

α -FeOOH を用いて作製した α' -Fe₁₆N₂ 磁性ナノ粒子の磁気特性

○飛世 正博, 斉藤 伸 (東北大学)

Magnetic properties of α' -Fe₁₆N₂ magnetic nanoparticles synthesized using various α -FeOOH as raw materials

Masahiro Tobise, 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, 等方性ハード磁性材料として応用が期待されている¹⁾. α' -Fe₁₆N₂ 粒子の合成方法として α -FeOOH を脱水して α -Fe₂O₃ にした後, 還元して Fe を作製し, 引き続き窒化するプロセスが知られている²⁾. 一般に出発原料の形状が変われば中間あるいは最終生成物の形状も変化すると考えられるが, この α' -Fe₁₆N₂ 粒子合成プロセスにおいて出発原料の形状を詳細に変えて検討した例はない. 本研究では α -FeOOH の形状を変化させた場合, 最終的にいかなる真性的な磁気特性を有する α' -Fe₁₆N₂ 粒子が合成されるかを評価した. まず Fig.1 に示した「第一鉄塩水溶液の中和-湿式酸化法における α -FeOOH の合成条件」³⁾ を参照して α -FeOOH 単相が生成する領域 (図中の斜線部に対応) を求め, この領域の中で反応条件を変えて作製した α -FeOOH を出発原料とした.

実験方法

第一鉄塩水溶液の中和-湿式酸化法において, 第一鉄塩には FeSO₄ を, 中和するためのアルカリには Na₂CO₃ を用いた. Fig.2 にこの反応実験で行ったモル比 R と酸化温度を示した. モル比は 1, 2 および 3 を選び, 酸化温度は 30, 50 および 70 °C とした. 生成した α -FeOOH を加熱して α -Fe₂O₃ とした後, 300~380 °C で 2 時間水素中還元処理を行った. 引き続き 135~170 °C で 4 時間アンモニア中窒化処理を行った. 生成相の同定は X 線回折によった. 無配向試料の磁化 σ および保磁力 H_c は VSM で測定した. またトルクメータによる回転ヒステリシス損失解析によって $H_{W=0}$ (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) を測定した.

実験結果

Fig. 2 に各々の反応条件における生成相を示した. 図中の A, B および C の条件で α -FeOOH 単相が得られた. その他の条件では異相が生じた. Fig.3 に, これらの α -FeOOH を TEM で観察した結果を示す. 酸化温度が 50 °C, モル比が 2 あるいは 3 のときは紡錘状の形状 (A と B) を呈し, 酸化温度が 40 °C, モル比が 3 のときは球状に近い形状 (C) となった. 酸化温度が 10 °C 異なると α -FeOOH の形状が大きく変化することがわかる. Table 1 に, これらの α -FeOOH から作製した α' -Fe₁₆N₂ ナノ粒子集合体の磁化 σ と $H_{W=0}$ および保磁力 H_c を示した. $H_{W=0}$ は A, B, C とも同じ程度であるが, σ と H_c は A, B と C では異なった. C は A, B より粒径が小さいため酸化の影響を受けて σ が低下したが, 粒子の孤立性が高くなり H_c が向上したと推察している. 講演では中間生成物である Fe 粒子の形状との関連も含めて報告する.

参考文献 1) T. Ogawa et al., *Appl. Phys. Express*, **6**, 073007 (2013). 2) K. Shibata et al., *J. Magn. Soc. Jpn.*, **30**, 501 (2006). 3) M. Koyama et al., *Bull. Chem. Soc. Jpn.*, **47**, 1646 (1974).

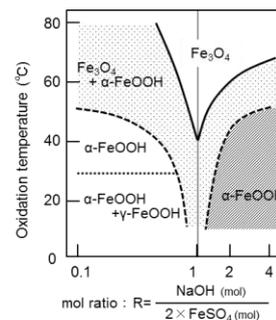


Fig.1 Conditions for formation of α -FeOOH reported by Koyama et al.³⁾

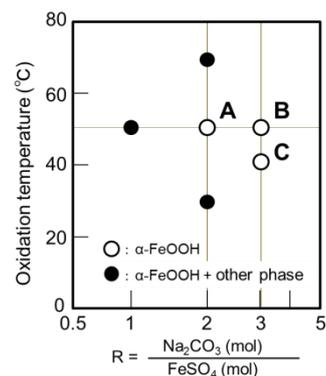


Fig.2 Conditions for formation of α -FeOOH by the air oxidation

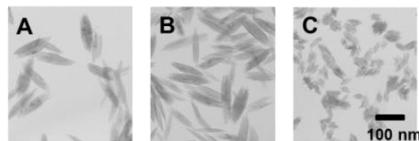


Fig.3 Shape of α -FeOOH synthesized under the conditions of A, B and C in Fig.2

Table 1. σ and H_c of α' -Fe₁₆N₂ nanoparticles produced by reduction and nitriding from several α -FeOOH

	A	B	C
σ (emu/g)	186	187	135
$H_{W=0}$ (kOe)	11.1	11.5	11.0
H_c (Oe)	1710	1680	2020