

サブミクロン Fe-Co-B 三元系アモルファス磁性微粒子の合成

Synthesis of Sub-micron Fe-Co-B Ternary Amorphous Magnetic Particles

信大工¹ ○(M2) 菱田 佳世子¹, (D2) 杉村 佳奈子¹, 佐藤 敏郎¹, 曾根原 誠¹
Shinshu Univ.¹, °Kayoko Hishida¹, Kanako Sugimura¹, Toshiro Sato¹, Makoto Sonehara¹
E-mail: 16w2057e@shinshu-u.ac.jp

1. はじめに

スイッチング周波数を MHz 帯に高周波化することより、高効率と小型軽量を両立する DC-DC コンバータの実現が期待できる。しかし、その実現のためには DC-DC コンバータの主回路のトランスやリアクトルも MHz 帯で動作させる必要があり、それに対応する低損失鉄心材料が必要である。筆者らは、水アトマイズ法 2.56 μm 径 Fe 系アモルファス微細粉末を用い、粉末の球形状を維持したまま樹脂とのコンポジット化を図る低損失鉄系メタルコンポジット鉄心を提案し、鉄心中において複数の鉄粉を跨いで流れる高周波うず電流の低減を目的とした鉄粉表面の熱酸化皮膜形成法を確立した[1]。

粉末内部を還流するうず電流による損失をさらに低減するには、より微細な磁性粉末の導入が必須となる。現状のアトマイズ法による粉末作製方法では、最小でも平均粒径 2 μm 程度が限界である。サブ μm アモルファス磁性微粒子を作製する方法として、水溶液中の金属イオンを還元することにより作製する無電解めっき法の手法がある[2], [3]。本稿では、MHz 帯鉄心材料用サブミクロンアモルファス磁性微粒子として、Fe-Co-B 三元系アモルファス磁性微粒子の合成について報告する。

2. 実験方法

サブミクロンアモルファス磁性微粒子の作製には無電解めっき法を採用した。本実験では、硫酸化鉄7水和物(FeSO₄・7H₂O)、塩化コバルト6水和物(CoCl₂・6H₂O)、塩化アンモニウム(NH₄Cl)、クエン酸(C₆H₈O₇・H₂O)、テトラクロロ白金酸カリウム(Cl₄K₂Pt)を秤量し、蒸留水により希薄溶液になるように調整した。攪拌しながら pH 調整剤である水酸化ナトリウム (NaOH) 水溶液を pH=9.38 になるまで滴下した。その後、水素化ホウ素ナトリウム (NaBH₄) 水溶液を滴下し、金属イオン水溶液を還元させることで、金属を析出させた。反応終了時は pH=9.88 であった。しばらく攪拌させたのち、合成物は磁石にて回収した。また、硫酸化鉄7水和物(FeSO₄・7H₂O)と塩化コバルト6水和物(CoCl₂・6H₂O)の試薬の比を 1:1, 7:1, 1:7 に変えて微粒子を合成した。

3. 結果

Fig. 1 に作製した合成物の SEM 写真を示す。0.2 μm 程度のサブミクロン微粒子と 20~60nm のナノ粒子の合成物を観察した。どちらも球状に近い。EDS で元素分析したところ、どちらも Fe と Co の二元素を含む組成であることを確認した。

Fig. 2, Fig. 3 に合成した各微粒子の磁化特性の評価を示す。作製した磁性微粒子の分析・測定には走査型電子顕微鏡 (FE-SEM), および振動試料型磁力計(VSM)を用いた。

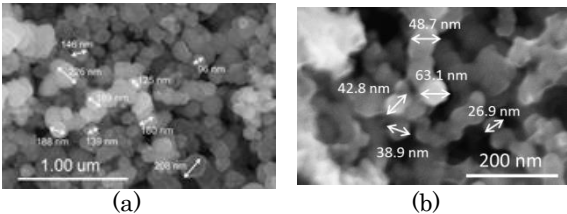


Fig1. The synthesized fine particles of Fe:Co=1:1, (a) sub-micron magnetic (b) nano particles

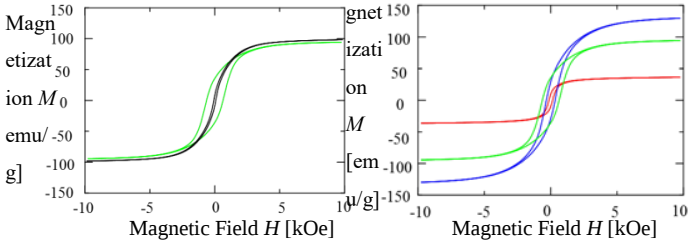


Fig2. Comparison of particle sizes of Fe:Co=1:1 (Fig2)
Fig3. Magnetization characteristics of nanoparticles with different composition ratios (Fig3)

Table1. Comparison of synthesized fine particles

	粒径	加えた Fe:Co	飽和磁化[emu/g]
黒(a)	0.2 μm 程度	1:1	98.23
緑(b)	平均 50nm 程度	1:1	94.23
青	平均 50nm 程度	7:1	129.58
赤	平均 50nm 程度	1:7	36.31

Fig. 2 から、0.2 μm 程度のサブミクロン粒子に比べてナノ粒子は磁気ヒステリシスの保磁力が大きいことがわかる。また、Fig. 3 では、加える試薬の比を変えて合成したナノ粒子はそれぞれ最大磁化が異なっており、含有される Fe と Co の組成比の違いによるものと考えられ、Fe:Co = 7:1 の比で試薬を混ぜ合わせたナノ粒子が最も高い磁化を示した。

参考文献

[1] 杉村佳奈子, 他; “鉄系メタルコンポジット鉄心材料用アモルファス合金粉の酸化被膜形成に関する基礎検討”, 平成 28 年電気学会 A 部門大会概要集, 5-B-p2-2, pp.28
[2] 島田寛, 他; “サブ μm アモルファス微粒子の合成と軟磁性”, Journal of the Magnetics Society of Japan, Vol.34, No.3, pp.220-225(2010)
[3] G.Ababei et al., “Chemically synthesized Co-Fe-B amorphous nanoparticles for high frequency applications.” ,IEEE intermag 2017 Digest Book, FR-02, pp1301