

水素ガス中低温熱処理による Fe ナノ粒子の飽和磁化改善

金甫根、藏裕彰、田中雅明、林靖、長谷川順、小川智之*
((株) デンソー、*東北大院工)

Improvement of saturation magnetization of Fe nanoparticles
by low-temperature post-annealing in a hydrogen atmosphere

M. Kin, H. Kura, M. Tanaka, Y. Hayashi, J. Hasegawa, T. Ogawa*
(DENSO CORPORATION, *Eng. Tohoku Univ.)

はじめに

Fe ナノ粒子は他の磁性ナノ粒子と比べ高い飽和磁化を有するため、基礎的な研究だけでなく新規軟磁性材料などへの応用に向けた研究も盛んに行われている。Fe ナノ粒子の合成法の一つとして、 $\text{Fe}(\text{CO})_5$ の熱分解法が知られている。その方法を改良した $\text{Fe}(\text{CO})_5$ とオレイルアミンを反応させた前駆体(反応前駆体)を熱分解させる方法は、Fe ナノ粒子の粒径を 10 nm 以下の範囲で制御することに優れている¹⁾。しかしながら、反応前駆体の熱分解法で得られた Fe ナノ粒子(6.5 nm)の飽和磁化は 300 K で $155 \text{ emu/g}_{\text{net}}$ であり、バルクの $\alpha\text{-Fe}$ の値の 71%に留まっている²⁾。その原因は得られたナノ粒子の結晶構造が $\alpha\text{-Fe}$ に比べて歪んでいることだと考えられている。本研究では Fe ナノ粒子の歪みを緩和し飽和磁化を向上させるため、水素雰囲気中で熱処理することを試みた。

実験方法

$\text{Fe}(\text{CO})_5$ とオレイルアミンを反応させた前駆体を溶媒中で熱分解することによって Fe ナノ粒子を合成した。合成後、ナノ粒子を洗浄し永久磁石で回収した。回収したナノ粒子を減圧乾燥($\sim 10^{-2}$ Torr)により粉末状とした。その後、水素ガス中において 200 °C で 4 時間熱処理を行った。X 線回折装置(XRD)、透過型電子顕微鏡(TEM)、試料振動型磁力計(VSM)を用いて、Fe ナノ粒子の結晶構造、粒径、磁気履歴曲線を評価した。

実験結果

合成直後と水素ガス中熱処理後の Fe ナノ粒子の XRD の結果を Fig.1 に示す。合成直後は $\alpha\text{-Fe}$ のピーク位置に比べて低角側に回折線が確認され、格子が広がるように歪んでいることがわかる。一方、水素ガス中熱処理後は $\alpha\text{-Fe}$ のピーク位置とほぼ同じ位置に回折線が確認された。合成直後および水素ガス中熱処理後の Fe ナノ粒子の飽和磁化の大きさは、Fig.2 に示す磁気履歴曲線からそれぞれ $86 \text{ emu/g}_{\text{net}}$, $188 \text{ emu/g}_{\text{net}}$ であった。水素ガス中熱処理後に飽和磁化が大きく向上した原因は、Fe ナノ粒子の結晶構造が $\alpha\text{-Fe}$ に近づいたためだと考えられる。また、合成直後と水素ガス中熱処理後の TEM 像より、Fe ナノ粒子の平均粒径が 6.5nm であり、熱処理前後でナノ粒子の粒径に変化がないことがわかった。これは界面活性剤が脱離・分解しないで粒子表面に配位しているためと考えられる。以上の結果より、低温の水素ガス中で熱処理を行うことで、10nm 以下の高飽和磁化の Fe ナノ粒子を得ることができた。

参考文献

1) T. Ogawa et. al., J. Magn. Soc. Jpn., 36, 202 (2012)

2) M. Kamata et. al., J. Magn. Soc. Jpn., 36, 309 (2012)

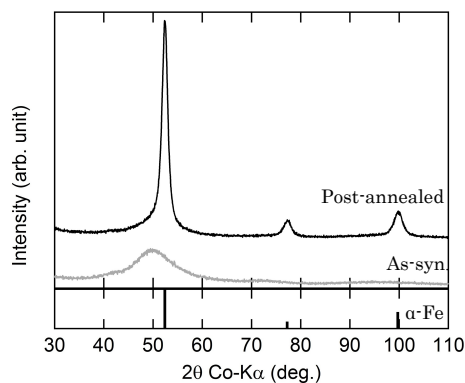


Fig.1 XRD patterns of Fe nanoparticles

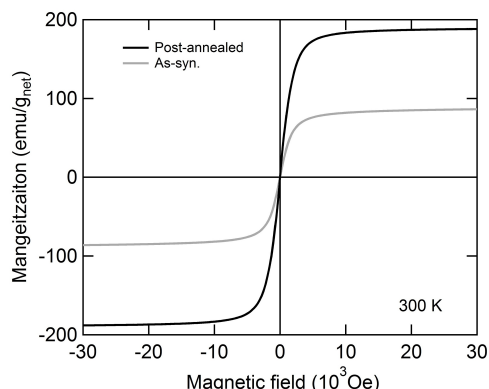


Fig.2 M-H curves of Fe nanoparticles