

X線回折による L1₀ 型 FeNi ナノ粒子の構造評価(3) Evaluation of L1₀-type FeNi Nanoparticles by X-ray Diffraction (3)

水口 将輝^a, 林 靖^b, 小飼 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, ^bDENSO 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。保磁力を変化させた 8 種類の粉末試料の FeNi ナノ粒子について、入射 X 線を 7.11 keV に固定して X 線回折測定を行った。保磁力の大きな試料について、FeNi(100) 超格子回折ピークを観察することができた。また、それらの高い保磁力を示す試料については、長周期な回折ピークおよびその 1/2 周期の回折ピークも観察された。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[1, 2]。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こと、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、FeNi ナノ粒子について、SPRING-8 BL19B2 で放射光を用いた X 線回折実験を行い、用いる X 線の波長などの測定条件の最適化に成功している。そこで、今回は様々な保磁力を有する粉末を試料として X 線回折を行い、保磁力と超格子回折強度の相関を明らかにすることを試みた。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た。合成パラメータを変えることにより、保磁力が異なる 8 水準の 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ユラカメラを用い、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、前回(2012B1722 課題)で用いたエネルギーより更に K 吸収端に近い 7.11 keV で行った。

結果および考察：

図 1 に、保磁力を 500~678 Oe と変化させた 8 種類の粉末試料の FeNi ナノ粒子について、入射 X 線を 7.11 keV に固定して X 線回折測定を行った結果を示す。いくつかの試料において明確な FeNi(100) 超格子回折ピークが観測された。概ね、保磁力の大きい試料について超格子回折ピークが観測される傾向にあるが、保磁力と超格子回折強度との間に単純な比例関係は見られなかった。一方、FeNi(001)ピークについては、いずれの試料についても観測されなかった。試料が磁化して

いるため、X線入射方向と垂直方向にc軸配向したナノ粒子集合体となっていることに起因して、FeNi(001)回折線が見られないと考えられる。

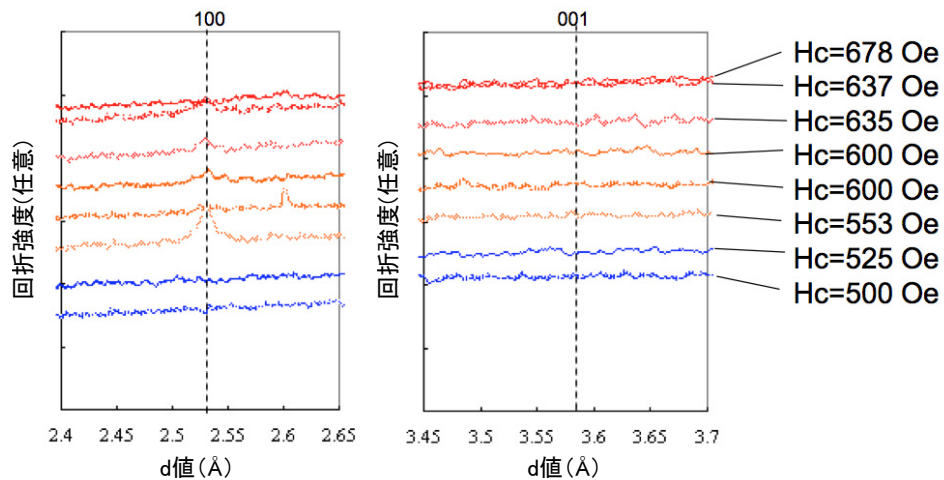


図 1. 保磁力の異なる FeNi ナノ粒子の X 線回折スペクトルの FeNi(100)および FeNi(001)超格子ピーク付近の拡大図 (入射 X 線のエネルギーは 7.11 keV)。

図 2 に、上述した 8 種類の FeNi ナノ粒子についての X 線回折測定スペクトル(より広範囲のスペクトル)を示す。保磁力の大きな試料について、長周期な回折ピークおよびその 1/2 周期の回折ピークが観察された。これらのピークは、保磁力の小さな試料やキャピラリのみにおいては観測されておらず、高い保磁力をもつ FeNi ナノ粒子に特徴的なものであると考えられる。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知るための足がかりとなる知見が得られた。

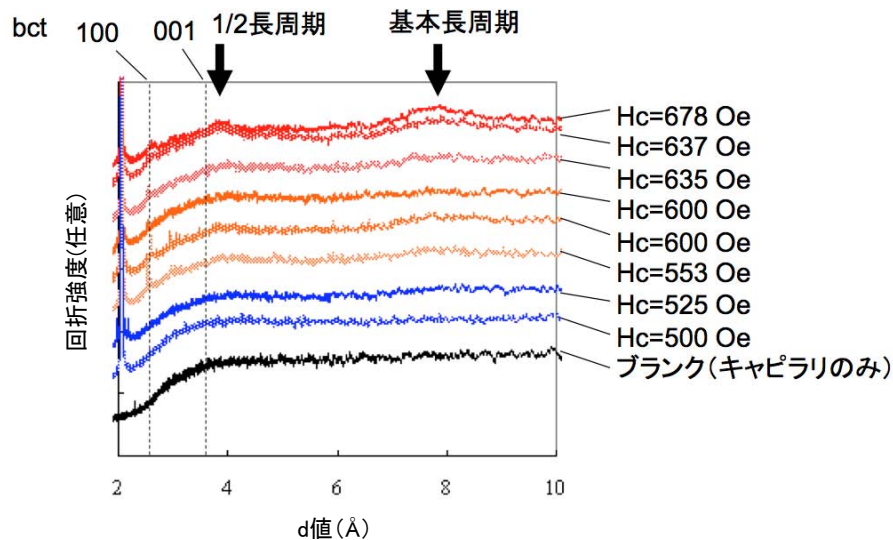


図 2. 保磁力の異なる FeNi ナノ粒子の X 線回折スペクトル (入射 X 線のエネルギーは 7.11 keV)。

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).