



## 雰囲気粉碎された鉄表面における黒鉛の構造評価

本塚 智

九州工業大学 マテリアル工学科

キーワード：集合組織，軟磁性材料

### 1. 背景と研究目的

鉄粒子と 1 wt% 程度の黒鉛を粉碎すると、鉄粒子の表面が潤滑され、その結果、鉄粒子を扁平形状に塑性変形させられるだけでなく、その結晶方位に異方性を与えることができる。ところが、粉碎雰囲気を変えると、形成される結晶方位異方性に変化が現れることが明らかとなった。これは、鉄粒子表面の潤滑状態が変化したためと推測される。そこで、放射光の入射角を 0.5 度と浅くして表面敏感にして、鉄粒子表面の黒鉛の配向状態を評価した。

### 2. 実験内容

純鉄粒子（神戸製鋼所社製、ML35N）、黒鉛（日本黒鉛社製）、粉碎媒体である SUJ-2 製の直径約 10 mm の鋼球を粉碎容器に入れ、これをボールミルに取り付けて、O<sub>2</sub> および Ar-H<sub>2</sub> 雰囲気下で粉碎した。粉碎時間は 1 h とした。粉碎後、得られた試料を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、入射角を 0.5 度として  $2\theta = 5 \sim 50^\circ$  を out-of-plane および in-plane 測定した。

### 3. 結果および考察

図 1 に黒鉛、O<sub>2</sub> および Ar-H<sub>2</sub> 中で粉碎した鉄粒子の out-of-plane および in-plane の回折パターンを示す。見やすさのため、一定以上のカウントが得られた場合は一定値にして表示している。Out of plane と比較して、In-plane では黒鉛はベーサル面の配向に対応した強い (002) の回折ピーク (15° 近辺) が弱くなる。また、アモルファスハローが見られる。

一方、鉄の測定結果を見てみると、黒鉛と共に粉碎したにもかかわらず、Ar-H<sub>2</sub> 雰囲気下で粉碎された鉄粒子の XRD パターンには黒鉛のアモルファスハローや回折ピークが見られない。O<sub>2</sub> 雰囲気下で粉碎された試料には黒鉛と同じ角度帯でアモルファスハローに相当する信号が認められた。

XPS でそれぞれの鉄粒子表面を評価した結果、Ar-H<sub>2</sub> および O<sub>2</sub> いずれの雰囲気下で粉碎

された鉄粒子においても、組成分析によれば C の割合はほぼ同じであったが、Ar-H<sub>2</sub> で粉碎された試料においては C-C 結合 (284.6 eV) のピークの強度が 1/2 程度となった。また、O1s のエネルギー帯に注目すると、Ar-H<sub>2</sub> 雰囲気下で粉碎された試料においては、高エネルギー側へのピークの広がりが拡大した。従って、Ar-H<sub>2</sub> 雰囲気下で粉碎された試料においては、黒鉛が粉碎中、もしくは大気暴露後に変質した可能性が示唆された。

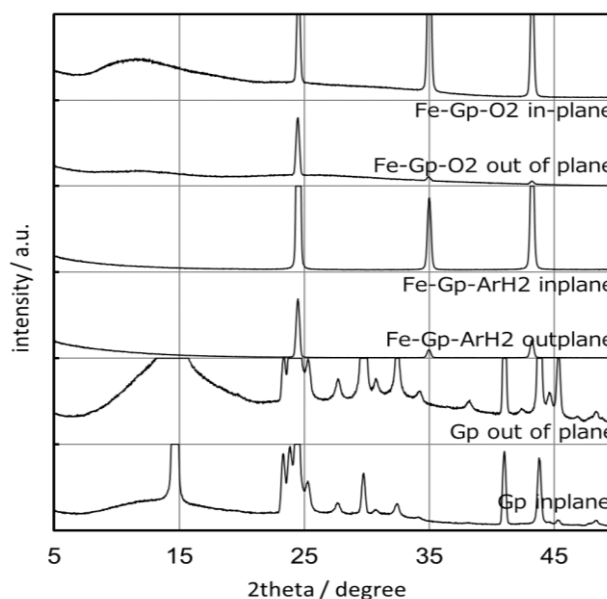


図 1 黒鉛、O<sub>2</sub> および Ar-H<sub>2</sub> 中で粉碎した鉄粒子の out of plane および in-plane の SR-XRD パターン