

無配向 α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の回転ヒステリシス損失解析

○飛世 正博, 小川 智之, 斉藤 伸 (東北大学)

Rotational hysteresis loss analysis for randomly oriented α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles assembly

Masahiro Tobise, Tomoyuki Ogawa and Shin Saito (Tohoku University)

はじめに

窒素侵入型化合物 α'' -Fe₁₆N₂ は室温において約 1620 emu/cm³ の飽和磁化と 10⁶ 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が薄膜の研究から知られており¹⁾, 等方性高飽和磁化ハード磁性材料として期待されている²⁾. α'' -Fe₁₆N₂ 無配向試料を得る研究としては, Fe 酸化物あるいは水酸化物のナノ粒子を還元して Fe を作製し, 引き続き窒化することによって集合体を作製する試みがいくつか報告³⁻⁴⁾ されている. 課題は α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の異方性磁界 H_k^{ptc} 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 H_c を向上させることである. しかしながら α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子の磁気異方性や集合体中での磁氣的粒間相互作用についての定量的な報告は少なく, 無配向試料の H_c 発現起源の磁気物性に基づく理解には至っていない. 我々は 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を鑑み, 磁性ナノ粒子ならびにその集合体の磁気特性を場の次元で評価することが適切であろうと考えた. 本講演では, α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体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, 無配向 α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の種々の特性磁界の評価を試みた結果を報告する.

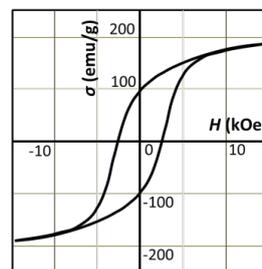


Fig. 1 Hysteresis loop of α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles

実験方法

α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子は, 酸化鉄を還元・窒化して合成し無配向試料とした. 粉末 X 線回折の結果から, 合成したナノ粒子の 90% は規則化していることを確認している. 透過電子顕微鏡観察から求めたナノ粒子の粒径を用いて計算した $K_u V/kT$ は (K_u : 磁気異方性エネルギー, V : 体積, k : ボルツマン定数, T : 絶対温度) は 20000 以上であり, 今回合成したナノ粒子では特性評価における熱擾乱の影響は無視できることを確認した. 無配向試料の H_c は VSM (最大印加磁界: 14 kOe) により, H_k^{ptc} (外挿によって求められる回転ヒステリシス損失が 0 となる磁界) と H_p (回転ヒステリシス損失が最大となる磁界) はトルク磁力計 (最大印加磁界: 20 kOe) により測定した.

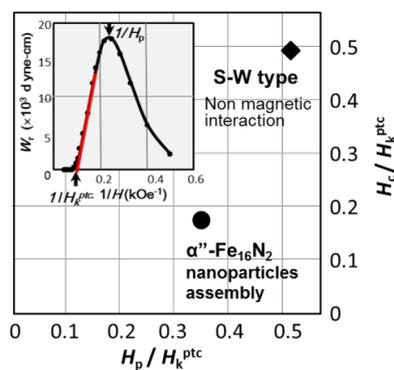


Fig. 2 Relationship between H_c/H_k^{ptc} and H_p/H_k^{ptc} of α'' -Fe₁₆N₂ nanoparticles assembly

実験結果

Fig. 1 に無配向 α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の磁化曲線を, Fig. 2 の挿入図にその回転ヒステリシス損失曲線を示した. 今回合成した α'' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の H_k^{ptc} は 11.0 kOe, H_p は 3.9 kOe, H_c は 1.9 kOe であった. 薄膜で報告¹⁾ されている H_k の値 (K_u の測定値から $H_k = 2K_u/M_s$ の式を用いて算出) が 6.2 kOe であったことを考慮すると, ナノ粒子の異方性磁界は薄膜のそれよりも高い. このことは集合体が規則度の高い α'' 相ナノ粒子から構成されていることを示唆している. 集合体としての磁気特性解析をするために, Fig. 2 に無配向試料の H_p/H_k^{ptc} 対 H_c/H_k^{ptc} のグラフを示した. 丸 ● (0.35, 0.18) は実験値, 菱形 ◆ (0.51, 0.48) は磁氣的相互作用が無い場合の理論値である. 本稿に示した集合体試料の場合, ナノ粒子の磁氣的孤立性を高める方策により H_c は 2.7 倍向上の余地があることがわかる.

参考文献 1) M. Takahashi et al., *J. Magn. Magn. Mat.*, **239**, 479 (2002). 2) T. Ogawa et al., *Appl. Phys. Express*, **6**, 073007 (2013). 3) E. Kita et al., *J. Magn. Magn. Mat.*, **310**, 2411 (2007). 4) S. Yamashita et al., *J. Solid State Chem.*, **194**, 76 (2012).