

 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report) 2021/11/09
課題番号(Project No.) 2019PM2009 実験課題名(Title of experiment) 鉄粒子の(100)<0vw>集合組織の再結晶過程における層状化合物の役割の解明 実験責任者名(Name of principal investigator) 本塚 智 所属(Affiliation) 九州工業大学	装置責任者(Name of responsible person) 小貫 祐介 装置名(Name of Instrument : BL No.) i-materia(BL20) 実施日(Date of Experiment) 2020/2/15-2/16

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<p>1. 実験目的(Objectives of experiment)</p> <p>鉄粒子を潤滑しながら粉碎し、塑性変形を与えることで、(001)<0vw>集合組織(以後、RQ 組織と記載)を形成できる(S. Motozuka et al., Powder Technol., 321, 9, (2017))。この鉄粒子の集合組織はモーターの鉄心として最適であるが、再結晶集合組織においても元の集合組織を保つ必要がある。我々は、鉄粒子を潤滑粉碎する際に、潤滑剤として層状化合物(黒鉛、窒化ホウ素など)を使うと、再結晶後も RQ 組織の配向性が保たれることを発見した(S. Motozuka et al., J. Magn. Magn. Mater., 521, 167548, (2021))。この現象は、鉄粒子表面に残留する潤滑剤の残渣によるものと推測されるが、そのメカニズムは不明である。本研究では、高い時間分解能で集合組織を測定できる iMATERIA の特性を活かし、(100)<0vw>集合組織を有する鉄粒子の再結晶過程における層状化合物の役割を解明する。</p>
<p>2. 試料及び実験方法</p> <p>Sample(s), chemical compositions and experimental procedure</p> <p>2.1 試料 (sample(s))</p> <p>純鉄粒子として神戸製鋼所社製の ML35D(平均粒径 96.7 μm)を用いた。潤滑剤として潤滑油(呉工業社製、5-56)、窒化ホウ素(ナカライテスク社製、05224-72)、黒鉛(日本黒鉛社製、UCP)を用いた。</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>粉碎は遠心式のボールミル(日新技研社製、NEV-MA-8)で行った。容量約 70 cc の粉碎容器中に鉄粉 2 g と直径 9.52 mm の SUJ-2 製の鋼球を 20 個入れ、更に潤滑剤を入れた。潤滑油の場合は 20 ml、固体潤滑剤の場合は 0.7 g を添加し、粉碎機を 59.1 rad/s の速度で 2 h 運転した。粉碎後の鉄粉を 100 MPa で円板形状に成型し、これをバナジウム管に入れて i-materia による分析に供した。I-materia のチャンパー内の雰囲気は Ar とし、60 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で昇温し、15 $^{\circ}\text{C}$ごとに中性子回折パターンを得た。</p>

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

図 1 に窒化ホウ素を潤滑剤として得られた鉄粒子から室温で得た中性子線回折パターンを MAUD (Materials Analysis Using Diffraction) (H. R. Wenk, J. Appl. Cryst. 24, 920, 1991) で解析して得た逆極点図を示す。比較として、X 線で得た逆極点図も示す。両者とも似た極点図を示すが、中性子で得た極点図の方が極密度が小さい。これは試料調整に由来する。中性子線回折においては粉体をペレット状に成型しているのに対し、X 線回折においてはガラスホルダーの窪みに扁平粒子を押し込む。この際、粒子配向が生じるが、その程度が試料調整法によって変化するため、極密度の違いとして現れたと推測される。

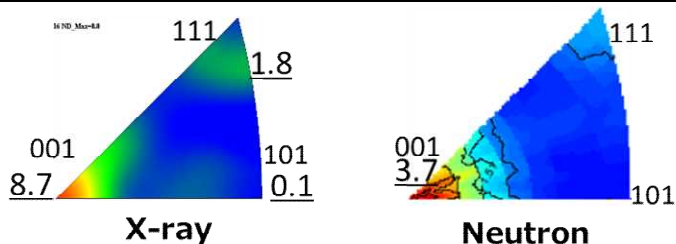


図 1. 集合組織を付与した鉄粒子の X 線および中性子線で得た逆極点図

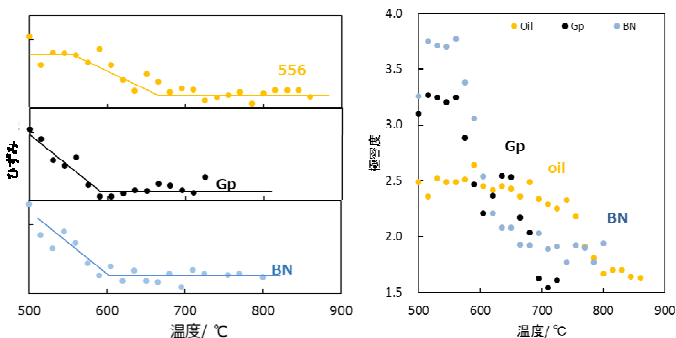


図 2. 各種潤滑剤で粉砕された鉄粒子のひずみおよび (001) 極密度の熱処理温度依存性

図 2 に中性子線回折で得たひずみと、(001) の極密度の温度依存性を示す。潤滑油と粉砕された試料のひずみは 680 °C で下限に達

し、一次再結晶が完了したと推測された。黒鉛と窒化ホウ素の場合は 620 °C で下限に至った。極密度は、潤滑油で粉砕された試料が一次再結晶を完了させた 680 °C を超えて 700 °C 付近まで 2.5 程度を維持するが、その後低下した。黒鉛と窒化ホウ素の場合はひずみと同じ推移を辿った。従って、潤滑剤が再結晶機構に影響することが確認された。Ar 雰囲気下で熱処理後に組織を評価する(ex-situ)と、潤滑油で粉砕された試料は、極密度の低下を示すのに対し、黒鉛と窒化ホウ素では低下が抑制され、今回の実験(in-situ)結果と異なった。この違いも試料調整に由来すると考えている。i-materia では、粉末試料を圧縮成形したため、粉末表面同士が接触し雰囲気から遮断される。ex-situ 評価に供した試料は、成形していないので遮断されない。熱処理後の結晶粒径を調べると、100 μm を超えるものが見られた。Mulin ら(W. W. Mullins, J. Appl. Phys. 28, (1957) 333)によれば、薄い金属板における再結晶粒の粒径はサーマルグループによるピンニングによって、板厚の 2.3 倍に制限される。本鉄粒子の厚みは 5 μm 程度であり、Mulin の予想を上回る。これは、表面エネルギーが結晶粒界を駆動していることを示唆している。従って、表面エネルギーに影響を与える、粒子表面の雰囲気が in-situ、ex-situ 測定で異なるために、異なる再結晶過程が観察されたと推測された。

4. 結論(Conclusions)

純鉄粒子を潤滑剤と共にボールミルで粉砕すると、鉄粒子は扁平化すると同時に、その扁平面と(001)が平行に配向した変形集合組織を形成する。この鉄粒子を熱処理して得られる再結晶集合組織は、使用する潤滑剤によって変化することが明らかとなり、その原因を解明するために i-materia による in-situ 解析を実施した。その結果、潤滑剤の種類が再結晶機構に影響を与えていることが i-materia による in-situ 解析によっても明らかとなったが、その再結晶組織は ex-situ 解析の際に得られた組織とは異なっていた。これは本鉄粒子の再結晶機構に表面エネルギーが重要な役割を果たしており、試料調整の際の圧縮成形によって、鉄粒子表面が外界から遮断されて、そのエネルギーが変化したことが原因と考えられた。