

SiO₂ で表面被覆した α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の回転ヒステリシス損失解析

○飛世 正博, 斉藤 伸 (東北大学)

Rotational hysteresis loss analysis for SiO₂ coated α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles
Masahiro Tobise, and Shin Saito (Tohoku University)

はじめに

窒素侵入型化合物 α'' -Fe₁₆N₂ は約 226 emu/g の飽和磁化と 9.6×10^6 erg/cm³ 以上の一軸結晶磁気異方性エネルギーを有することから、ハードあるいはセミハード磁性材料としての応用が期待されている¹⁾。講演者らは酸化鉄や水酸化鉄を還元した Fe 粒子を窒化することによって α'' -Fe₁₆N₂ 粒子を合成するプロセスにおいて、出発原料やプロセス条件による α'' -Fe₁₆N₂ 粒子の形態変化、およびそれらが磁気特性に与える影響について一連の研究を行っている²⁾。課題は α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の異方性磁界を高めるとともに、集合体中での粒子間に働く磁氣的相互作用を低減させて保磁力を向上させることである。Fe 系ナノ粒子では、酸化部や充填率の影響で体積を正確に評価することが困難であることから、ナノ粒子の回転ヒステリシス損失(磁界を正回転、負回転させた際に得られる磁気トルク曲線の差)を測定することによって種々の特性磁界を場の次元で評価することが適切であろうと考えている。今回、粒子間の磁氣的相互作用を低減するために、 α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子表面に SiO₂ を被覆し、トルクメータを用いた回転ヒステリシス損失解析によって種々の特性磁界を評価したので報告する。

実験方法

出発原料には Nanotek 社製の球状 γ -Fe₂O₃ ナノ粒子を用いた。300~380 °C で水素中 2 時間の還元処理、引き続き 135~170 °C でアンモニアガス中 4 時間の窒化処理を行った。次に TEOS (Tetraethyl orthosilicate) を用いて攪拌しながら反応させ α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子表面に SiO₂ を被覆させた。SiO₂ の厚さは TEOS 量および反応時間を変えて制御した。回転ヒステリシス損失 W_r が 0 となる磁界 $H_{Wr=0}$ 、 W_r が最大となる磁界 H_p を磁気トルクメータで、 H_c を VSM で測定した。

実験結果

Fig. 1 に SiO₂ で被覆された α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の TEM 像を示した。被覆層の平均厚さは TEM 像から求めた。Fig. 2 に γ -Fe₂O₃ ナノ粒子を出発原料として SiO₂ 被覆層の厚さを変えて作製した α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の $H_{Wr=0}$ 、 H_p 、 H_c および $H_p/H_{Wr=0}$ の変化を示した。5nm 以上の SiO₂ で被覆することにより $H_{Wr=0}$ は 12.4 kOe から 11.5 kOe 程度に低下した。 H_c は 2050 Oe から 2300 Oe 程度に、 H_p は 3700 Oe から 4200 Oe 程度に高くなった。 $H_p/H_{Wr=0}$ は、0.30 から 0.37 程度となり、磁氣的相互作用がない場合の理論計算値 0.51 の 60 % から 76 % まで向上した。SiO₂ で被覆することにより磁性粒子の孤立性は高まったと考えられる。

参考文献 1) R. Skomski and J. M. D. Coey, *Scripta Mater.*, **112** (2016) 3. 2) M. Tobise, T. Ogawa, and S. Saito, *J. Magn. Soc. Jpn.*, **41** (2017) 58.

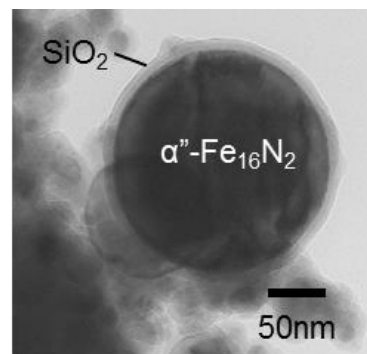


Fig. 1 TEM image of α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles coated with SiO₂

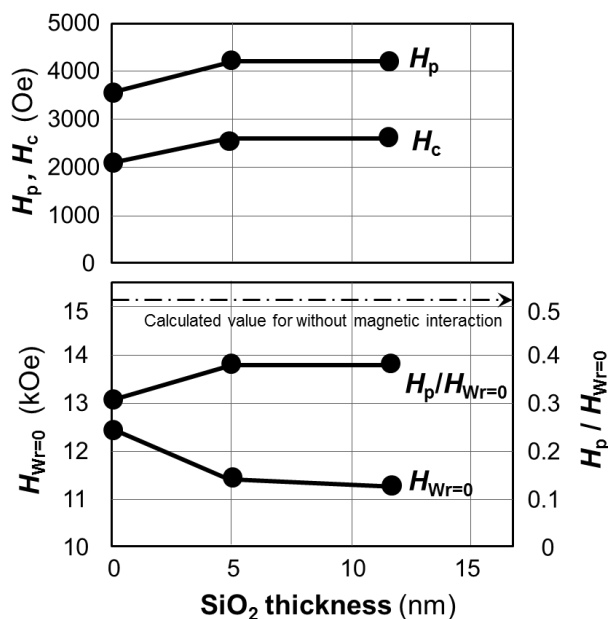


Fig. 2 $H_{Wr=0}$, H_p and $H_p/H_{Wr=0}$ changes as a function of SiO₂ thickness.