



|              |                                                                                                                                                 |
|--------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Title        | アルカリ土類ヘキサフェライト粒子の作製，形態制御及び磁氣的性質に関する研究                                                                                                           |
| Author(s)    | 小田，喜一                                                                                                                                           |
| Citation     | 大阪大学，1985，博士論文                                                                                                                                  |
| Version Type |                                                                                                                                                 |
| URL          | <a href="https://hdl.handle.net/11094/35104">https://hdl.handle.net/11094/35104</a>                                                             |
| rights       |                                                                                                                                                 |
| Note         | 著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、<a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。 |

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

|         |                                       |   |    |    |
|---------|---------------------------------------|---|----|----|
| 氏名・（本籍） | お                                     | だ | き  | いち |
|         | 小                                     | 田 | 喜  | 一  |
| 学位の種類   | 工                                     | 学 | 博  | 士  |
| 学位記番号   | 第                                     | 7 | 0  | 0  |
|         |                                       | 3 |    | 号  |
| 学位授与の日付 | 昭                                     | 和 | 60 | 年  |
|         | 10                                    | 月 | 9  | 日  |
| 学位授与の要件 | 学位規則第5条第2項該当                          |   |    |    |
| 学位論文題目  | アルカリ土類ヘキサフェライト粒子の作製，形態制御及び磁氣的性質に関する研究 |   |    |    |
| 論文審査委員  | （主査）                                  |   |    |    |
|         | 教                                     | 授 | 小  | 泉  |
|         |                                       |   | 光  | 恵  |
|         | 教                                     | 授 | 庄  | 野  |
|         | 利                                     | 之 | 教  | 授  |
|         | 塩                                     | 川 | 二  | 朗  |
|         | 教                                     | 授 | 庄  | 司  |
|         | 啓                                     | 一 | 郎  |    |
|         | 教                                     | 授 | 艸  | 林  |
|         | 成                                     | 和 | 教  | 授  |
|         | 高                                     | 椋 | 節  | 夫  |

## 論文内容の要旨

本論文は，セラミック磁性材料として重要なアルカリ土類ヘキサフェライトの“controlled fine particle”の作製と粒子形態制御，およびその磁気特性に関するもので，フェライト粒子の作製法と形態制御の関係を基礎的に解明するとともに，応用面でのプラスチック磁石，高保磁力磁気記録材料，さらに現在注目されている垂直磁気記録材料のフェライト粒子の開発結果について論じており6章から構成されている。

第1章においては，アルカリ土類ヘキサフェライトの“controlled fine particle”としての応用，作製法に関する問題点を提起するとともに従来の研究の背景ならびに本研究の目的と意義を述べて，この分野における本研究の占める位置を明らかにし，本研究で取上げた3種の作製法，すなわちガラスセラミック法（固相法），rf-スパッタ法（気相法），ゾルーゲル法（液相法）の特徴について述べている。

第2章においては，ガラスセラミック法など上記3種の各作製法の合成条件ならびに試料の評価方法など実験方法について記述している。

第3章においては，ガラスセラミック法を適用した研究結果について記述している。この方法を適用する上で重要なアルカリ土類ヘキサフェライトの核生成ならびに結晶成長の各過程を支配する因子を検討・解明し，母ガラスの化学組成と形状ならびに熱処理条件の制御によってアルカリ土類ヘキサフェライト粒子の形態制御が可能であることを明らかにしている。その結果に基づいて，6,000 Oeの高保磁力を有するプラスチック磁石用材料ならびに高いc面配向性と1,100 Oeの保磁力を有する垂直磁気記録用材料のフェライト粒子を作製する条件を見い出している。これらヘキサフェライト粒子の保磁力の

理論計算値と実験値の比較検討を行い、フェライト粒子形態と磁化反転機構の関係について理論的考察を行っている。さらに、アルカリ土類ヘキサフェライト粒子の応用として、磁気特性の優れたプラスチック磁石の開発に成功した結果についても記述している。

第4章においては、rf スパッタ法を適用した研究結果について記述している。まず、ターゲットとスパッタ膜の化学組成の関係、膜厚、および基板の影響について明らかにし、この作製法の特徴とも言える薄膜としての形態を利用した。c 軸優先配向 Ba-ヘキサフェライト膜が作製できることを示している。

第5章においては、ゾルーゲル法を適用した研究結果について記述している。従来の作成法より、より低温（600℃）でしかも Ba-モノフェライト相を経由しない Ba-ヘキサフェライトの新しい作製法を見出し、粒子径分布の均一なしかも 3,200~4,900 Oe の高保磁力 Ba-ヘキサフェライト粒子が作製できることを明らかにしている。

第6章においては、アルカリ土類ヘキサフェライトの磁気特性（保磁力、飽和磁化）と粒子形態の関係について、3種の作製法で得た本研究結果ならびに従来の結果を併せた総合的な考察を試み、高保磁力材料（プラスチック磁石、高保磁力磁気記録材料）、垂直磁気記録材料用のアルカリ土類ヘキサフェライト粒子を開発する上で、最適形態の制御法について実用上有益な指針を提案している。

## 論文の審査結果の要旨

アルカリ土類ヘキサフェライトは、従来の焼結体永久磁石材料としての応用に代って、フェライトを粉体として利用するプラスチック磁石、高保磁力磁気記録材料ならびに高密度記録が可能な垂直磁気記録材料としての応用が注目されている。これらの新しい応用にあたっては、用途に応じた磁気特性と粒子形態を有するアルカリ土類ヘキサフェライト粒子の作製が必要であるが、未だ作製法と生成物の形態制御ならびに磁気特性との関係についての総合的な研究は行われていない。

本論文は、アルカリ土類ヘキサフェライト粒子の作製に新しい合成法を適用し、合成条件と形態ならびに磁気特性の関係について著者が行った研究をまとめたものであり主な成果を要約すると次の通りである。

- (1) アルカリ土類ヘキサフェライトの作製法として、ガラスセラミック法、rf スパッタ法、ゾルーゲル法などそれぞれ固相、気相および液相を経る合成法を選び、各々の特徴を生かしたフェライト粒子の作製方法を確立している。
- (2) ガラスセラミック法では、 $\text{BaO-SrO-B}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3$  系ガラスにおいて、核生成あるいは結晶成長を支配する因子を明らかにするとともに、それらを積極的に制御してアルカリ土類ヘキサフェライト粒子の形態を種々制御することに成功し、粒子径  $0.3\text{ }\mu\text{m}$  で粒子径分布の非常に均一なしかも 6,000 Oe の高保磁力を有するプラスチック磁石用ヘキサフェライト粒子ならびに粒子径  $0.2\text{--}0.5\text{ }\mu\text{m}$  の矩形板状で c 面配向性に優れしかも 1,100 Oe の保磁力を有する垂直磁気記録用ヘキサフ

ェライト粒子を作製している。

- (3) これらヘキサフェライト粒子の保磁力については、実験値と理論計算値との比較検討を行い、単磁区臨界粒子径以下の板状粒子では一般に磁化の回転機構が優先するが、板状粒子の厚さが  $0.05\ \mu\text{m}$  以下の薄片試料では磁壁移動機構が優先することを明らかにしている。
- (4) アルカリ土類ヘキサフェライト粒子の応用として、 $B_r = 1743\ \text{G}$ ,  $H_c = 6360\ \text{Oe}$  の高保磁力プラスチック磁石ならびに  $B_r = 2000\ \text{G}$ ,  $H_c = 1175\ \text{Oe}$  の高配向性プラスチック磁石の試作に成功している。
- (5) rf-スパッタ法では、複合ターゲットを用いることによって生成膜の化学組成と膜厚を幅広く制御することが可能となり、さらに  $\text{BaFe}_2\text{O}_4$  と  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  膜とのトポクテックな反応によってc軸優先配向Ba-ヘキサフェライト膜が作製できることを示している。
- (6) ゴルゲル法では、金属アルコキシドを出発原料として従来の作製法よりも  $100^\circ \sim 200^\circ\text{C}$  低温 ( $600^\circ\text{C}$ ) でしかも Ba-モノフェライト相を経由しない Ba-ヘキサフェライト粒子の作製法を新たに見出し、粒子径分布の均一な  $3200 \sim 4900\ \text{Oe}$  の範囲の任意の保磁力を持つ Ba-ヘキサフェライトが作製できることを示している。
- (7) アルカリ土類ヘキサフェライトの磁気特性（保磁力、飽和磁化）と粒子形態との関係について総合的な考察を試み、その最適形態として高保磁力材料（プラスチック磁石、高保磁力磁気記録材料）では粒子径  $0.2 \sim 1.5\ \mu\text{m}$ 、粒子径/粒子の厚さ  $\geq 5$  のものが、一方垂直磁気記録用材料では粒子径  $0.07 \sim 0.1\ \mu\text{m}$ 、粒子径/粒子の厚さ  $\geq 10$  のものが適していることなどフェライト粒子の最適形態、作製法について実用上有益な指針を提唱している。

以上のごとく、本論文はアルカリ土類ヘキサフェライト粒子の作製法と形態制御ならびに磁気特性の関係について明らかにするとともに、プラスチック磁石、垂直磁気記録用材料の開発に成功し、アルカリ土類ヘキサフェライトの新しい磁性材料としての応用・開発に多大の貢献をしている。さらにまた、粒子形態の制御に関する知見は、他の多くの機能性無機材料の開発にも寄与するところが大い。

よって、本論文は博士論文として価値あるものと認める。