



## 湿式合成により作製した FeNi ナノ粒子の構造評価

松本章宏

(国研) 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

L1<sub>0</sub>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、L1<sub>0</sub>-FeNi は 320°C 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 L1<sub>0</sub>-FeNi の実現を目指して行うものである。しかしながら、L1<sub>0</sub>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 L1<sub>0</sub>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は、以下のようにして行った。等量の FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O と NiCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O からなる水溶液を、20°C×1h、50°C×1h、50°C×5h なる条件にて攪拌混合した。得られた混合溶液をロータリエバポレータにより、真空下(32Torr)で 5h 乾燥し、粉末を回収した。得られた前駆体粉（塩化物）に対して、CaH<sub>2</sub> 粉を混合してガラス管に封入し、300°C×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、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

Fig.1(a)に前駆体粉の構造解析結果を示す。20°C×1h は FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O が主相であるが、50°C×1h、50°C×5h では NiCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O が主相となることわかる。

Fig.1(b)に還元粉の構造解析結果を示す。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、攪拌条件が低温・短時間の方が bcc ピークが相対的に低い。また、いずれの還元粉も L1<sub>0</sub>-FeNi

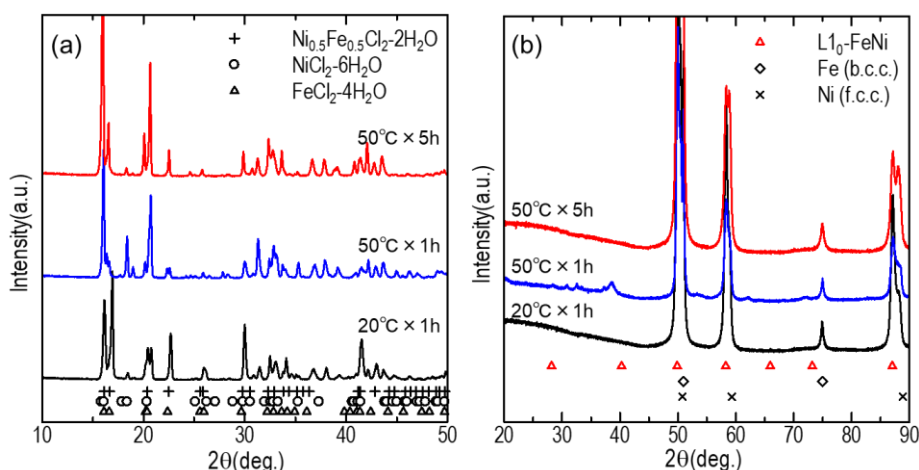


Fig.1 前駆体粉と還元粉の構造解析

(a)前駆体粉 (Cu-Kα)

(b)還元粉 (あいちシンクロトロン光 (BL5S2、7.11 keV))

の超格子反射を示す回折ピークは観察されなかった。得られた構成相の結果に対して、今後 Fe/Ni 組成比、酸素量の観点から考察を加える予定である。