

中空構造を有する磁性ナノ粒子の磁気特性

研究代表者名

大阪大学・産業科学研究所・仲村龍介

研究分担者名

東北大学・金属材料研究所・水口将輝, 高梨弘毅

1. はじめに

近年、ナノ粒子やナノロッドなどの低次元ナノ構造体の形態を制御し、機能性を付与する研究が展開されている。特に、粒子内部に孔を有するナノ中空粒子はユニークなナノマテリアル構造体として注目されている。研究代表者らはこれまでに、金属ナノ粒子(Cu, Zn, Al, Ni, Fe)を大気中で酸化させると中空構造の酸化物ナノ粒子が形成する現象を系統的に研究し、その形成メカニズムや構造安定性を明らかにした[1,2]。形成メカニズムに関する知見は確立されつつあり、現在、様々な物性の評価に関心が寄せられている。中空粒子の磁気特性については、磁区構造変化に関する理論計算[3]や $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ 中空粒子の磁気特性に関する実験研究[4]がなされている。しかしながら、研究例はこれらに限られ、更なる研究の進展が望まれる。本研究では、基板上に作製した Fe ナノ粒子を酸化させて得られる中空構造の Fe_3O_4 の磁気特性の評価を行った。

2. 研究経過

電子ビーム蒸着装置を用いて、 SiO_2 基板($4 \times 4 \times 0.5 \text{mm}^3$)上に Fe ナノ粒子を作製した。Fe と SiO_2 基板の反応を回避するため、 SiO_2 基板に 10nm 程度のアモルファス Al_2O_3 層を蒸着した。基板温度を 873~973 K とし、蒸着量の膜厚換算値を 5nm の一定値とした。平成 22 年度の研究より、蒸着後の Fe ナノ粒子が目的の粒径に達していない可能性を示唆する結果が得られている。粒径の粗大化を図るため、蒸着後の試料を真空中($5 \times 10^{-5} \text{Pa}$)で 1073K まで加熱した。その後、大気中 400°C で酸化させ、中空構造の Fe_3O_4 を形成させた。SQUID を用いて、5 および 295 K において -40~40 kOe の範囲における磁化曲線を測定した。また、磁場冷却(Field Cooling, FC)および無磁場冷却(Zero Field Cooling, ZFC)下での磁化測定を行った。FC 測定では 30 kOe の磁場を印加した状態で、ZFC 測定では磁場を印加しない状態で、それぞれ室温(295 K)から 5K まで冷却した後、100 Oe の一定磁場を印加したまま 5K から 295K まで昇温し磁化を測定した。測定した磁化の値から、 SiO_2 基板のみから得られた磁化の値を差し引き、ナノ粒子の磁化を算出した。すべての測定において、膜面を磁場に平行とした。

3. 研究成果

図 1 に Fe_3O_4 中空ナノ粒子の FC および ZFC 測定の結果を示す。FC 測定では、液体ヘリウム温度からの温度増加にともなって磁化は低下し、ZFC では上昇する。矢印で示す 130K 付近で両者は一致し、130K 以上では、ほぼ一定の値で推移している。磁化が一致する 130K が、低温での強磁性状態から高温での常磁性状態への遷移を示すブロック温度と思われる。平成 22 年度に行った実験では、ブロック温度が明確ではなかったことを考えると、今年度の実験で取り入れたアニールによる粒径増大に効果があったと思われる。

4. まとめ

SiO_2 基板上に作製した酸化鉄の中空ナノ粒子の FC および ZFC 測定を行い、強磁性-常磁性遷移の挙動を検出することができた。しかしながら、酸化鉄中空ナノ粒子層からの磁化は弱いため、測定した磁化曲線においては低磁場側では磁化の精度が低いという問題点は依然として残っている。 Fe_3O_4 の結晶性を高めるような熱処理や、 Fe_3O_4 の絶対量を増やす工夫を検討しなければならない。

参考文献

- [1] Nakamura et al.: J. Appl. Phys., 101(2007)074303.
- [2] Nakamura et al.: Acta Mater., 57(2009)4261.
- [3] Goll et al.: Phys. Rev. B, 70(2004)184432.
- [4] Cabot et al.: Phys. Rev. B, 79(2009)094419.

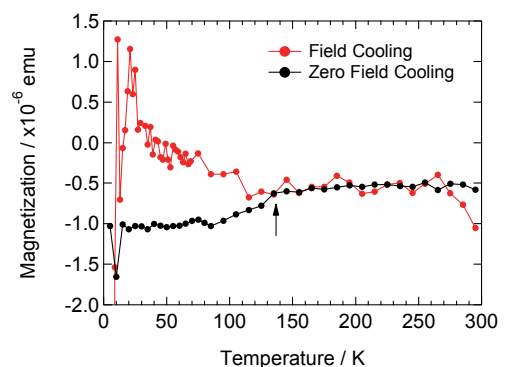


図 1. FC および ZFC における磁化の温度依存性。