

バナジウム系ナノクリスタル磁性材料の開発

日大生産工(院) ○紺野 啓太 日大生産工 矢澤 翔大 工藤 祐輔
東静工業(株) 佐久間 穂崇 渡邊 洋

1. はじめに

近年、電気自動車、電子機器などに搭載されている磁性部品で使用する周波数帯が高周波化しつつある。しかし、高周波で使用するにより軟磁性材料の透磁率の低下、磁心損失の増加が問題になる。そこで、結晶磁気異方性が小さく、磁歪が限りなく0であり、高周波で優れた磁気特性を有するナノクリスタル磁性材料に着目した。

ナノクリスタル磁性材料とはFe-Si-B系アモルファス合金にNbとCuを複合添加した材料であり、初期アモルファス状態の材料を高温で熱処理することで試料全体がナノ結晶化することで生成結晶が持つ結晶磁気異方性が小さく、すぐれた磁気特性が発現する⁽¹⁾。

Feに固溶する元素としてAlを添加したFe-Al-Si-Nb-Bの報告がある⁽²⁾。

本研究では、Feに固溶する他の元素としてVに着目し、Fe-Si-V材料が三元合金ナノクリスタルとなるか結晶構造について検討した。

2. 実験方法

Table 1に今回使用した組成比を示す。組成1はFinemet系のナノクリスタル磁性材料⁽³⁾である。組成2から5はVを2at%ずつ増加させFeに置換させた材料である。このときのナノクリスタル磁性材料は急冷法により幅約1mmのリボン状で作製した。

Table 1 組成比

組成番号	組成比 (at%)
組成1	Fe ₇₃ Si ₁₄ B ₉ Nb ₃ Cu ₁
組成2	Fe ₇₄ Si ₁₄ V ₂ B ₉ Cu ₁
組成3	Fe ₇₂ Si ₁₄ V ₄ B ₉ Cu ₁
組成4	Fe ₇₀ Si ₁₄ V ₆ B ₉ Cu ₁
組成5	Fe ₆₈ Si ₁₄ V ₈ B ₉ Cu ₁

熱処理を行ったリボン状の材料をX線回折(X-ray

Diffraction :XRD)により結晶構造を解析した。

格子定数 a を面間隔 $d_{(h,k,l)}$ から以下の式より算出した。

$$a = d_{(h,k,l)} \times \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad \cdots \quad (1)$$

a : 格子定数 d : 面間隔 h, k, l : 面指数

結晶粒径 D をXRDの回析線幅の広がりから以下の式から算出した。

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad \cdots \quad (2)$$

D : 結晶粒径 K : シェラー定数 λ : X線の波長

B : 回析線幅の広がり $\cos \theta$: フラッグ角

3. 実験結果

Fig. 1に各組成の熱処理前の結晶構造を示す。縦軸はピーク強度、横軸は 2θ (deg)を示している。Fig. 1より熱処理前の各組成はピークが析出されなかったためアモルファス状態であると推察した。

Fig. 2に各組成の熱処理後の結晶構造を示す。縦軸はピーク強度、横軸は 2θ (deg)を示している。Fig. 2より熱処理後の各組成は110、200、211面にピークが析出したことからbccFe単相の結晶構造であることがわかった。

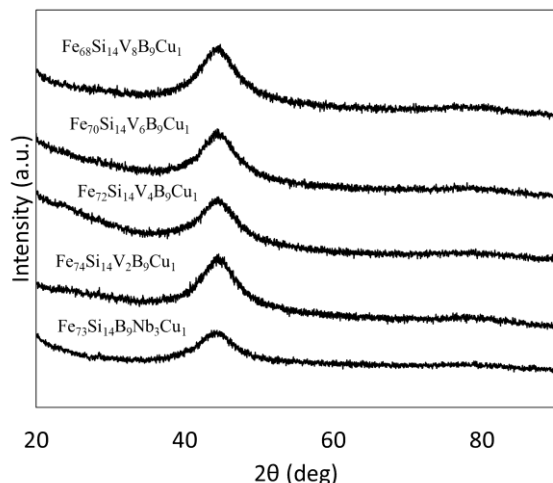


Fig. 1 熱処理前の結晶構造

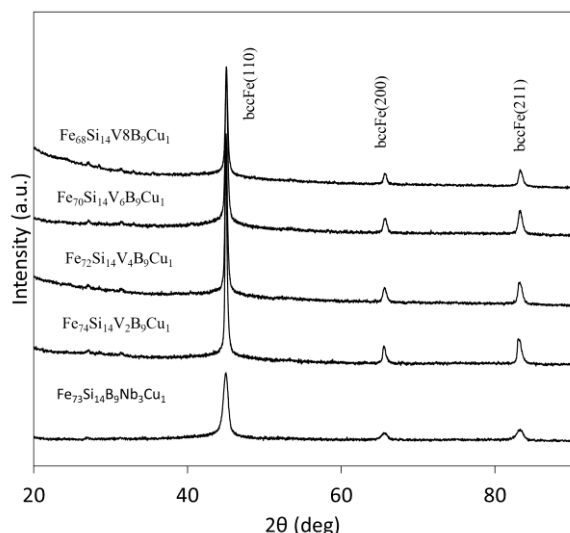


Fig. 2 熱処理後の結晶構造

Fig. 3 に組成 1 と組成 2 から組成 4 の格子定数の V 添加量依存性を示す。縦軸は格子定数、横軸は V 添加量を示している。格子定数 a は式①を用いて 110 面から算出した。V 添加量を増加するにともない格子定数は 0.2850 nm から 0.2844 nm まで減少した。組成 1 の格子定数 0.2849 nm よりも組成 3 の格子定数 0.2489 nm と大きい。Fe の原子半径 0.126 nm より大きな V の原子半径 0.135 nm が Fe-Si に固溶したと推測できる⁽⁴⁾。

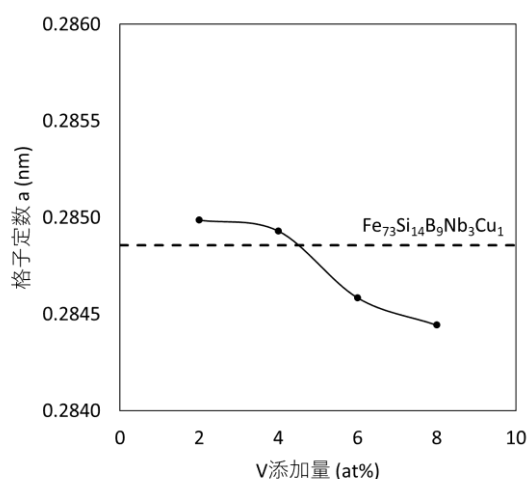


Fig. 3 格子定数における V 添加量依存性

Fig. 4 に結晶粒径の V 添加量依存性を示す。縦軸は結晶粒径 D (nm)、横軸は V 添加量 (at%) を示している。結晶粒径 D は Fig. 2 の解析結果の回析線幅の広がりから式②を用いて算出した。結晶粒径は V 添加量 2 at% のとき 44 nm になり、V 添加量 4 at% 以降は結晶粒径が 27 nm 程度で一定になることがわかった。

V 添加量を増加させることで結晶粒径の微細化を図ったが V 添加量 4 at% 以降は結晶粒径が飽和したため微細化には影響が少ないのだと推察した。

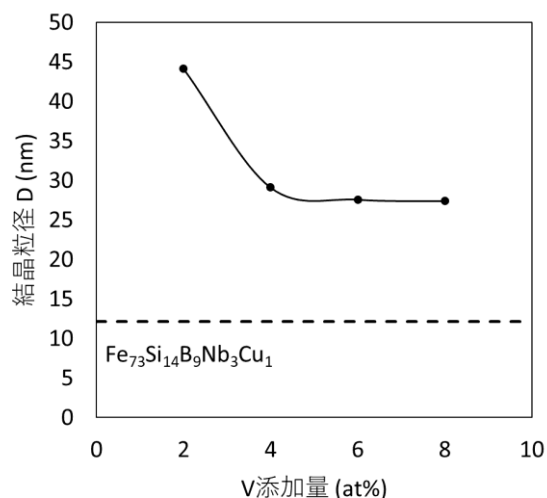


Fig. 4 結晶粒径における V 添加量依存性

4. まとめ

本研究では Fe に固溶する元素として V に着目し、Fe-Si-V の三元合金ナノクリスタルとなるか結晶構造について検討した。

初期アモルファス構造、熱処理後に bccFe 単相の結晶構造になる材料が作製されたと推測した。

また、Fe₇₃Si₁₄B₉Nb₃Cu₁ の格子定数よりも Fe₇₂V₄Si₁₄B₉Cu₁ の格子定数が大きいことから Fe-Si-V の三元合金ナノクリスタル磁性材料が作製されたと推測した。

V 添加量 4 at% 以降、結晶粒径が 27 nm で飽和することがわかった。

参考文献

- (1) 高原良博：「Fe-Cu-Nb-Si-B 系アモルファス合金におけるナノ結晶組織の形成過程」 日本金属学会誌第 63 巻第 3 号(1999) p.367-374
- (2) 渡邊洋：「Fe-Al-Si-Nb-B 微細結晶薄帯の軟磁気特性と構造」 日本応用磁気学会誌第 17 巻第 2 号(1983)p. 191-196
- (3) 吉沢克仁：「超微結晶軟磁性材料「ファインメット」の開発」 日本金属学会会報第 28 巻(1989)4 号
- (4) 上田勇治：「Fe-Si-B-Cu-Nb 非晶質合金中に析出した α -Fe と透磁率」 日本応用磁気学会誌第 18 巻第 2 号(1994)p.463-468