



鉄合金粉末の結晶構造解析

平山悠介、高木健太
産業技術総合研究所

キーワード：金属ナノ粒子、合金、熱プラズマ

1. 背景と研究目的

熱プラズマプロセスはその超急冷効果によりナノ粒子合成が可能である。ただ、高速の熱プラズマ流を合成反応場として用いるため、異種元素を同時に投入すると、作製された合金の組成にはばらつきが観測される[1]。また、金属ナノ粒子は大きな比表面積を有することから、非常に酸化しやすい。本研究では、我々が構築した低酸素熱プラズマプロセス[2]を用い、二元合金を作製した。具体的には、合金組成に大きく影響を与える飽和蒸気圧、表面張力がほぼ同等である Fe と Co 粉末を出発原料として用い、熱プラズマプロセスにより合金化し、酸化の影響や組成のばらつきを定量的に評価した。

2. 実験内容

Fe 粉末 (粒径 3 μm 程度) と Co 粉末 (粒径 5 μm 程度) を目的の組成である $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x$ ($x = 1, 0.9, 0.7, 0.5$) に秤量・混合し、熱プラズマに投入した。プロセス圧力は 100 kPa、プロセス時のアルゴン流量は 35 L/min.とした。また、粉末供給速度は 0.3 g/min.程度でおこなった。作製した FeCo 合金ナノ粉末は、あいちシンクロトロンにて放射光を用いた粉末回折実験を行い生成相の同定を行った。その際、作製した粉末はグローブボックス内で直径 300 μm の石英キャピラリーに充填し、両端をエポキシ樹脂で封入することにより、酸化を防いだ。X 線のエネルギーは 14keV で回折実験を行った。

3. 結果および考察

粉末 X 線回折結果より、すべての試料は bcc 構造を有し、酸化物由来のピークはなかった。また、格子定数は Fe が 0.2868 nm であり $\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}$ で極大値 0.2869 nm を取る。その後単調に減少し、 $\text{Fe}_{0.5}\text{Co}_{0.5}$ では 0.2857 nm と算出された。この振る舞いはバルク FeCo 合金と同様であり、熱プラズマプロセスにより投入組成とほぼ同一の組成で Fe と Co は合金化していることが分かる。平均粒径は約 100 nm 程度であり、合金組成でも平均粒子径に差は見られない。飽和磁化の値はスレーター・ポーリング曲線に良く合うことより、酸化の影響はなく、合金の組成のばらつきは非常に狭い範囲であることがわかる。実際に STEM/EDX 測定を行い、120 領域から Co 濃度についてのヒストグラムを作製すると、例えば出発組成が Fe:Co=0.7:0.3 の場合、平均値が 0.27 であり、分散が 0.06 であった。したがって、本システムは合金についてもナノ粒子合成に有望である。

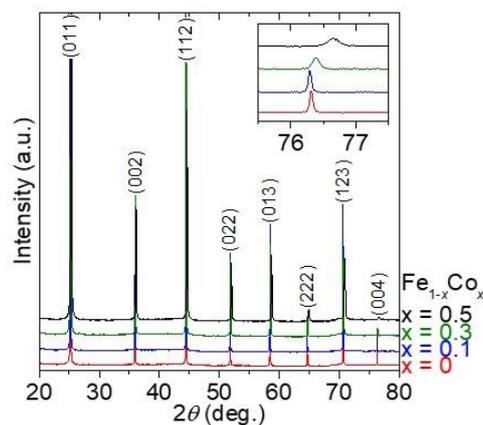


図 Fe-Co 合金ナノ粉末の粉末 X 線回折結果

4. 参考文献

1. Y. Hirayama et al., *Journal of Alloys and Compounds*, 768 (2018) 608-612.
2. M. Shigeta et al., *Nanomaterials*, 6 (2016) 43.