

修士学位論文要約（令和4年3月）

サブミクロン Fe-B 微粒子の静的・動的磁気特性に関する研究

村田 啓太

指導教員：安藤 晃， 研究指導教員：遠藤 恭

Study on Static and Dynamic Magnetic Properties of Submicron Fe-B Particles Keita MURATA

Supervisor: Akira ANDO, Research Advisor: Yasushi ENDO

This master thesis describes static and dynamic magnetic properties of submicron Fe-B spherical particles and particle chains synthesized by liquid phase reduction method in order to realize new NSS toward 5G (3-6 GHz) applications. The saturation magnetization (σ_s) of Fe-B spherical particles increased as the B-based reductant concentration increased. The peak frequency (f_r) originating from natural resonance strongly depended on σ_s and their values were about 3-4 GHz. On the other hand, f_r values of Fe-B particle chains were a little lower than those of Fe-B spherical particles, but their intrinsic permeability (μ_{im}) were 2-4 times higher than those of Fe-B particles owing to decrease in the demagnetizing field. Their peak values in imaginary part of the complex permeability (μ'') also increased. Therefore, these results suggest that Fe-B particles are one of the candidates as not only NSS for UHF bands and 5G applications, but also magnetic core material of RF inductors.

1. はじめに

5G やポスト 5G 向け通信デバイスの進展にともない、sub6 や 28 GHz といった周波数帯域において不要輻射によるデバイス内・間での EMI 問題が深刻化している。そのため、これらの周波数帯で利用する電磁ノイズ抑制体(NSS)材料の開発が急務となっている。そのような材料候補として、半金属元素を含むアモルファス磁性微粒子が注目されている¹⁾。

アモルファス Fe-B 球状微粒子に関して、これまでいくつかの研究が行われてきた^{2),3)}。しかしながら、自然共鳴周波数 f_r は粒径 D や飽和磁化 σ_s との関係が不明瞭であり、それらの関係を詳細に検討する必要がある。また、球状微粒子は透磁率 μ が低く、NSS の応用のためには微粒子形状を鎖状化や扁平化し、 μ を向上させることが必要である。

本研究では、水溶液還元反応法を用いて Fe-B 球状微粒子および Fe-B 鎖状微粒子を合成し、合成した Fe-B 微粒子における構造と磁気特性について検討し、得られた知見をもとに 5G およびポスト 5G 向けの NSS への応用の可能性について議論する。

2. Fe-B 球状微粒子における構造と磁気特性の B 系還元剤濃度による変化

B 系還元剤濃度を変化させて合成した Fe-B 微粒子の構造に関して、いずれの合成条件においてもサブミクロン径の比較的分散した球状微粒子となった(図 1(a))。また、B 系還元剤濃度の増加にともないメディアン径 D_{50} はおおむね減少した。結晶構造はいずれの合成条件においてもアモルファス状態であった。

静的磁気特性に関して、 σ_s は B 系還元剤濃度の増加にともないおおむね減少した。これは非磁性元素である B 組成比の増加によるものと考えられる。保磁力 H_c および残留磁化比 σ_r/σ_s はいずれも D_{50} の増加にともないおおむね減少した。とくに H_c の D_{50} に対する挙動は D^{-1} の近似曲線⁴⁾と類似した傾向を示すことから、合成した Fe-B 球状微粒子は多磁区構造を有すると考えられる。

動的磁気特性に関して、 μ の周波数特性から、実部 μ' において 1 GHz 付近まで一定の値となり、より低周波側において磁気損失はないと考えられる。この μ' 値および微粒子コンポジット材の充填率から導出した固有透磁率 μ_{im} は最大で 14 であり、いずれの場合も他の軟磁性微粒子に比べて低くなった。一方、虚部 μ'' において自然共鳴によるブロードなピークを示した。ピーク周波数 f_r は σ_s の増加にともない増加した(図 2)。また、

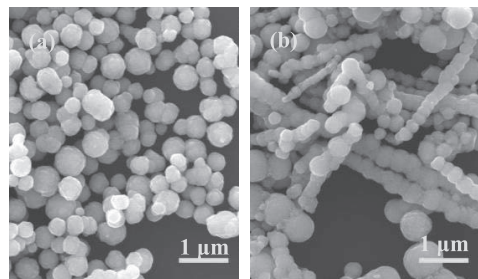


図 1 SEM による(a)Fe-B 球状微粒子および (b)Fe-B 鎖状微粒子の形状像

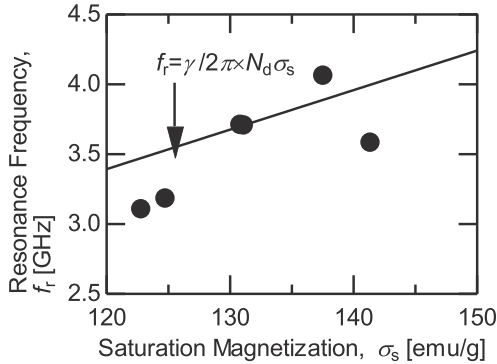


図2 Fe-B 球状微粒子における自然共鳴周波数 f_r の飽和磁化 σ_s による変化

それらの値は 3.1~4.1 GHz であり, 3~6 GHz の 5G 通信周波数帯を満足している. 磁気異方性を有さない微粒子を分散させたコンポジット材の場合, f_r は

$$f_r = \frac{\gamma}{2\pi} N_{d,eff} \sigma_s \quad (1)$$

で表され, 充填率が 40 vol.% のとき反磁界係数 $N_{d,eff}$ は $4\pi \times 0.119^9$ と見積もられる. 得られた $N_{d,eff}$ と鉄の磁気回転比 γ を (1) 式に代入して求めた直線 (図 2 の実線) は Fe-B 微粒子の実験結果と同じ傾向を示した. このことから, この挙動は σ_s が大きく影響したと考えられる.

以上より, 合成した Fe-B 微粒子はサブミクロン径のアモルファス球状微粒子であり, f_r は 5G 通信周波数帯で出現し, それらの値は σ_s が大きく影響することがわかった. その一方で, NSS の性能に大きく影響する μ_{int} が低いことが課題である.

3. Fe-B 鎖状微粒子における構造および磁気特性の合成時の磁界印加条件による変化

第 2 節の課題を解決するために, 反磁界の減少による μ_{int} の増加, およびそれともなう μ'' の増加を目的として, 永久磁石による磁界中水溶液還元反応法を用いて Fe-B 鎖状微粒子を合成した.

磁界印加条件を変化させて合成した Fe-B 鎖状微粒子の構造に関して, いずれの合成条件においても球状および鎖状微粒子の混在状態となった (図 1(b)). 鎖状微粒子の形成数は, 磁界中合成時間 t の増加にともない増加する傾向を示し, 一方で, 磁界印加距離 b による変化はほとんど見られなかった.

Fe-B 鎖状微粒子を配向させたコンポジット材における静的磁気特性に関して, σ_s はほぼ一定であり, H_c , σ_r/σ_s および一軸磁気異方性定数 K_u はいずれも鎖状微粒子の形成数に大きく依存した.

動的磁気特性に関して, μ_{int} は最大で 64 であり, Fe-B 球状微粒子に比べ大きく改善した. これは鎖状微粒子長手方向の反磁界の低減によると考えられる. この

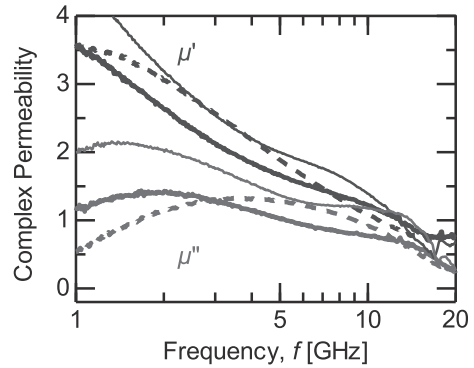


図3 Fe-B 球状微粒子(40 vol.%, 太破線)および Fe-B 鎖状微粒子コンポジット材(30 vol.%, 太実線および 50 vol.%, 実線)における複素透磁率 μ の周波数特性

結果は高周波用インダクタの磁心材として応用可能であることを示唆している. また, f_r は鎖状微粒子の形成数の増加にともない減少する傾向を示した. また, それらの値は 1.5~2.5 GHz となり, Fe-B 球状微粒子の値および 3~6 GHz 帯より低くなった.

5G 用 NSS への応用の可能性を評価するために, Fe-B 球状微粒子および Fe-B 鎖状微粒子コンポジット材における μ の周波数特性を図 3 に示す. Fe-B 鎖状微粒子の場合, μ'' の立ち上がりが低周波側から開始し, 3~6 GHz における値は Fe-B 球状微粒子と同程度となった. その一方で, 1~3 GHz における μ'' 値は改善した. これらの結果から, 合成した Fe-B 鎖状微粒子は UHF 帯用 NSS に, また, σ_s の増加にともない f_r が高周波側へシフトすることから, 高 σ_s を有する Fe-B 鎖状微粒子は 5G 用 NSS に応用可能であることを示唆している.

4. まとめ

本研究では, 水溶液還元反応法を用いて合成条件を変化させて合成した Fe-B 球状および鎖状微粒子の構造と磁気特性について検討した. Fe-B 球状微粒子の場合, f_r は σ_s に大きく影響することがわかった. また, 鎖状形状にすると μ が高くできることがわかった. 以上の結果から, Fe-B 微粒子では, σ_s や形状を制御することにより, UHF 帯用および 5G 用 NSS, あるいは高周波インダクタ用磁心材として応用可能であることを示唆している.

文献

- 1) Y. Shimada et al, *IEEE Trans. Magn.*, **45**, 4298 (2009).
- 2) X. Zheng et al, *Adv. Pow. Tech.*, **27**, 704-710 (2016).
- 3) B. Fang et al, *the Papers of Tech.Meeting Magn. IEEJ*, MAG-19-080, 7 (2019).
- 4) G. Herzer, *IEEE Trans. Magn.*, **26**, 1397 (1990).
- 5) M. Anhalt et al, *J. Appl. Phys.*, **105**, 113903 (2009).