

超音波噴霧熱分解法による M 型フェライトナノ粒子の合成と評価

(阪大院工) ○田中 孝佳, 木下 卓也, 清野 智史,
(東工大院理工) 中川 貴, (阪大院工) 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、単磁区かつ超常磁限界以上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。液相反応の一つである超音波噴霧熱分解法は、超音波によって発生させたマイクロサイズのコロイドをキャリアガスによって高温域に流入させ、乾燥・熱分解過程を経て微粒子を合成する方法であり、組成や粒径が均一な粒子を短時間・低温で合成できる可能性がある。本報告では、上記の超音波噴霧熱分解法の出発溶液 (M 型フェライト組成) に炭素微粒子 (平均粒径 30 nm) を懸濁させ、キャリアガスに空気をを用いると、コロイド中に存在する炭素が高温域において酸化することを利用して、M 型フェライトナノ粒子の合成を試みた。

【 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 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 に調整した後で、 80°C で 6 時間還流し、その後平均粒径 30 nm の炭素微粒子を懸濁させ出発溶液を作製した。高温域の温度・キャリアガスの種類・キャリアガスの流量・炭素微粒子重量をパラメータとして合成を行った。生成粒子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 】得られた生成物の XRD パターンから、合成した試料は M 型フェライト単相であることを確認した。図 1 (上) に、高温域の温度 1000°C 、キャリアガスを空気、流量を 2000 ml/min とし、炭素微粒子懸濁無しの出発溶液から合成した粒子の SEM 像を示す。粒径が数百 nm の多孔質で中空の球状の粒子が得られることがわかる。炭素微粒子を溶液 1000ml に 2g 懸濁させた出発溶液から合成した粒子の SEM 像を図 1 (下) に示す。球状の粒子はほとんど見られず、平板状の粒子が多く見られる。この違いは、炭素懸濁液の場合、ミストの水分蒸発による粒子生成過程において、炭素微粒子が M 型フェライトの粒界に析出し、図 1 (上) に示すようなバルーン状粒子が一旦形成するが、この粒子が高温部を通過する際に析出した炭素微粒子が空気により酸化され、バルーン状粒子を形成する M 型フェライトナノ粒子がバラバラになるためであると考えられる。図 2 に得られた粒子の磁化測定結果を示す。磁化測定の結果から、炭素微粒子を懸濁させた出発溶液から合成した粒子は、炭素微粒子懸濁無しの出発溶液から合成した粒子と比較しても、大差ない飽和磁化 (55.3 emu/g)・残留磁化 (28.5 emu/g)・保磁力 (5370 Oe) を有した。

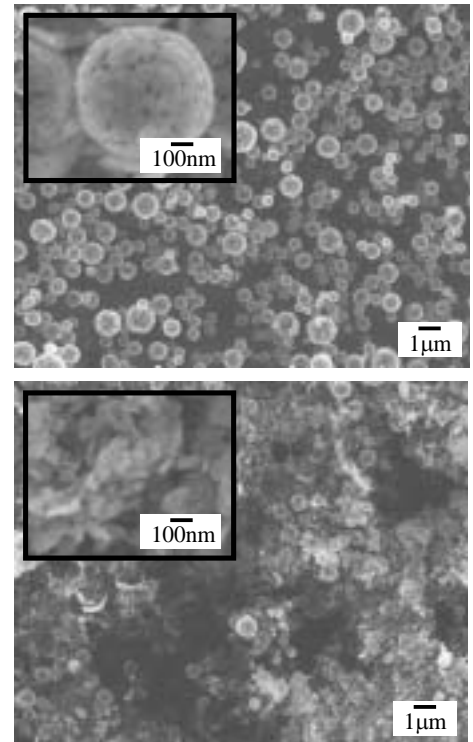


図 1
(上) 炭素微粒子無しの出発溶液から合成した粒子
(下) 炭素微粒子懸濁の出発溶液から合成した粒子

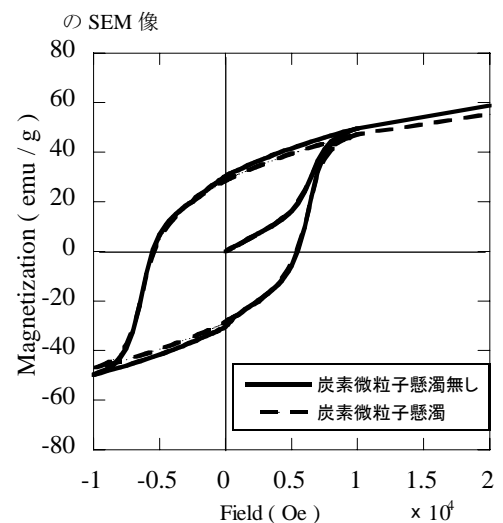


図 2 合成した粒子の磁化測定結果

たなか たかよし、きのした たくや、せいの さとし、なかがわ たかし、やまもと たかお