

窒化鉄粉末の合成と物性の研究 (II)

Study on Synthesis of Iron Nitride Powders and Their Physical Properties (II)

平塚信之^{1*}、北地誠¹、柿崎浩一¹、小林秀彦¹、
北原清志²、福島洋一²、中川順平²、露木祐理子²
Nobuyuki Hiratsuka^{1*}, Makoto Hokuchi¹, Kouichi Kakizaki¹, Hidehiko Kobayashi¹
Kiyoshi Kitahara², Youichi Fukushima², Junpei Nakagawa², Yuriko Tsuyuki²

¹ 埼玉大学工学部

¹ Faculty of Engineering, Saitama University

² 共同印刷株式会社

² Kyodo Printing Co., Ltd.

1. 研究の目的

テレホンカードなどの磁気カードは、磁気ストライプ上の磁気情報の判読・書換が比較的容易であるが、偽造・変造・不正使用の危険性が高く、セキュリティに課題がある。本研究では非磁性-強磁性転移を利用することにより一度使用したメモリを再使用できなくする磁気カードのセキュリティ対策の基礎研究として、窒化鉄の非磁性-強磁性転移に着目し、出発原料である FeC_2O_4 粉末から Fe_2N の合成および熱分解挙動を検討するとともに、磁気特性を詳細に調べた。

2. 実験方法

出発原料である FeC_2O_4 粉末は $\text{FeCl}_2\text{aq.}$ と $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4\text{aq.}$ および $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{EtOH}$ を用いた沈殿法により調製した。これらの粉末を NH_3 ガス流通下において $350 \sim 450^\circ\text{C}$ まで昇温して 1h. 保持した後、急冷し窒化反応を終了させて生成物を得た。合成した Fe_2N 粉末の熱分解挙動を調べた。

3. 研究成果

- ① FeC_2O_4 を $\text{FeCl}_2\text{aq.} - (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4\text{aq.}$ および $\text{FeCl}_2\text{aq.} - \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{EtOH}$ の組み合わせを用いた沈殿法で調製すると、粒子径に明確な違いが見られ、 $\text{FeCl}_2\text{aq.} - (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4\text{aq.}$ の場合には約 $5\mu\text{m}$ 、 $\text{FeCl}_2\text{aq.} - \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{EtOH}$ の場合には $200 \sim 300\text{nm}$ となり、後者の方が FeC_2O_4 は微粉末で得られた。
- ② $\text{FeCl}_2\text{aq.} - \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{EtOH}$ の組み合わせを用いて調製した FeC_2O_4 粉末を NH_3 ガス流通下、 $350 \sim 450^\circ\text{C}$ の範囲で 1h. 熱分解すると、 $350 \sim 400^\circ\text{C}$ では Fe_3O_4 と Fe_2N の混相が得られ、熱分解温度の上昇とともに Fe_2N の生成相割合が大きくなり、 $410 \sim 450^\circ\text{C}$ の範囲で単一相が得られた。
- ③ 得られた単一相の Fe_2N 粉末を Ar ガス流通下、 $200 \sim 500^\circ\text{C}$ の範囲で 30min. 熱分解すると、 Fe_2N は 350°C より分解が始まり、 $\text{Fe}_3\text{N}(400^\circ\text{C}) \rightarrow \text{Fe}_4\text{N}(450^\circ\text{C}) \rightarrow \text{Fe}(500^\circ\text{C})$ とそれぞれ単一相が得られた。

窒化鉄中の N/Fe 比は連続的に小さくなった。また、各熱処理温度で得られた単一相の窒化鉄の飽和磁化値は Fe_3N で 138emu/g 、 Fe_4N で 169emu/g であった。これらのことから、 Ar ガス流通下では非磁性の Fe_2N は 400°C で強磁性の Fe_3N へ転移することを確認した。

*〒338-8570 浦和市中大久保 255 電話:048-858-3527 FAX:048-858-3724
Email:hiratsuka@fms.saitama-u.ac.jp