

# F307

## メカノケミカル効果を利用したゲーサイトからのマグネタイトナノ粒子の直接変換合成

(阪府大工) ○(正)岩崎智宏\*・佐藤奈美・(学)小阪和徳・(正)綿野 哲

### 1. 緒言

本研究では、低環境負荷条件下で超常磁性マグネタイトナノ粒子を合成するプロセスの構築を目的として、機械的エネルギー(メカノケミカル効果)により液相中でゲーサイトをマグネタイトに直接変換する手法について検討した<sup>1-3)</sup>。反応装置として転動ボールミルを用い、ミリング処理時間を変化させて得られた試料の諸特性に基づいて、本合成法におけるマグネタイトの生成反応のメカニズムについて考察した。

### 2. 実験

塩化鉄(III)六水和物 4.5 mmol を脱酸素イオン交換水 60 ml に溶解し、アルゴン雰囲気中で激しく攪拌しながら所定量の 1.0 kmol/m<sup>3</sup> 水酸化ナトリウム水溶液を滴下してゲーサイト懸濁液を調製した。これを転動ボールミル容器(内径 90 mm、容積 500 ml、ボール径 3.2 mm、ボール充填率 40%、容器と媒体ボールはともに SUS304 製)に移し、容器内をアルゴン雰囲気とした後密封し、室温で 140 rpm の容器回転速度でミリング処理を行った。ミリング処理の後、生成物を遠心分離して洗浄し、減圧乾燥させて試料を得た。FE-SEM、TEM、XRD、DLS、SQUID により、生成物の外観観察、および結晶状態の評価、粒度分布測定、磁気特性の評価をそれぞれ行った。

### 3. 結果と考察

ミリング処理前ではゲーサイトの非晶質相が生成していたが、処理時間の経過とともにゲーサイトの結晶化が進行すると同時に、マグネタイトの生成と結晶化が進行し、6 時間以上の処理ではマグネタイトの均一相が生成した (Fig.1)。マグネタイトの組成は Fe(II)/Fe(III)=1/2 であることから、本合成プロセスではメカノケミカル効果により Fe(III)の一部が還元されることでマグネタイトが生成することが示唆された。12 時間のミリング処理で約 20 nm のマグネタイトナノ粒子が得られ (Fig.2)、24 時間の処理では比較的高い飽和磁化値 (63 emu/g) を示す一方で、保磁力はほぼ 0 Oe であった (Fig.3)。このことから、本手法により超常磁性のマグネタイトナノ粒子を低環境負荷条件下で合成することが示された。

### 4. 参考文献

- 1) T. Iwasaki et al., Mater. Lett. 62 (2008) 4155
- 2) T. Iwasaki et al., Adv. Powder Technol. 20 (2009) 521
- 3) T. Iwasaki et al., Mater. Res. Bull., in press.

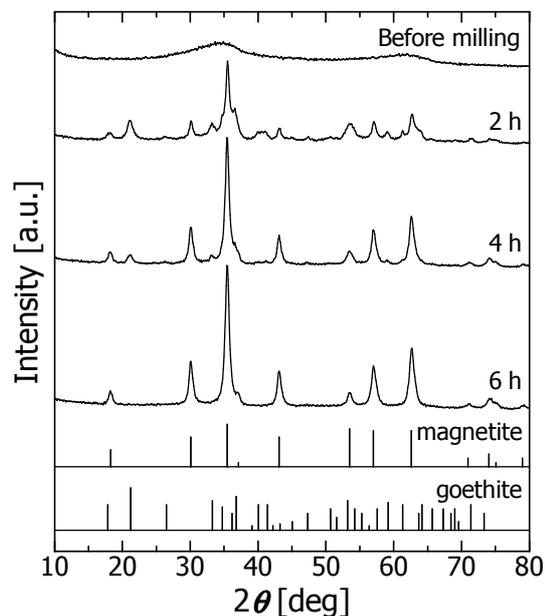


Fig.1. 生成物の XRD パターンの経時変化

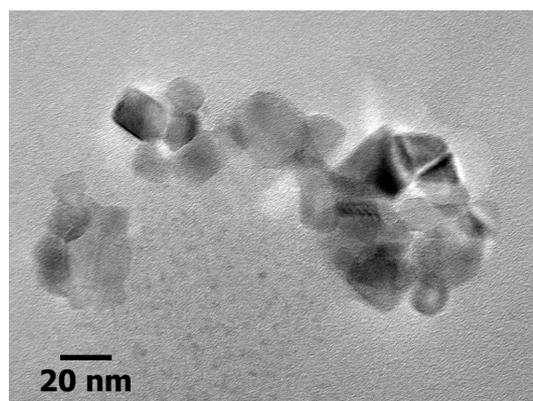


Fig.2. 12 h のミリング処理で得られた試料の TEM 像

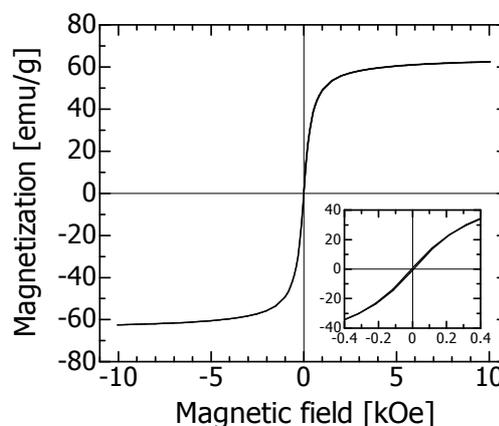


Fig.3. 24 h のミリング処理で得られた試料の磁気特性

\*TEL: 072-254-9307, FAX: 072-254-9911  
E-mail: iwasaki@chemeng.osakafu-u.ac.jp