



湿式合成を利用した FeNi ナノ粒子の構造評価

松本章宏
産業技術総合研究所

キーワード：湿式合成, FeNi, ナノ粒子, 金属水素化物, 低温還元

1. 背景と研究目的

L1₀構造の FeNi は高磁気異方性を有し、希少金属レスで耐熱性に優れるため、実使用温度域において Nd-Fe-B 磁石に匹敵するポテンシャルを示す高性能磁石として期待されている。しかし、L1₀-FeNi は 320℃以下でのみ安定に存在する物質であるため、拡散速度が極めて遅く、通常的手法では極めて合成が困難である。本研究では、湿式法により合成した Fe-Ni 前駆体粉（酸化物等）を、強力な還元力を有する“金属水素化物による低温還元技術”を利用して、規則相として安定な上限温度以下で十分な拡散現象を確保しつつ、高い規則度を有する L1₀-FeNi の実現を目指して行うものである。しかしながら、L1₀構造を同定するに当たって、通常ラポレベルで用いる X 線回折装置では L1₀構造の超格子反射をとらえることが困難である。そこで、今回あいちシンクロトロン光を利用して構造解析を行うこととした。

2. 実験内容

湿式法による前駆体粉の合成に関しては、2 種類の方法を用いた。(1) 等量の Fe(NO₃)₃·9H₂O と Ni(NO₃)₂·6H₂O からなる水溶液に NaOH を滴下することにより前駆体粉を作製した (Fh 法) (2)等量の FeCl₂·4H₂O と NiCl₂·4H₂O からなる水溶液に KOH を滴下することにより作製した (FCL 法)。(1)、(2)で作製した前駆体粉（酸化物）それぞれに対して、CaH₂ 粉を混合してガラス管に封入し、300℃×10h の熱処理を行うことにより還元処理を行った。回収した還元粉に対して、VSM により磁気特性を、X 線回折 (Cu-Kα) ならびにあいちシンクロトロン光 (ビームライン BL5S2、7.11 keV) により構造解析を行った。

3. 結果および考察

Fh 法、FCL 法で合成した前駆体粉を CaH₂還元して得られた粉末の保磁力はそれぞれ 62[Oe]、377[Oe]であった。

Fig.1 にラボスケール X 線回折とあいちシンクロトロン光を用いて還元粉の構造解析を行った結果を示す。いずれの粉末も fcc を主相として少量の bcc が含まれることがわかるが、(b)の方が bcc ピークが明瞭に観察される。また(a)の FCL 材でははっきりしないが、(b)では 2θ=20~40[deg.]付近にいくつかの回折ピークが明瞭に観察される。特に 2θ=28[deg.]付近のピークは L1₀-FeNi の超格子反射によく一致しており、L1₀構造が形成している可能性がある。これが保磁力の増加につながったとも考えられる。ただし同定できない回折ピークも存在することから、さらなる検討が必要である。

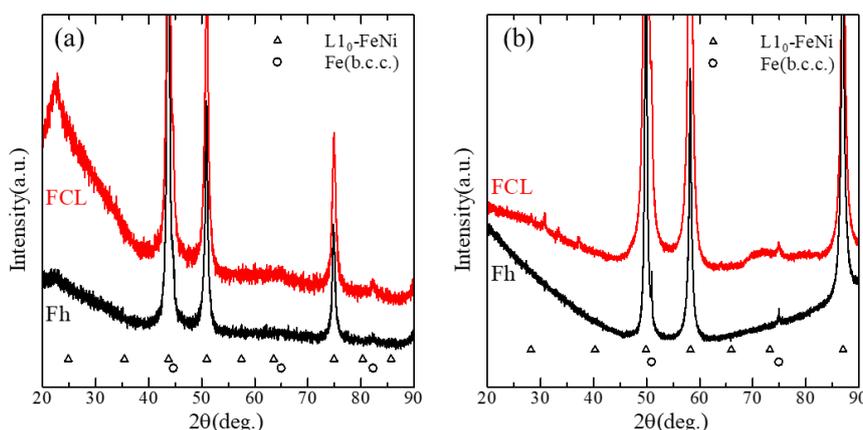


Fig.1 FeNi 還元粉の構造解析

(a)ラボスケール X 線回折 (Cu-Kα)

(b)あいちシンクロトロン光 (BL5S2、7.11 keV)

ははっきりしないが、(b)では 2θ=20~40[deg.]付近にいくつかの回折ピークが明瞭に観察される。特に 2θ=28[deg.]付近のピークは L1₀-FeNi の超格子反射によく一致しており、L1₀構造が形成している可能性がある。これが保磁力の増加につながったとも考えられる。ただし同定できない回折ピークも存在することから、さらなる検討が必要である。