L1₀-FePd/α-Fe ナノコンポジット磁石における 硬軟磁性相界面の形成と交換相互作用の発現

(¹京大化研・²筑波大院数理物質科学) 〇佐藤良太¹・大嶋翔²・寺西利治¹

交換結合ナノコンポジット磁石は、高磁化と高保磁力を兼ね備え得る高性能(高い最大エネルギー積 ((*BH*)_{max})を有する)永久磁石として注目されており、電気自動車用モーターへの搭載を筆頭に幅広い 分野への応用が期待されている。本研究室ではこれまでに、無機ナノ粒子の化学的液相合成法を基 軸とした Pd/γ-Fe₂O₃ ヘテロ構造ナノ粒子の還元熱処理による *L*1₀-FePd/α-Fe ナノコンポジット磁石 ((*BH*)_{max} = 6.0 MGOe)の創製に成功している¹⁾。本報告では、従来法に任意量の Pd ナノ粒子を新た に添加することで Fe と Pd のモル比を幅広く調整するとともに、還元熱処理条件を調節することで、*L*1₀-FePd/α-Fe ナノコンポジット磁石における硬軟磁性相の体積分率と各々の結晶粒径を系統的に制御し、 交換相互作用が最も効果的に発現するナノ構造について詳細な検討を行った。

既報合成法^[1]で得た Pd ナノ粒子 (Fig. 1a)と異方性相分離 Pd/ γ -Fe₂O₃ ナノ粒子 (Fig. 1b)を任意に混合することで Fe/Pd モル比を 80/20 ~ 50/50 の範囲で制御し、所定温度で還元熱処理することで $L1_0$ -FePd/ α -Fe ナノコンポジット磁石のナノ構造の最適化を試みた。各条件で得られた試料の(*BH*)_{max}を比較すると、773 K で調製した FePd/Fe 体積比が 82/18 の試料において、希土類元素や白金を使用しないナノコンポジット磁石としては最高値となる 10.3 MGOe を達成した²⁾。HRTEM 像とその FFT 分析 (Fig. 1c-h)から、高い(*BH*)_{max}を示す試料では、 $L1_0$ -FePd 硬磁性相と α -Fe 軟磁性相の間で明瞭なコヒーレント界面の形成が観測され、FORC 解析においても交換相互作用の発現を直接的に意味する同時スイッチングが確認された (Fig. 2a)²⁾。一方、より高温で熱処理した試料では、 α -Fe 相の肥大化によるコヒーレント界面の消失や交換相互作用の減衰 (Fig. 2b)、さらには不規則 fcc-FePd 相への相転移による保磁力低下などの要因に起因する(*BH*)_{max}の著しい減少を確認した²⁾。以上の結果は、本システムのさらなる高性能化や他のナノコンポジット磁石の開発に際し、極めて重要な設計指針となり得る。



Simultaneous switching $f = \frac{1}{H_c}(kOe)$ $f = \frac{1}{H_c}(kOe)$ (a) 773 K (b) 823 K

Fig. 1. TEM images of (a) 4.9 ± 0.3 nm Pd NPs and (b) Pd/ γ -Fe₂O₃ heterostructured NPs. Structural analysis of $L1_0$ -FePd/ α -Fe (44/56) NCMs formed by annealing Pd/ γ -Fe₂O₃ heterostructured NPs at 723 K. (c) HRTEM images, (d) all FFT spots, (e, g) distinct FFT spots, and (f, h) inverse-FFT images corresponding to panels e, g, respectively.

Fig. 2. FORC diagrams of $L1_0$ -FePd/ α -Fe (44/ 56) NCMs formed by annealing Pd/ γ -Fe₂O₃ heterostructured NPs with a Fe/Pd molar ratio of 80/20 under an atmosphere of Ar + 4% H₂ for 10 h at (a) 773 and (b) 823 K.

T. Teranishi *et al., J. Am. Chem. Soc.* 2008, *130*, 4210–4211.
N. Sakuma, T. Ohshima, R. Sato, T. Teranishi *et al., ACS Nano* 2011, *5*, 2806–2814.

Exchange Coupling Interaction in $L1_0$ -FePd/ α -Fe Nanocomposite Magnets with Optimum Nanostructure <u>R. SATO¹</u>, T. OHSHIMA², T. TERANISHI¹ (¹Kyoto Univ., ²Univ. of Tsukuba, r-sato@scl.kyoto-u.ac.jp)

Exchange-coupled nanocomposite magnets (NCMs) consisting of hard and soft magnetic phases have attracted much attention as novel permanent magnets. We previously succeeded in fabrication of $L1_0$ -FePd/ α -Fe NCMs by the reductive annealing of Pd/ γ -Fe₂O₃ heterostructured nanoparticles (NPs). Herein we report the structural optimization of $L1_0$ -FePd/ α -Fe NCMs by adjusting the volume fraction of hard/soft phases and the temperature of reductive annealing to obtain large maximum energy products ((*BH*)_{max}). In the $L1_0$ -FePd/ α -Fe NCMs with the large (*BH*)_{max}, the interface between the hard and soft phases was coherent and the phase sizes were optimized, both of which effectively induced exchange coupling. This exchange coupling was directly observed by visualizing the magnetic interaction between the hard and soft phases using a first-order reversal curve (FORC) diagram.