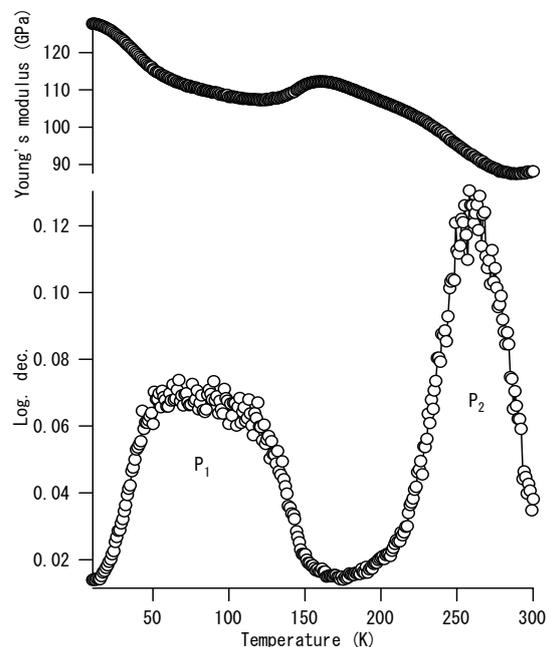


図 1 Mn-15Cu の内部摩擦とヤング率の温度依存性. $\epsilon_0=1.5 \times 10^{-5}$.

4 結果と考察

$x=0.15$ 内部摩擦の温度依存性を図 1 に示す. $\varepsilon_0=1.5\times 10^{-5}$ である. 250K を中心とした比較的鋭いピーク P_2 と, 150K 以下に広く分布したピーク P_1 が見られた. このうち前者は従来から知られている双晶境界の運動に関連した緩和型ピークである. また, 磁化測定結果との強い相関や, $x>0.30$ での P_1 の消失などから, スピングラスのリエントランスが重要であることが分かった (図 2). さらに, P_1 は強い振幅依存性 (図 3) を持つことから, リエントラント相の反強磁性磁壁の運動が内部摩擦の起源になっていると考えられる.

この見解に基づいて, 2つの理論モデルを用いて振幅依存性を解析し, 比較した. 1つは磁歪効果によって力学的振動エネルギーが磁気ヒステリシス損として散逸されるという, 現象論的なモデル^[2]である. もう1つは, ピニングの影響の下で運動する転位 (磁壁) が, 粘性を受けることによってエネルギーを散逸させるモデル^[3]である. 振幅依存性自体はどちらのモデルも良く当てはまったが, その温度変化は後者が良く説明できた. したがって磁壁のダイナミクスの変化が温度変化に影響しているとする後者に基づいて議論を進めた.

強磁性 RSG である Ni-Mn のバルクハウゼン効果^[4]や, スピン偏極中性子回折^[5]の研究結果などと比較することにより, T_f 以下のマクロな磁気凍結やそれ以上における前駆的な現象が, 反強磁性磁壁としての双晶境界の運動性に影響していると解釈できた.

この描像によって, 内部摩擦に対する周波数や磁場の影響もある程度理解することができた.

5 まとめ

本研究は Mn-Cu 内部摩擦の低温ピーク P_1 と磁化との強い温度相関を明らかにし, スピングラスに起因した内部摩擦という非常にユニークな, 我々の提案^[1]を裏付けた. さらに, 双晶境界のピニングが関与していることや, ピニングエージェントが磁気凍結によって生じているという新たな見解が得られた. このような内部摩擦のメカニズムは, 我々の知る限り報告例がない.

周波数に対する複雑な挙動や, 磁場に敏感な性質は, 擬弾性型として知られる P_2 ピークとは明らかに異なり, メカニズムの違いを示唆した.

P_1 の特性を制振材料としての実用の観点から検討した結果, 以下の知見が得られた.

- 絶対値. 対数減衰率で 0.05 以上が得られ, 制振材料としての要件を満たす.
- 振幅依存性. 非常に大きく, システム設計の際に注意が必要である.
- 温度特性. P_2 に比べても広い温度分布が得られた.
- 制御性. 組成によって温度特性を制御できる.
- 周波数特性. P_2 に比べ複雑だが, 相変態ピークのような大きな依存性は無いと思われる
- 磁場に対する依存性. 磁場により低下した. したがってシステム設計の際に注意が必要になる.

参考文献

- [1] T. Tanji, S. Moriwaki, N. Mio, T. Tomaru, T. Suzuki, and T. Shintomi, Jpn. J. Appl. Phys. **43**, 3552 (2004).
- [2] G. W. Smith and J. R. Birchak, J. Appl. Phys. **40**, 5174 (1969).
- [3] D. H. Rogers, J. Appl. Phys. **33**, 781 (1962).
- [4] R. L. Sommer, J. E. Schmidt and A. A. Gomes, J. Magn. Magn. Mater. **103**, 25 (1992).
- [5] T. Sato, T. Shinohara, T. Ogawa and M. Takeda, Phys. Rev. B **70**, 134410 (2004).

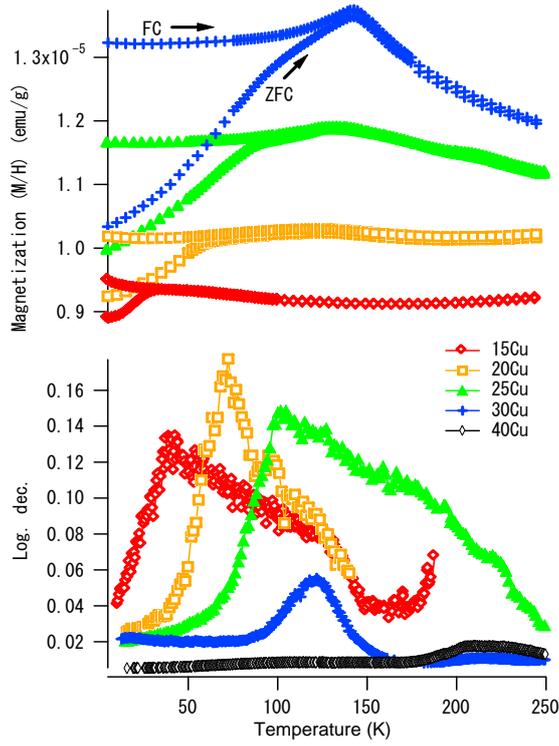


図 2 磁化と内部摩擦に対する組成の影響. $\varepsilon_0 = 7.5 \times 10^{-5}$.

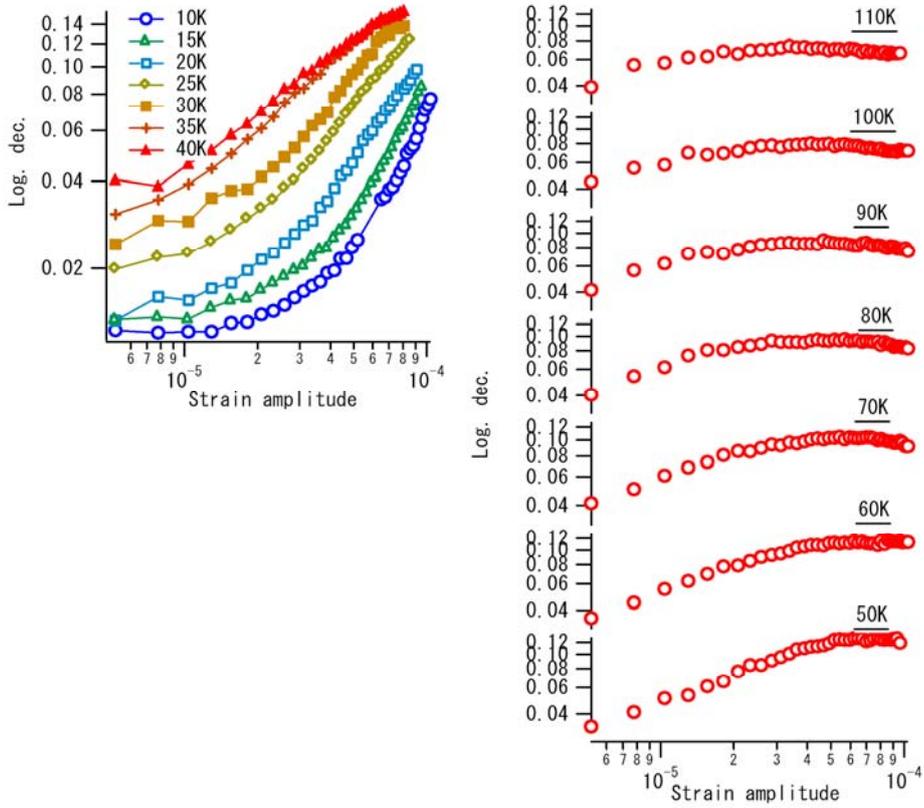


図 3 15Cu 内部摩擦の振幅依存性