

論文審査の要旨

博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)	氏名	RIZKA ZULHIJAH
学位授与の要件	学位規則第4条第1・2項該当		
<p>論 文 題 目</p> <p>SYNTHESIS AND DISPERSION OF CORE-SHELL α'-Fe₁₆N₂ NANOPARTICLES FOR THEIR MAGNETIC APPLICATIONS</p> <p>(コアシェル窒化鉄ナノ粒子の合成・分散と磁性材料への応用)</p>			
<p>論文審査担当者</p> <p>主 査 特任教授 奥山 喜久夫</p> <p>審査委員 教授 都留 稔了</p> <p>審査委員 教授 犬丸 啓</p> <p>審査委員 准教授 荻 崇</p>			
<p>本学位論文では、プラズマ法で合成したコアシェル鉄ナノ粒子を窒化して得られるα'-Fe₁₆N₂ 構造の窒化鉄ナノ粒子の合成プロセスと、さらに、合成したコアシェル窒化鉄ナノ粒子の分散プロセスの研究がまとめられた。本論文の各章の詳細な内容は、以下のとおりである。</p> <p>第 1 章では、本研究の背景と既往の研究を概説し、本学位論文の目的と構成を述べた。特に、現状のNdFeB 磁石を陵駕する希土類フリーの磁気モーメントが最も大きいα'-Fe₁₆N₂ ナノ粒子の合成とその構造化による新規磁石が提起された。そのため、非磁性のシェルをもつコアシェルα'-Fe₁₆N₂ ナノ粒子の合成技術と分散化技術の重要性が述べられた。コアシェルα'-Fe₁₆N₂ ナノ粒子の合成には、低温度で H₂ により還元したコアシェルα-Fe ナノ粒子を NH₃ で窒化させるプロセスが、また、ナノ粒子の分散には粒子破壊を起こさない低エネルギービーズミル分散プロセスが述べられた。</p> <p>第 2 章では、プラズマ法で合成した粒子径、シェルの厚みおよびシェルの組成が異なる数種のコアシェル鉄ナノ粒子、α-Fe/Al₂O₃ およびα-Fe/SiO₂ について、流動層反応炉を用いて、それぞれのα'-Fe₁₆N₂ ナノ粒子合成法が検討された。粒子径 43 nm のα-Fe/Al₂O₃ ナノ粒子は、Al₂O₃ シェルの厚みが 2 nm から 4 nm に増加すると還元条件が 300 °C、1 時間から 300 °C、3 時間と長時間を要するが、145 °C、10 時間で窒化して得られた窒化率はシェルの厚みに関係なく 98%を示した。α'-Fe₁₆N₂/Al₂O₃ ナノ粒子の磁気特性は、SQUID により飽和磁化 190 emu/g、保磁力 2500 Oe である。また、粒子径が 60 nm に増加すると窒化反応に長時間を要し、窒化率は 80%と低下した。この窒化反応の解析結果、コアであるα-Fe 粒子内での N 原子の拡散が遅いことが確認された。シェル相が SiO₂ のα-Fe/SiO₂ ナノ粒子では、窒化反応は全く進展しなく、粒子形態の分析結果、シェル層とコアが密着していないギャップが存在することが確認された。</p> <p>第 3 章では、シェル相が SiO₂ のα-Fe/SiO₂ ナノ粒子からα'-Fe₁₆N₂/SiO₂ ナノ粒子の合成について酸化プロセスの導入が検討された。α-Fe/SiO₂ ナノ粒子を 300 °C、3 時間で酸化した後に還元・窒化を行うと窒化率が 90%のα'-Fe₁₆N₂/SiO₂ ナノ粒子が合成された。この酸化の役割は、断面 TEM 観察や BET 測定および Mössbauer 効果の測定結果、コアであるα-Fe の酸化により γ-Fe₂O₃ が形成されるとコアシェル間のギャップが埋まり、また、γ-Fe₂O₃ からα-Fe に再還元する過程で、粒子内部にマイクロ細孔が生成されるため、窒化が進行すると結論された。</p> <p>第 4 章では、粒子径 60 nm のα-Fe/Al₂O₃ ナノ粒子からα'-Fe₁₆N₂/Al₂O₃ の合成について検討された。第 3 章で検討された酸化プロセスを同様に取り入れることにより、窒化率が 98%に向上することが確認された。断面 TEM 観察、BET 測定および Mössbauer 効果により、粒子径 60 nm のα-Fe/Al₂O₃ ナノ粒子の細孔構造および磁気特性が明らかとなった。</p> <p>第 5 章では、低エネルギービーズミル分散法によるα'-Fe₁₆N₂/Al₂O₃ ナノ粒子の分散化が検討された。粒子径が 15~30 μm の微小ビーズが適用できる全長セパレーター型ビーズミル分散装置を用いて、ビーズ径、回転数および分散時間を変化して、粒子径 43 nm のα'-Fe₁₆N₂/Al₂O₃ ナノ粒子の分散性を調べた結果、ビーズ径 30 μm、回転数 20 Hz、分散時間 2~5 時間の低エネルギーの分散条件下でのみ分散が可能になると分かった。分散したα'-Fe₁₆N₂/Al₂O₃ ナノ粒子は結晶構造に変化なく、また、SQUID による磁気ヒステリシスを調べると、特異な磁気特性示すことが分かった。分散した単磁区α'-Fe₁₆N₂/Al₂O₃ ナノ粒子は粒子間同士および粒子と印加磁場による磁氣的相互作用によって磁気モーメントが変化することが明らかにされた。</p> <p>第 6 章では、第 2 章から第 5 章を総括し、本論文の結言を述べている。</p> <p>以上、審査の結果、本論文の著者は博士(工学)の学位を授与される十分な資格があるものと認められる。</p>			

備考：審査の要旨は、1,500 字以内とする。