



ナノ結晶合金の構造解析

本塚 智

九州工業大学 マテリアル工学科

キーワード : ナノ結晶, 軟磁性材料

1. 背景と研究目的

鉄基ナノ結晶合金は一般的なマイクロメートルオーダーの鉄系軟磁性合金と比較して、保磁力が極めて低く、超低損失なモーター用鉄心材料としての応用が期待されている。ナノ結晶をモーター用の鉄心材料として応用する場合、ナノ結晶合金薄板を打ち抜き、これを積層して鉄心とする。この際に多くの端材が発生するためにその用途開発が必要とされている。その方法として、端材を粉砕して粉末状とした後に圧縮成形して鉄心とする手法が挙げられる。しかし、粉砕操作によってナノ結晶合金の組織が変化する可能性がある。ナノ結晶合金の評価には X 線回折が良く使われるが、回折を起こさないアモルファス相の体積割合が多いために信号強度が弱く、一般的な研究室据え付け型の X 線回折装置による評価が難しい。そこで、高い X 線強度を有する放射光による基礎的な評価を試みた。

2. 実験内容

ナノ結晶合金は一般的な水冷ロールを用いた急冷法および熱処理によって得た。これをボールミルで粉砕して粉末状のナノ結晶合金を得た。評価はあいちシンクロトロン光センターの BL8S1 ビームラインを利用し、平行法で $2\theta/\theta$ パターンを測定した。X 線の波長は 0.863 \AA 、シンチレーションカウンタを用いた。供試材としては粉砕前後のナノ結晶合金を用いた。得られた SR-XRD(Synchrotron X-ray diffraction)パターンをリガク社の解析ソフト PDXL でピーク分離し、Williamson-Hall プロットによって粉砕による微小ひずみを評価した。

3. 結果および考察

図 1 に粉砕前のナノ結晶合金の SR-XRD パターンおよび PDXL による解析結果を示す。

SR-XRD パターンにはアモルファスと α -Fe を分離した結果も示す。この様にアモルファス相と結晶相由来のパターンを分離し、結晶相の回折ピークの半値幅と回折角を基に

Williamson-Hall プロットによってひずみを解析した。また回折ピークとアモルファスハローの積分強度比から粉砕時間に対する結晶相の体積比率を推測した。

下の図から、粉砕時間の増加とともにひずみが導入されることがわかる。一方で、長時間粉砕してもひずみの量は増加しないことが分かった。また、アモルファス相に対する結晶相の体積比は粉砕に影響を受けないことが分かったが、この点については粉砕でナノ結晶が成長するという報告もある。実際の組織に関しては今後の TEM 観察での評価を進める予定である。

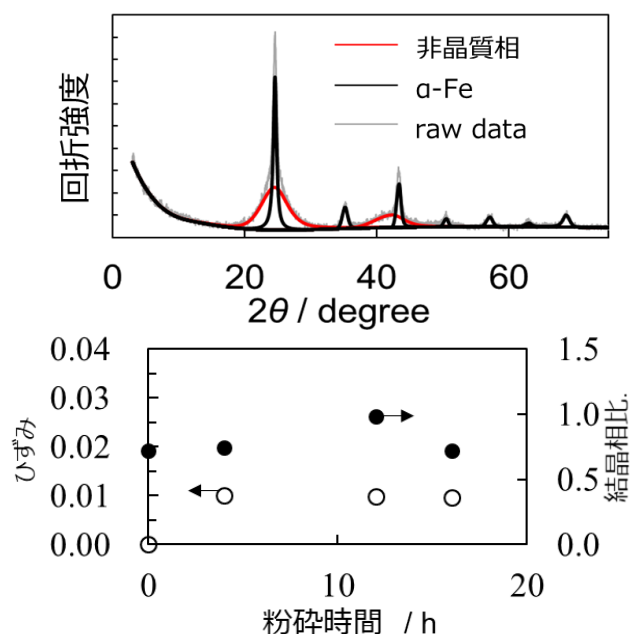


図 1 ピーク分離された SR-XRD パターンおよび Williamson-Hall プロットで評価されたひずみ(○プロット)とアモルファスハローに対する結晶相の回折ピークの積分強度比(●プロット)