

超音波噴霧熱分解法による M 型フェライトの合成と磁気特性の評価

(阪大院工) ○田中 孝佳、高田 幸生、中川 貴、清野 智史、山本 孝夫

【背景】六方晶系の M 型フェライト  $BaFe_{12}O_{19}$  は高い一軸異方性と保磁力を有するので、記憶媒体や永久磁石などに応用されている。記憶媒体の高密度化や永久磁石の小型化のためには、単磁区で均一な粒径を持つ M 型フェライトを作製することが望ましいが、従来の固相反応法では難しい。本研究では、M 型フェライトの作製に超音波噴霧熱分解法の適用を試みた。超音波噴霧熱分解法は超音波によって発生させたミストをキャリアガスによって高温域に流入させ、乾燥・分解過程を経て微粒子を合成する方法である。高温域でマイクロメートルサイズのミストが反応場となるため、組成や粒径が均一な粒子を短時間・低温で容易に合成できる可能性がある。しかし、この方法を用いて作製した M 型フェライト粒子の磁気特性を報告した例はほとんどない。本報告では、キャリアガスの種類と滞留時間・高温域の温度が、得られた M 型フェライト粒子の磁気特性に及ぼす影響を調査した。

【実験】硝酸鉄九水和物  $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  と硝酸バリウム  $Ba(NO_3)_2$  を、M 型フェライト  $BaFe_{12}O_{19}$  の化学量論組成に従い純水に溶解させ、金属イオン濃度を  $0.1 \text{ mol/l}$  になるように調合した。その溶液に金属イオン総量と等モル量のクエン酸を加え、アンモニアを滴下して pH を 7 に調整し、 $80^\circ\text{C}$  で 6 時間還流することで出発溶液を作製した。高温域の温度 ( $800-1100^\circ\text{C}$ ) ・キャリアガスの種類 (空気,  $O_2$ ) ・キャリアガスの流量 ( $1000, 2000 \text{ ml/min.}$ ) をパラメーターとして合成を行った。生成試料のキャラクタリゼーションとして XRD 測定・SEM 観察・磁化測定を行った。

【結果】図に M 型フェライト組成の出発溶液を用いて合成した粒子の XRD パターンを示す。高温域の温度は  $800-1100^\circ\text{C}$ 、キャリアガスの種類は Air、流量は  $2000 \text{ ml/min.}$  とした。この時の高温域の滞留時間は約 32 秒であった。この結果から、噴霧熱分解法を用いることで M 型フェライトを  $900^\circ\text{C}$  で合成できることが確認できた。試料の SEM 観察より数十 nm の M 型フェライト一次粒子が凝集し、 $200\text{nm}-1 \mu\text{m}$  の中空状二次粒子を形成していることを確認した。表に高温域の温度  $800-1100^\circ\text{C}$ 、キャリアガスを空気、流量を  $2000 \text{ ml/min.}$  とした合成した粒子の磁化測定の結果を示す。本報告で採用した温度範囲では高温域の温度が高いほど飽和磁化  $M_s$  ・残留磁化  $M_r$  ・保磁力  $H_c$  は高くなることが分かった。高温域の温度を  $1000^\circ\text{C}$  にして合成した試料は、固相反応法と比べても遜色ない飽和磁化・残留磁化・保磁力を有していることが分かった。キャリアガスの種類と滞留時間の影響は当日報告する。

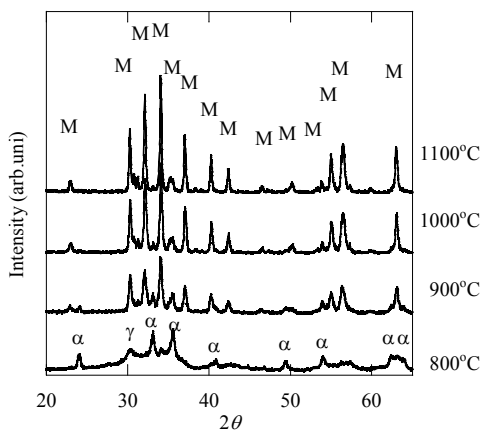


表 M 型フェライト組成水溶液から合成した粒子の磁化測定結果

$T(^\circ\text{C})$	$M_s(\text{emu/g})$	$M_r(\text{emu/g})$	$H_c(\text{Oe})$
800	25.2	1.2	80
900	47.0	21.5	4540
1000	61.1	29.1	5630
1100	62.9	30.0	5940

図 M 型フェライト組成水溶液から合成した粒子の XRD パターン

M :  $BaFe_{12}O_{19}$  ,  $\alpha$  :  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  ,  $\gamma$  :  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$