MA 法で作製した磁性 FeCo 合金及びフェライト粉末の衝撃圧縮効果

Shock Compression Effects of Magnetic FeCo Alloy and Ferrite Powder Prepared by MA Method.

防衛大学校¹, ⁰(M1)久能 北斗¹, 下野 聖矢¹,岸村 浩明¹

National Defense Academy [°]Hokuto Kuno¹, Seiya Shimono¹, Hiroaki Kishimura¹

E-mail: em61021@nda.ac.jp

1. はじめに

 $Fe_xCo_{(1-x)}$ (x=0.5~0.7)合金は 3d 遷移金属内 で最大の磁化を有する高性能な軟磁性材料 として広く実用に供されているが、その脆 性や難加工性といった機械的性質により、 使用上制約を受ける場合がある[1]。今回、 MA (メカニカルアロイング)法と衝撃圧縮法 を組み合わせることにより、溶融過程を経 て作製された FeCo 合金に比して、高い硬度 を有する、微細結晶粒を有するバルク FeCo 合金を作製した為、その物性等を報告する。 また、FeCo 合金の酸化物として一部生成 した、逆スピネル構造を有する[2]フェライ トである、Fe_xCo_(3-x)O4 (x=1~3)に関する圧力 誘起構造相転移を観測したため、併せて報 告する。

2. 実験方法

出発試料として純度99.9%Fe及びCo粉末 を,Fe-50at%Coとなるよう配合した粉末を 用意し,この試料に対して,振動ボールミル (スーパーミスミ,日新技研)を用いて,MA 処置を施した。MAは,粉末ボール質量比 20%,Ar雰囲気下で行い,最大72hまで実施 した。72h試料を,円柱銅製カプセルに充填 率約63%で封入し,約10MPaで与圧した後, 一段式火薬銃(株式会社トライエンジニア リング製)を用いた衝撃圧縮によって,固化 形成した。得られた粉末試料及び固化試料に ついて,各種物性測定を行い,アーク溶解法 で作製した同組成の参照試料と比較した。

3. 結果と考察

ミリング試料の XRD プロファイルから, 少なくとも 24h までは,出発試料である Co が残留している一方で,4h~24h の間の顕著 なピークシフトから,粉砕時間の増加に伴い, 合金化が進捗していることが確認された。 SEM-EDX による観察の結果,72h 試料では, Fe と Co 原子が均一化している為,概ね合金 化が達成されていると判断し,72h 試料を衝 撃圧縮することにした。衝撃圧縮は 20 GPa と 30 GPa の 2 条件で行い,回収試料の各種 物性測定を行った。

Fig.1 に EBSD 測定の結果である, 試料の IPF マップを示す。参照試料がサブミリ程度 の粒径を有するのに対し, 作製試料はサブ ミクロン程度の粒径となっていることがわ かる。ビッカース硬度測定の結果,20 GPa と 30 GPa 試料の両者で、参照試料に比して約 70%の硬度増加がなされていることがわか った。これは、結晶粒微細化効果に起因する と考えられる。

粉末試料に対する磁気測定の結果,粉砕時間に応じて,最大磁化及び保磁力は単調 に増加した。前者は合金化の進捗に起因し, 後者は酸化物,歪みの導入及び粒径の減少 に起因すると考えられる。また,バルク試料 に対する磁気測定の結果,30 GPa 試料で最大 磁化 194 emu/g が得られ,衝撃印加前後でほ とんど値は変化しなかった。これは参照試料 には及ばないものの,実用に耐え得る磁気 特性と言える。

Fig.2に衝撃印加前後のXRDプロファイル を示す。酸化物相 Fe_xCo_(3-x)O₄ (x=1~3)のピー クが衝撃前後で変化していることが確認で きる。この反応は少なくとも 900℃までの温 度範囲では確認できなかったため,圧力誘 起構造相転移であると考えられる。講演では, 本反応について考察を行った結果を報告す る。



Fig.2 XRD patterns of 72h and 30 GPa samples.

参考文献

[1]T.Sourmail, Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties, Prog. Mater. Sci, Volume 50, Issue 7, September 2005, Pages 816-880
[2]Zhongpo Zhou, *et al.* Electronic structure studies of the spinel CoFe₂O₄ by X-ray photoelectron spectroscopy, Appl. Surf. Sci, Volume 254, Issue 21, 30 August 2008, Pages 6972-6975