

中性子回折によるFe-Co-V合金の規則相の定量化

利用者 藤原 義行

所属 日立金属株式会社

1. はじめに

高飽和磁束密度の軟磁性材料として実用化されているFe-Co-V合金を用いて、各熱処理後の規則・不規則相の割合を中性子回折実験により測定した結果、規則相生成の有無と冷間加工性に相関関係が認められた。

2. 実験目的

実用化されている高飽和磁束密度のFe-49mass%Co-2mass%V合金は、Fe-Co二元合金中に存在する規則相(B2規則構造)と呼ばれる脆化相に依存して、冷間加工性の低い合金系である。その冷間加工性を改善するためには、V(バナジウム)の添加と固溶化熱処理と呼ばれる急速冷却を前提とした熱処理により、規則相の生成を抑制する必要がある。

本実験は、一般的には困難とされる規則相の定量化を中性子回折実験から明らかとすることで、実用的な見地から冷間加工性と規則相との相関関係を明確にすることを目的とする。

3. 実験方法

表1に示す化学成分の鍛造材(板厚20mm)と熱間圧延材(板厚2.5mm)を準備した。鍛造材からは、高さ10mm×幅10mm×長さ50mmの中性子回折用試験片を採取し、熱延材からは、板厚2.5mm×幅60mm×長さ300mmの冷間圧延用試験片を採取した。各試験片を表2に示す条件で熱処理を行なった後、中性子回折実験と冷間圧延試験との評価に供した。

ここで、中性子回折の測定条件を表3に示す。また、中性回折によって得られたデータを基に、RIETAN-20001)を用いたRietveld法による多相解析(規則相、不規則相+強磁性成分)を行い、規則相の定量化を試みた。

表1. 化学成分 (mass%)

C	Si	Mn	P	S	V	Co	Al	Fe	O
0.002	0.04	0.08	0.005	0.006	1.74	48.96	0.002	Bal.	0.0093

表2. 熱処理条件

No.	条件
1	熱処理なし(熱間加工状態)
2	温度1323K, 保持3.6ks, -0.5 氷塩水浸漬
3	温度1123K, 保持18ks, 炉中冷却
4	温度1153K, 保持36ks, 炉中冷却

表3. 測定条件(中性子回折)

原子炉	JRR-3
評価装置	高分解能粉末中性子回折装置(HRPD)
コリメータ	第1: OPEN、第2: 40'、第3: 6'
中性子波長	1.82371
測定範囲	2.5° < 2θ < 160°
測定ステップ	0.05° / step
計測時間	約13min / step

4. 研究成果

図1に、中性子回折により得られた各試験片の強度プロファイルを示す。また、表4に、得られた強度プロファイルを基に、Rietveld法による多相解析から算出した規則相と不規則相の定量値と冷間圧延試験結果を示す。ここで、多相解析では、規則相、不規則ともに磁気モーメントの値はほぼ同じであるとし、Fe, Coの磁気モーメントが互いに平行、且つその値をFe: 2.9 μB, Co: 1.8 μBと仮定2)して算出した。なお、Rietveld法による多相解析から得られた信頼性因子等を表5に示す(信頼性因子等の定義は、例えば文献3), 4)を参照のこと)。

また、冷間圧延試験は、板厚0.15mmまで冷間圧延が可能であったものを「可」、割れ不具合等で冷間圧延ができなかったものを「否」とした。

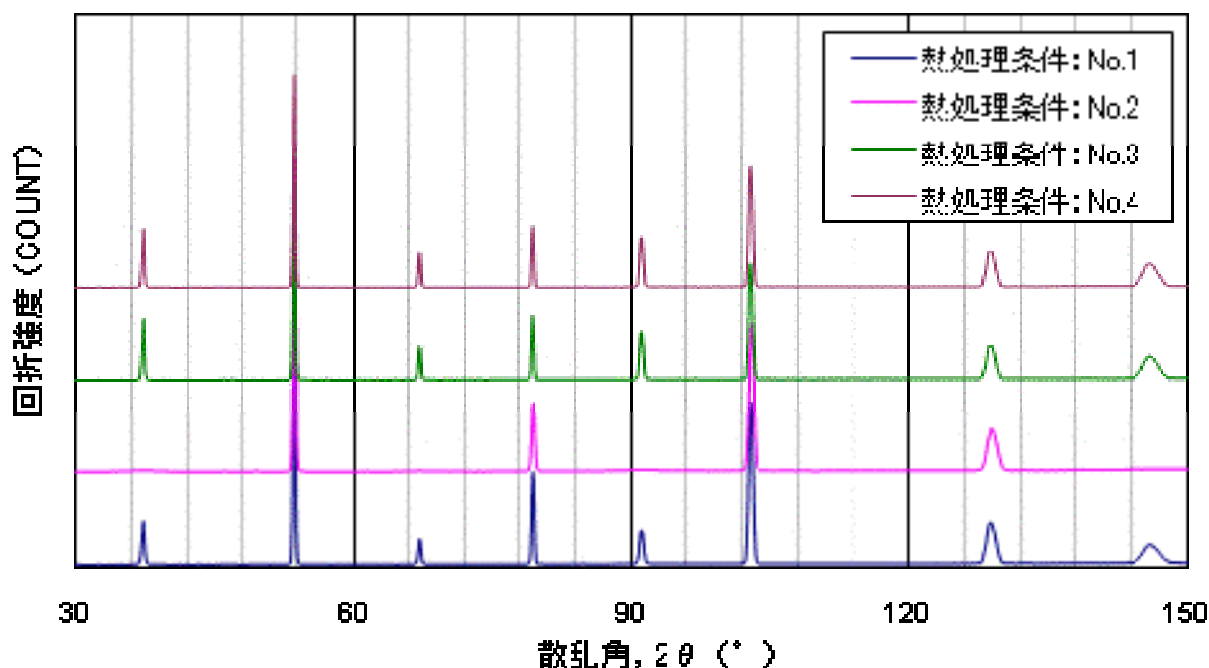


図1. 中性子回折の強度プロファイル

表4. 規則相，不規則相の定量値(Rietveld法)および冷間圧延試験結果

No	熱処理条件	質量分率(mass%)		冷間圧延性 (可否)
		規則相	不規則相	
1	熱処理なし(熱間加工状態)	50.4	49.6	否
2	温度1323K, 保持3.6ks, -0.5 氷塩水浸漬	-	100.0	可
3	温度1123K, 保持18ks, 炉中冷却	88.1	11.9	否
4	温度1153K, 保持36ks, 炉中冷却	86.3	13.7	否

表5. Rietveld法による多相解析から得られた信頼性因子等
(信頼性因子等の定義は，例えば文献3)，4)を参照のこと)

熱処理 No.	R _{wp} (%)	R _p (%)	S	R _i (%)		R _F (%)	
				規則相	不規則相	規則相	不規則相
1	6.44	4.62	1.358	4.70	2.75	4.00	2.48
2	5.36	4.08	1.187	-	1.95	-	1.31
3	6.39	4.65	1.264	4.65	2.80	5.34	2.88
4	5.89	4.27	1.179	4.37	2.46	3.62	1.94

5. 結論・考察

表4から，冷間圧延が出来なかった熱処理条件1，3，4では，凡そ50%～90%の規則相の生成が認められるが，冷間圧延が可能であった熱処理条件2では，規則相の割合は零であり，規則相の生成が冷間加工性を阻害する要因であることが分かった。

また，本実験から，一般的には困難とされる規則相，不規則相の定量化が中性子回折により可能であることが分かった。今後，熱処理温度，冷却速度を振った実験を行い，より詳細な規則相の割合と冷間加工性の相関関係について，調査を行いたい。ただし，解析精度をさらに向上させるためには，規則相，不規則相におけるFe，Co磁気モーメントの正確な値を与える必要がある。

6. 引用(参照)文献等

- 1). F.Izumi and T.Ikeda, Mater.Sci.Forum 321-324(2000)198.
- 2). G.Parette and I Mirebeau, Physica B 156&157(1987)721.
- 3). “粉末X線解析の実際(第2版)”, 中井 泉, 富士夫 [編](朝倉書店, 2009)
- 4). <http://homepage.mac.com/fujioizumi/>