

## オレイルアミン被覆型鉄ナノ粒子を用いた窒化鉄ナノ粒子の合成

小川智之、<sup>○</sup>本波優介

(東北大院工)

Synthesis of  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> nanoparticles by using Fe nanoparticles covered by oleylamineT. Ogawa、<sup>○</sup>Y. Honnami

(Eng. Tohoku Univ.)

**はじめに**

窒化鉄( $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>)は高飽和磁化(高  $M_s$ :226 emu/g)、高結晶磁気異方性磁界(11.8 kOe)といった特性を持つことから、界面活性剤で覆われた  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> ナノ粒子およびその集合体は様々な応用が期待されている。これまで  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 粒子は酸化鉄を出発材料として作製されてきた<sup>1)</sup>。しかし、この方法で作製された粒子は粒径のばらつきが大きく、粒子凝集が生じてしまう問題がある。そこで本研究では、界面活性剤(オレイルアミン(OAm))で覆われ、かつ、均一粒径の Fe ナノ粒子<sup>2)</sup>に着目し、それを出発材料とし、 $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> ナノ粒子の作製を試みた。

**実験方法**

Fe(CO)<sub>5</sub> と OAm の混合前駆体を Dodecane 溶媒中で熱分解することにより Fe ナノ粒子を得た<sup>2)</sup>。得られた Fe ナノ粒子を H<sub>2</sub> ガス中で熱処理を行った。その後、NH<sub>3</sub> ガスを用いた窒化処理を行い  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> を作製した。試料振動型磁力計(VSM)、X線回折装置(XRD)、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて、ナノ粒子の磁気特性、結晶構造および粒径を評価した。

**実験結果**

最適な条件下で窒化処理を行ったナノ粒子の XRD の結果を Fig.1 に示す。これより、所望の  $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> 相の他に  $\alpha$ -Fe 相や  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N 相が混在していることが分かる。Rietveld 解析の結果、 $\alpha''$ -Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> が 70%、 $\alpha$ -Fe が 10%、 $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N が 20%生成していた。各生成相割合と各相の  $M_s$  の文献値をもとに試料の  $M_s$  を計算すると、205 emu/g であった。一方、VSM から得られた  $M_s$  の値は 209 emu/g であり、この結果は実験誤差の範囲内で Rietveld 解析の結果と一致した。以上のことから、合成した試料は多相であることが分かった。窒化処理前後の粒子の TEM 像を Fig.2 に示す。窒化処理前後の平均粒径はそれぞれ 10.6 nm、10.5 nm であり、ほとんど変化がなく粒子凝集も起きていないことが分かった。

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の委託事業未来開拓研究プログラム「次世代自動車向け高効率モーター用磁性材料技術開発」の結果得られたものです。

**参考文献**

- 1) T. Ogawa *et al.*, Appl. Phys. Express, **6**, 073007(2013).
- 2) H. Kura *et al.*, J. Phys. Chem. C **114**, 5835 (2010).

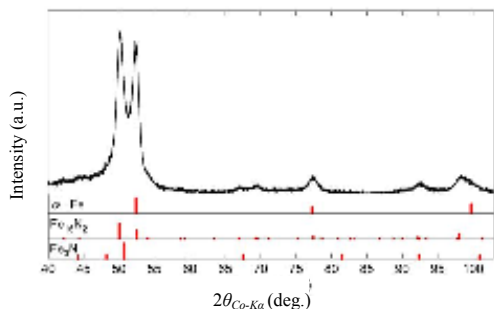


Fig.1 XRD pattern of Fe-N nanoparticles.

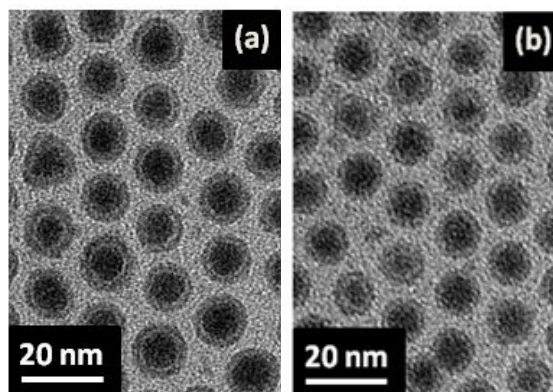


Fig.2 TEM images of nanoparticles (a) before and (b) after nitridation process.