

[49.41 Fe₂O₃-32.09 ZnO-12.71 NiO -5.79 CuO (mass%)] 粉末を10,30,50 mass%と添加量を変え、MA処理時間は2,4,8 hとした。

2.2 MA粉末の評価

MA粉末の硬さを測定するためにマイクロビッカース硬さ試験を行った。MA粉末はラピッドプレスを用いて樹脂に埋め込み、エメリー紙で研磨し、研磨用アルミナ粒子でバフ研磨した。バフ仕上げした表面を測定面とし、マイクロビッカース硬度計(加圧力98 mN, 保持時間20 s)を用いて15ポイント測定し、硬さを求めた。

MA粉末の構造回折はX線回折(XRD: X-Ray Diffraction)を行った。MA粉末は、CorodionとIsoamylの混合溶液で試料ホルダーに固めてから測定を行った。測定は40 kV, 60 mAでCuK α 線を用いて回折速度 $1.66 \times 10^{-2} \text{ }^\circ/\text{s}$ および回折角度 $20 \sim 80 \text{ }^\circ$ の条件で測定した。

MA粉末の磁気特性は振動試料型磁力計(VSM: Vibrating Sample Magnetometer)を用いて測定した。800 kA/mおよび40 kA/mの磁界中で磁化(M)と保磁力(Hc)の関係(M-H曲線)を測定することにより飽和磁化および保磁力を求めた。初めに粉末Ni標準試料に800 kA/mの磁界を印加し磁化値の校正を行った。その後、各粉末試料の重量を $5.0 \pm 5 \text{ } \mu\text{g}$ 程度とし、電磁石のポールピースの間にある試料ホルダーに取り付けて計測を行った。

3. 実験結果および考察

Fig. 1にPure MgとMg-Xmass% Ferrite (X=10,30,50) 粉末の硬さを示す。Pure Mgの硬さはMA処理時間の増加に伴って上昇している。これは加工硬化の影響であると考えられる。一方、Mg-10 mass% Ferrite粉末もMA処理時間の増加に伴い硬さは上昇したがMA8 h処理を施しても、添加したフェライト粉末のみの硬さ112 HVには及ばなかった。母材のPure Mgに対してフェライトの添加量が少なく、十分な

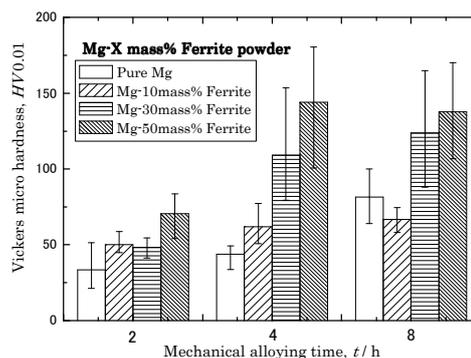


Fig. 1 Vickers microhardness of Pure Mg and Mg-X mass % Ferrite powder.

分散強化が得られなかったためと考えられる。

Mg-30 mass% Ferrite粉末では、MA 4 hまでMA処理の効果(加工硬化, 分散強化)が顕著にみられた。しかし、MA 2 h~4 hでは約60 HV, MA 4 h~8 hでは約15 HVの増加を示し、比較するとMA処理時間に伴う硬さの増加量が減少している。これより、硬化が飽和し始めていることが分かる。これは、MA処理による摩擦エネルギーと変形エネルギーがひずみを解放し、加工硬化を妨げたと考えられる。また、Mg-10 mass% Ferrite粉末では、MA処理を8 h施してもフェライト粉末のみの硬さには到達しなかったのに対し、Mg-30 mass% Ferrite粉末ではMA 4 hの段階でフェライト粉末を超える硬さを示した。

Mg-50 mass% Ferrite粉末では、MA 4 hの段階で144 HV, MA 8 hでは138 HVを示し、Mg-30 mass% Ferrite粉末と同様に硬さが飽和する傾向を示した。また、短い時間で硬化していることから、フェライト添加量の増加により、分散強化が十分に行なわれたためと考えられる。Mg-50 mass% Ferrite粉末はフェライトより比重が小さく、MA処理により硬さも増大しているので、本研究の目的であった比強度を増大させることができた。

Fig. 2にMg-10 mass% FerriteのMA処理時間を変化させたときのX線回折パターンを示す。

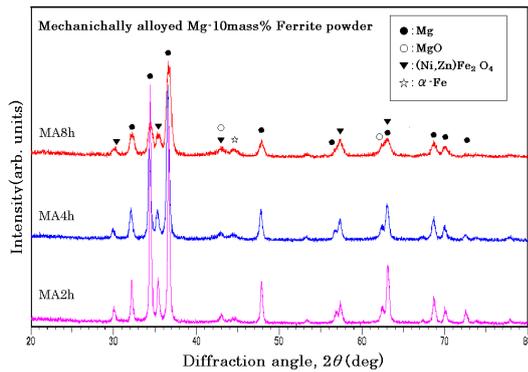


Fig. 2 X-ray diffraction patterns of 12 MgFR, 14 MgFR and 18 MgFR powder.

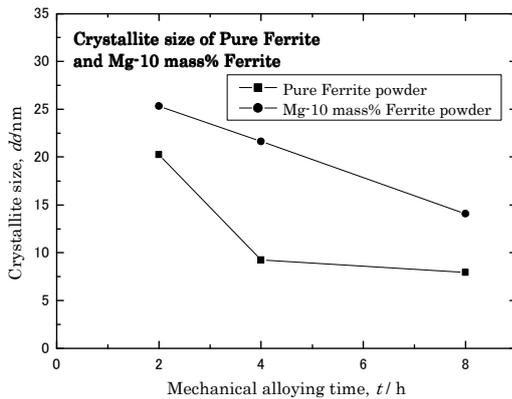


Fig. 3 Crystallite size of Pure Ferrite and Mg-10 mass% Ferrite powder.

MA処理を行うとMgとフェライトの回折ピークに加え、MgOと α -Feの回折ピークも同定された。このMgOの生成は、MA処理中に粉末が破砕することで現れる新生表面が活性であるためにフェライトやステアリン酸中の酸素とMgが結合しやすくなったためと考えられる。 α -FeはMgOの生成の際にフェライトが還元反応して生成されたと考えられる。

また、MA処理時間の増加に伴い、フェライトの回折ピークが低くなってブロード化していることが確認できた。一般的に回折強度が低下し、ブロード化する理由として、結晶粒の微細化が達成されていることが知られている²⁾。また、フェライトの回折ピークより、X線の波長 (CuK α 線: 0.15418nm) を λ 、積分幅 (積分強度/ピーク強度) をB、回折ピークの角度 (rad) を θ_B とし、シェラー(Scherrer)の式 (1) を用いてフェライトの (220) に対して垂直方向の結晶子の大きさtを求めた。

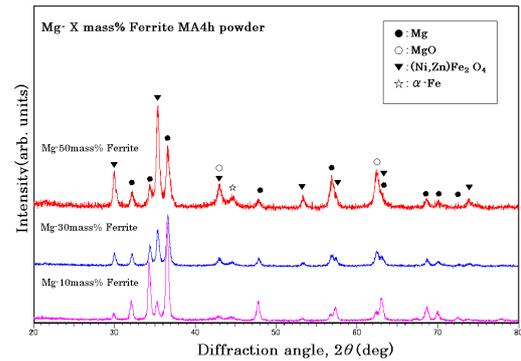


Fig. 4 X-ray diffraction patterns of 14 MgFR, 34 MgFR and 54 MgFR powder.

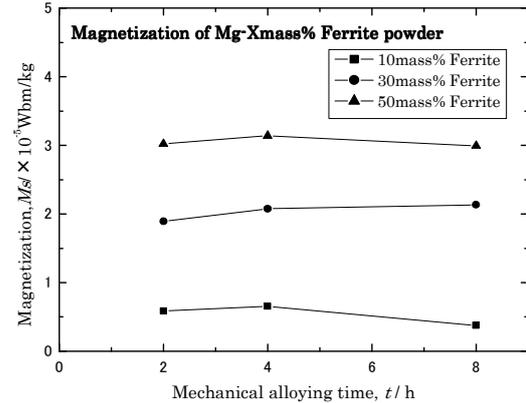


Fig. 5 Magnetization of Mg-Xmass% Ferrite powder.

$$t = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta_B} \quad (1)$$

Fig. 3にフェライトとMg-10 mass% Ferriteの結晶子の大きさの変化を示す。フェライト粉末よりMg-10 mass% Ferrite粉末の方がMA処理時間の増加に伴い、結晶子が微細化していない。これより、Mg-10 mass% Ferriteの場合、母材であるMgがフェライトの結晶子の微細化を防いでいると考えられる。

Fig. 4にMA処理4 h一定でフェライトの添加量を変化させたときの構成相の変化を示す。MgOの回折ピーク強度がフェライトの添加量の増加に伴い高くなっている。これより、フェライト粉末の分散強化だけではなく、MgOの分散強化もMA粉末の硬さの増大に影響していると考えられる。

Fig. 5にMA処理時間とフェライト添加量を変化させた時の飽和磁化を示す。飽和磁化はMA処理時間に関わらず、ほぼ一定値を示して

いる。そして、添加量が増加するにつれて飽和磁化も相対的に大きくなっていることが確認できる。

Fig. 6にMA処理時間とフェライトの添加量による保磁力の変化を示す。Mg- 10 mass% Ferriteでは、保磁力がMA処理時間に伴って増大の傾向にある。保磁力は結晶子が小さくなると増大する。したがって、加工硬化によるひずみの導入のために結晶子が微細化したことが原因と考えられる。Mg- 10 mass% Ferrite粉末の結晶子がMA処理時間の増加に伴い微細化したことは、シェラーの式から得た**Fig. 3**で確認されている。他の要因として、MA処理中に α -FeとMgOが生成したことで、保磁力が増加したと考えられる。X線回折の結果、硬磁性（保磁力が高い）の元素である α -Feの相対強度の最大ピークが、わずかに確認されている。しかし、**Fig. 2**よりMA処理時間の増加に伴う α -Feの回折ピーク強度に変化はなく、 α -Feの生成量は増加していない。よって生成された α -Feは保磁力の増加に影響を与えたとは考えられず、保磁力の増加に化合物の生成は起因していないと考えられる。

4. 結言

本研究では、マグネシウムに対してフェライト粉末を添加し、MA処理を施すことで軟磁性を付与させ、比強度を増大させたMA粉末を作製した。作製したMA粉末の機械的特性と磁気特性を評価し、得られた知見を以下に示す。

- 1) MA粉末は加工硬化、酸化物の分散強化によって硬さが増大した。
- 2) MA粉末はフェライトの添加量を増やすと短い時間で硬化は飽和し、最大の硬さを示した。
- 3) MA粉末はMA処理中にフェライトが還元し、MgOと α -Feが生成した。
- 4) MA処理によるフェライト粉末の微細化と結晶子の微細化が確認され、保磁力の増加が確認された。

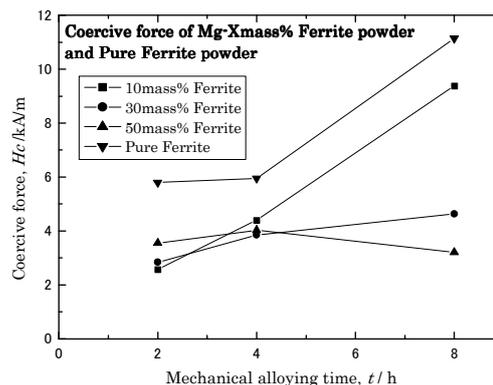


Fig. 6 Coercive force of Mg-Xmass% Ferrite powder.

5) Mg粉末とフェライト粉末をMA処理することで飽和磁化を損なわない複合粉末を創製することができた。

参考文献

- 1) 金子純一：メカニカルアロイングの30年とアルミニウム基材料，軽金属，50（2000），pp.237-245
- 2) 早稲田嘉夫，松原英一郎：X線構造解析原子の配列を決める，内田老鶴圃（1998）pp.119-126
- 3) 青木翔，水谷祐平，久保田正広，新妻清純，粉末冶金法で複合化されたアルミニウム基磁性材料の特性，軽金属学会第116回春期大会講演概要，（2009），pp.103-104