

## L119

## ポリオールプロセスを用いた鉄-ニッケル系ナノアロイの調製

(北九大国際環境工・昌原大化工) ○(学)朴恩英・金鐘和・(正)西浜章平・(正)吉塚和治\*

ギガヘルツ帯の電磁波吸収体は、携帯電話、パソコンなどの電子産業、自動車などの表面コーティング材として注目されている。電磁波吸収体として、低保持能、高磁化能および高透磁能を有したソフト磁性体を用いられており、簡便かつ大量にナノレベルで粒子径の揃った材料を合成するプロセスの開発が必要とされている。本研究では、ソフト磁性体の中でも鉄-ニッケル（以下 FeNi と表記）系ナノアロイに着目し、ゾルゲル法の一つであるポリオール還元法を用いたナノアロイの液相合成プロセスの開発を目的とした。

## 【実験】

FeNi ナノアロイの合成は以下の手順により行った。前駆体である  $\text{FeCl}_2$  と  $\text{Ni}(\text{Ac}_2)(\text{Ac}: \text{acetate})$  および  $\text{NaOH}$  と Pt 塩（核発生剤）をエチレングリコール中に加えた。懸濁液は窒素雰囲気下にて  $80^\circ\text{C}$ 、30 分間攪拌し、溶液の色が変化した後、系内温度を  $180^\circ\text{C}$  まで上げ、2 時間間攪拌し続けた。室温まで冷却後、生成物を遠心分離し、アセトン、エタノールおよびイオン交換水にて洗浄を行った。生成物の確認は、XRD と FE-TEM により行った。また粒子の磁性物性は、試料振動型磁力計 (VSM) を用いて評価した。

## 【結果と考察】

FeNi 粒子合成に及ぼす水酸化物イオン濃度と核発生剤 (Pt 塩) の添加度の影響を調査した。Fig. 1 に水酸化物イオン濃度を変化させた場合の合成ナノアロイの FE-TEM 画像を示す。両条件において、均一なナノアロイ粒子が得られ、水酸化物イオン濃度の増加に伴い粒子サイズは減少することが明らかとなった。各粒子の平均粒子径は  $\text{OH} / \text{FeNi} = 0.06 \text{ mol}$  と  $\text{OH} / \text{FeNi} = 0.1 \text{ mol}$  の場合でそれぞれ  $270 \text{ nm}$  と  $140 \text{ nm}$  であった。合成ナノアロイの XRD パターンでは、ピークが  $2\theta = 44.2^\circ, 51.3^\circ, 75.6^\circ$  および  $91.9^\circ$  に出現し、合成物は FeNi であることが確認された。また水酸化物イオン濃度の上昇に伴い、ピーク強度は増加しかつ、よりシャープに現れることがわかった。したがって、水酸化物イオンの存在は、粒子サイズおよび均一性を制御する重要な因子であることが明らかとなった。

Fig. 2 に Pt 塩を添加した場合の FeNi ナノアロイの FE-TEM 画像を示す。Pt 塩を添加した場合には、粒子径の揃った FeNi が得られ、添加量の増加に伴い粒子径が小さくなることがわかった。それぞれの平均粒子径は  $\text{Pt} / \text{FeNi} = 10^{-5}$  で  $115 \text{ nm}$ 、 $\text{Pt} / \text{FeNi} = 10^{-3}$  で  $36 \text{ nm}$  であり、核発生剤である Pt 塩の添加により単分散の FeNi ナノアロイを得ることに成功した。

Fig. 3 に VSM 測定による FeNi の磁気ヒステリシス曲線を示す。Pt 無添加 ( $\text{OH} / \text{FeNi} = 0.1 \text{ mol}$ ) で合成した FeNi の飽和磁化 ( $M_s$ ) は  $145 \text{ emu/g}$  で飽和保磁力 ( $H_c$ ) は  $80 \text{ Oe}$  であり、得られた FeNi はソフト磁性体であることが確認された。さらに、Pt 塩を添加した場合 (粒子径が  $140 \text{ nm}$  から  $36 \text{ nm}$  に減少)、飽和保磁力は  $42 \text{ Oe}$  に減少し、

ソフト磁性能を向上させることに成功した。これは、Pt 添加系での FeNi が小さなドメイン構造を有しているためであると予想される。

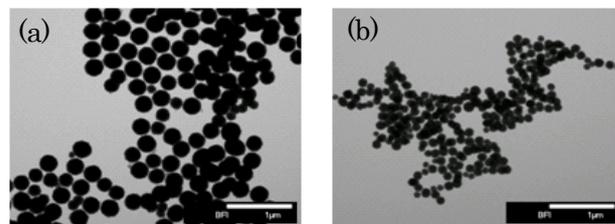


Fig. 1 水酸化物イオン濃度を変化させた場合の FeNi の FE-TEM 画像 ;

(a)  $\text{OH} / \text{FeNi} = 0.06 \text{ mol}$ 、(b)  $\text{OH} / \text{FeNi} = 0.1 \text{ mol}$

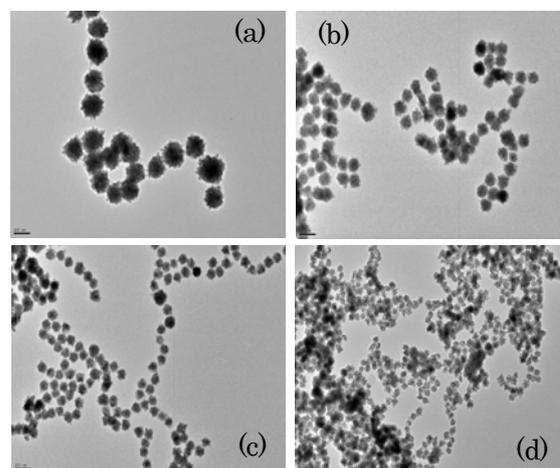


Fig. 2 Pt 添加量を変化させた場合の FeNi の FE-TEM 画像 ;

(a)  $\text{Pt} / \text{FeNi} = 1 \times 10^{-5}$ 、(b)  $\text{Pt} / \text{FeNi} = 1 \times 10^{-4}$ 、  
(c)  $\text{Pt} / \text{FeNi} = 4 \times 10^{-4}$ 、(d)  $\text{Pt} / \text{FeNi} = 1 \times 10^{-3}$

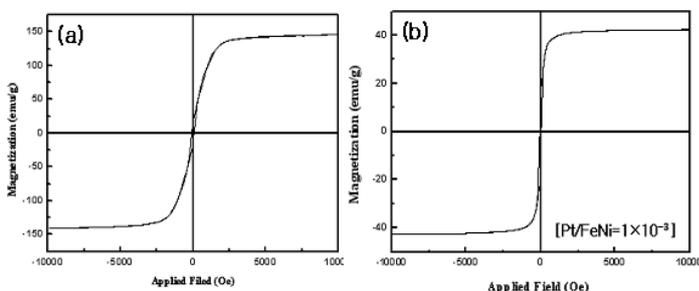


Fig. 3 各 FeNi の磁気ヒステリシス曲線 ;

(a) Pt 無添加、(b)  $\text{Pt} / \text{FeNi} = 1 \times 10^{-3}$

〒808-0135 北九州市若松区ひびきの 1-1

TEL: 093-695-3281、FAX: 093-695-3374

E-mail: yoshizuka@env.kitakyu-u.ac.jp