

X線回折による L1₀ 型 FeNi ナノ粒子の構造評価 Evaluation of L1₀-type FeNi Nanoparticles by X-ray Diffraction

水口 将輝^a, 林 靖^b, 小嗣 真人^c
Masaki Mizuguchi^a, Yasushi Hayashi^b, Masato Kotsugi^c

^a 東北大学金属材料研究所, ^b(株)デンソー, ^c(公財)高輝度光科学研究センター
^aIMR-Tohoku University, ^b DENSO Corporation, ^cJASRI

放射光を用いた粉末 X 線回折により、次世代磁石材料の一つとして期待される L1₀ 型 FeNi ナノ粒子の結晶構造評価を行った。入射 X 線のエネルギーを様々に変えて FeNi ナノ粒子の X 線回折測定を行ったところ、Fe の K 殻吸収端のエネルギーに近い 7.1 keV のエネルギーを用いて測定した回折スペクトルにのみ、L1₀ 超格子ピークが観測された。これは、Fe の異常分散効果により、弱い L1₀ 超格子ピークを観測することができた結果であると考えられる。異なる保磁力を有する FeNi ナノ粒子の X 線回折測定を行ったところ、保磁力の高い試料で顕著に L1₀ 超格子ピークが観測され、保磁力と L1₀ 規則度とに相関があることが示唆された。今回の実験をとおして、FeNi ナノ粒子の磁気特性と構造の関係を調べるための足がかりとなる知見が得られた。

キーワード： 粉末 X 線回折、結晶構造、規則合金

背景と研究目的：

現在、ハイブリッド自動車や電気自動車用モータとしてネオジム磁石が用いられている。ネオジム磁石に使用されるネオジムやディスプロシウムなどのレアアース金属は高価で、供給も不安定な状況にある。このような背景から、レアアースフリーな新しい磁石が求められている。我々はこのような要求を満たす磁石として、L1₀-FeNi 規則合金に着目した。L1₀-FeNi は熔融金属の熱処理では工業的に合成できないとされており、新たな合成プロセスを開発する必要がある。我々は、このような課題に対して新規合成法の開発に関する研究を行っており、これまでに報告されている FeNi ナノ粒子の 3 倍を超える保磁力の磁粉が合成できるようになってきた。ネオジム磁石代替を目指すためにはさらに 1 桁以上の保磁力向上が必要であるが、そのためにはプロセスパラメータと L1₀-FeNi の規則度、結晶方位の分布や共存する異相との微細組織の相関を明確にする必要がある。L1₀-FeNi の規則度を評価するに当たり、Fe と Ni では原子番号が近いいため、これを明確に識別するために高強度の放射光が必要である。これまでに、単原子交互積層法で作製した L1₀-FeNi 薄膜について、放射光を用いた X 線回折実験を行い、その規則度の精密な見積りに成功している[1,2]。そこで、今回は SPring-8 BL19B2 を用いて粉末 X 線回折を行うことを試みた。より安価で環境に優しい磁石材料の開発の重要性は日増しに高まっており、本研究を遂行することにより、エネルギー利用の効率化・スマート化が図られると期待される。

実験：

試料の作製は、塩化物還元法により作製し、Fe と Ni の組成比が異なる FeNi ナノ粒子集合体を作製した。放射光を用いた X 線回折実験は、BL19B2 で行った。多軸回折計と大型デバイシェラーカメラを用い、様々な合成条件で作製した FeNi ナノ粒子の X 線回折を行った。X 線の入射エネルギーは、7.0 keV~7.2 keV の範囲で行った。

結果および考察：

Fig. 1 に、54 kA/m の保磁力 (H_c) を有する FeNi ナノ粒子について、入射 X 線を 7.0 keV、7.1 keV、7.2 keV の 3 種類のエネルギーに設定して X 線回折測定を行った結果を示す。7.1 keV のエネルギーにおいてのみ、FeNi(100)および FeNi(001)の超格子ピークが観測され、L1₀ 相の存在が確認された。このエネルギーは、Fe の K 殻吸収端のエネルギー (7.11 keV) に近く、Fe の異常分散効果により、弱い L1₀ 超格子ピークを観測することができた結果であると考えられる。

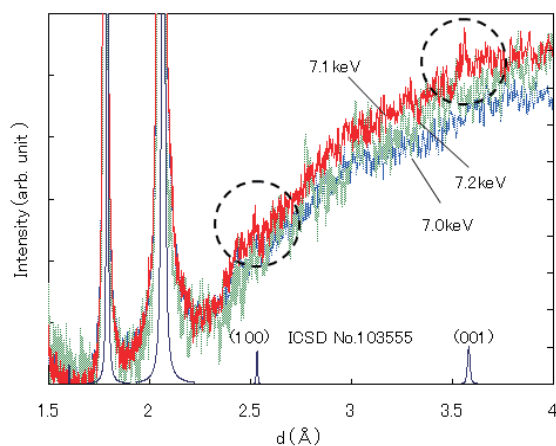


Fig.1. 54 kA/m の保磁力を有する FeNi ナノ粒子の X 線回折スペクトルの入射 X 線エネルギー依存性。

Fig. 2 に異なる保磁力を有する 2 種類の FeNi ナノ粒子の X 線回折測定の結果を示す。入射 X 線のエネルギーは 7.1 keV とした。FeNi(100)ピークは両試料ともに観測されたのに対し、FeNi(001)ピークは保磁力の大きな FeNi ナノ粒子 ($H_c = 54$ kA/m) では観測されたのに対し、保磁力の小さな FeNi ナノ粒子 ($H_c = 16$ kA/m) では観測されなかった。これは、保磁力と $L1_0$ 規則度との相関を示す結果である。今回の実験をとおして、FeNi ナノ粒子の磁気特性と構造の関係を調べるための足がかりとなる知見が得られた。

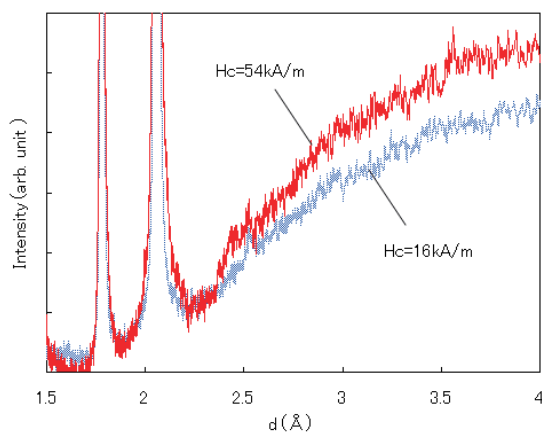


Fig.2. 異なる保磁力を有する FeNi ナノ粒子の X 線回折スペクトル (入射 X 線のエネルギーは 7.1 keV)。

今後の課題：

今後は、実際に FeNi ナノ粒子の長距離規則度の見積もりを行い、本研究で用いた合成手法の応用可能性を示す。また、より最適な作製条件の探索を行い、さらに保磁力の大きな試料について、磁気特性と構造の相関を明らかにしたい。

参考文献：

[1] M. Mizuguchi *et al.*, J. Magn. Soc. Jpn., **35**, 370 (2011).
 [2] T. Kojima *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys., **51**, 010204 (2012).