

3次元ボールミルによる $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{37.5}\text{Si}_{37.5}$ のメカニカルアロイング

茨城大学工学部 池田輝之先生 共同研究

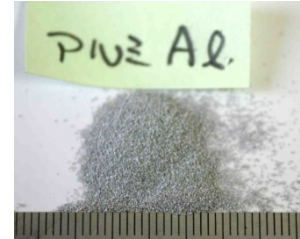
2016年(平成28年)6月10日 株式会社ナガオシステム 長尾 文喜
材料投入・サンプリング開封・回収は茨城大学池田研・アルゴン雰囲気グローブBOX
(実験設置小型3次元ボールミル 3DB-80 S45C 容器+WC ボール使用)

試料① アルミニウム

元素：Al

原料：高純度化学研究所 型番 ALE01PB 純度：99%UP

重量：16.1168g 化学組織：25% (at.%)



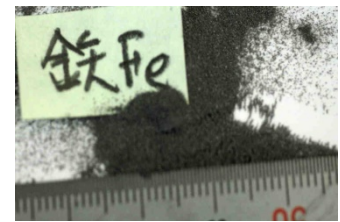
粒径 150~300 μm

試料② 鉄

元素：Fe

原料：高純度化学研究所 型番 FEE08PB 純度：99%UP

重量：49.2458g 化学組織：37.5% (at.%)



粒径 50~200 μm

試料③ シリコン

元素：Si

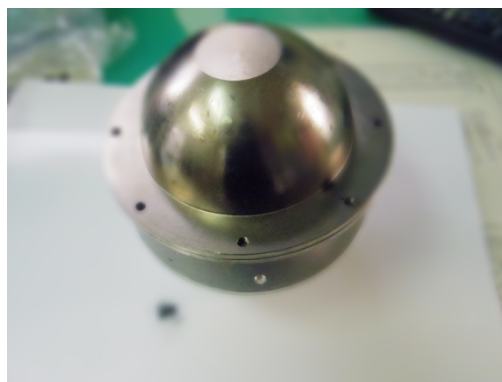
原料：高純度化学研究所 型番 SIE70PB 純度：99.9%UP

重量：24.1752g 化学組織：37.5% (at.%)



粒径 2~15 μm

・容器:3D-80用 S45C ボウル(台付) 容器



WC タングステンカーバイト ϕ 5mm 700g

WC タングステンカーバイト ϕ 10mm-5個-42g

投入材料：Al-16.1168g, Fe-49.2458g, Si-24.1752g

合計 89.5378g

【運転スタート】

上下回転数(主軸)：450rpm 0.5A

水平回転数(3次元軸)：450+450=900rpm 0.5A

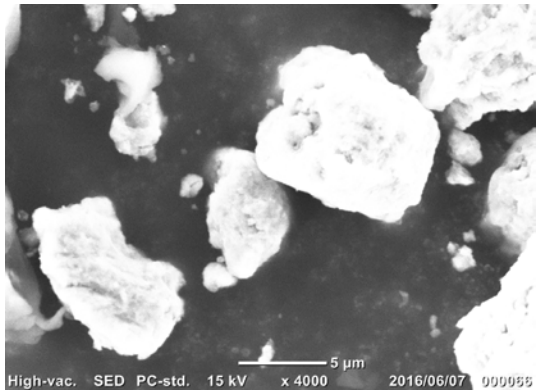
操作部合計負荷電流=1.3A

【10分後～48時間】

上下回転数(主軸) : 450rpm 0.4A
水平回転数(3次元軸) : 450+450=900rpm 0.4A
容器温度 : 49°C 恒温槽温度 : 25°C 発熱 : 24deg C
操作部合計負荷電流=1.1A



48時間後のサンプル回収(グローブBOX内部にて) SEM用サンプル品



48時間後の Al₂₅Fe_{37.5}Si_{37.5} 上の SEM 粒径 0.2~10 μm

【46~96時間後】

上下回転数(主軸) : 450rpm 0.3A
水平回転数(3次元軸) : 450+450=900rpm 0.3A
容器温度 : 48°C 恒温槽温度 : 25°C 発熱 : 23deg C
操作部合計負荷電流=0.9A

96時間後のサンプル回収(グローブBOX内部にて)



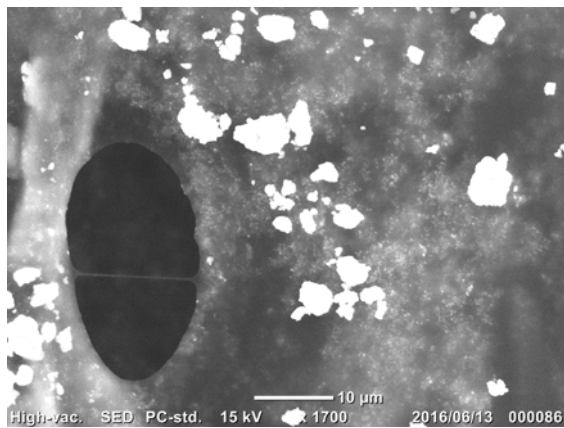
容器



蓋

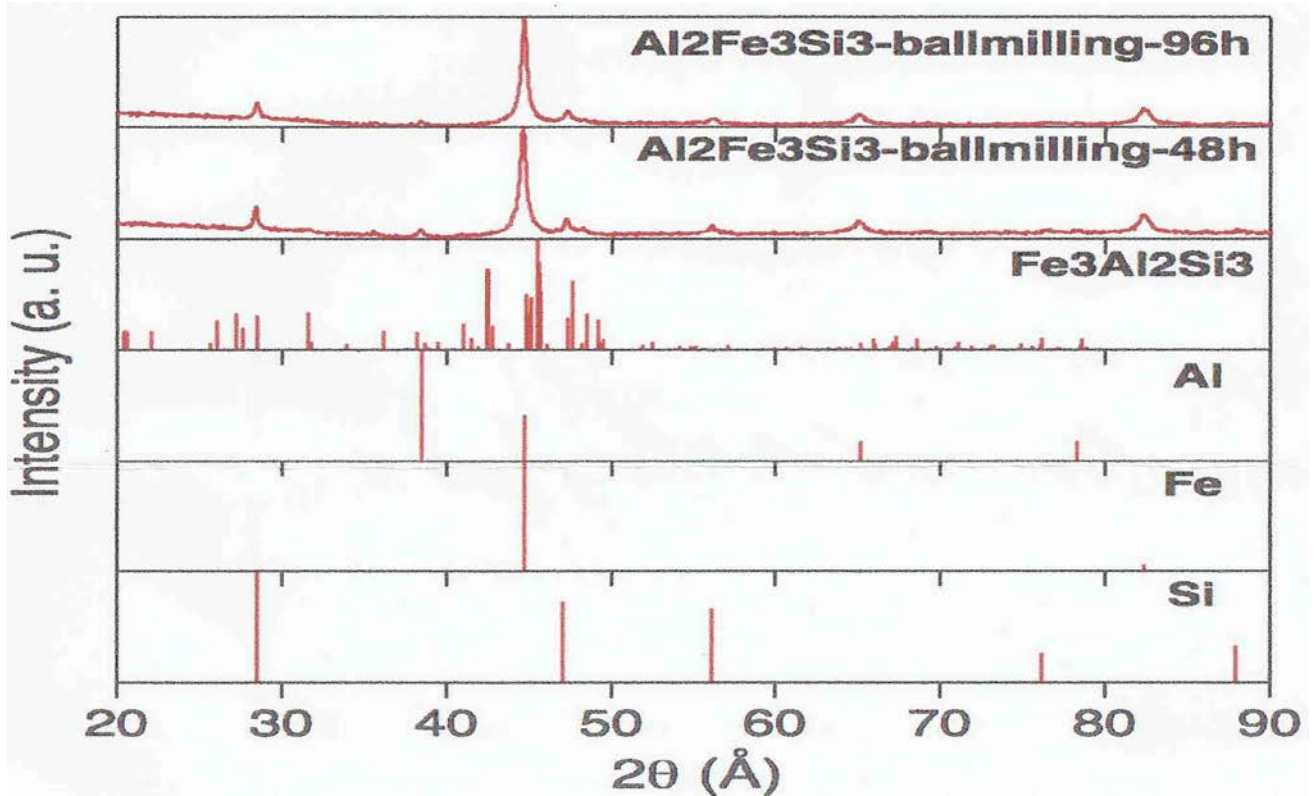


SEM用サンプル品



96時間後の Al₂₅Fe_{37.5}Si_{37.5} 上の SEM 粒径 0.2~20 μm(凝集)

結果】 XRD(X線)解析分析(茨城大学工学部 池田研究室)



小型3次元ボールミル3D-80装置にて48時間及び96時間後の粉末X線解析プロファイルを行った。その結果、シリコンSi及びアルミニウムAlは3次元ボールミリングにより微細化された為、ピークが小さくなった。一方で鉄Feは比較的大きなピークとなって残った。これは最初の試料鉄Feの粒子50~200 μm と大きい事に加えシリコンSi及びアルミニウムAlに比べて、鉄Feは塑性が高く、ミリングされ難いと考えられる。

しかしSEM(電子顕微鏡)にて鉄Fe初期粒径50~200 μm が48時間後では粒径0.2~10 μm と約1/20に微細化した。しかし、それに対して98時間後では0.2~20 μm と反対に粒径が倍の大きさになったがこれは凝集した結果と推測する。これらを圧縮して焼結すれば夢の熱電材料 $\text{Al}_{25}\text{Fe}_{37.5}\text{Si}_{37.5}$ である。

尚、共同研究先の茨城大学工学部 池田研究室の報告では「不純物元素の混入は認められない」ということ評価を頂いた。即ちタングステンカーバイトボールのからのコバルトや炭素鋼容器S45Cからのコンタミは無かったとの事でこれは遊星ボールミル等での激しく叩き砕く粉碎運動と異なり3次元ボールミルでは球容器全面で石臼が擦る、擦る擦る運動の為に発熱もタングステンボールを使用したわりには低いのはその擦る擦る運動の為に考えられる。また粉碎粒子は遊星ボールミルでの鱗片状と異なり3次元ボールミルでは角の無い丸い粒径が得られている。