

サブミクロンサイズ Fe-Pt 粒子を用いたコア/シェル粒子の試作

林 禎彰、石山和志
(東北大学 電気通信研究所)

Preparation of core/shell particles using sub-micron sized Fe-Pt particles

Y. Hayashi, K. Ishiyama

(Research Institute of Electrical Communication, Tohoku University)

はじめに

磁性相を磁気的に孤立させた組織を持つグラニュー媒体のような材料は高保磁力を発現しており¹⁾、このような組織の形成は磁石材料の高保磁力化にも貢献することが期待される。しかし、このような磁石材料は微細な組織制御を必要とするため、その形成が困難である。我々は、磁石相/非磁性相-コア/シェル粒子を応用し、微細な組織制御を果たした磁石材料を形成することを検討している。これは、コア/シェル粒子を磁石材料の原材料として利用し、コア/シェル粒子のコアサイズやシェル厚み等を制御することで、形成される磁石材料の組織制御を行うものである。本研究では、目的とする磁石材料の原材料となるコア/シェル粒子の検討として、粒子径約 200nm のサブミクロンサイズ Fe-Pt 粒子を合成し、それを用いた L1₀ Fe-Pt/SiO₂-コア/シェル粒子の試作を行った。

実験方法

サブミクロンサイズ Fe-Pt 粒子はポリオール法により合成した。エチレングリコール中に、Fe(acac)₃、Pt(acac)₂、ポリビニルピロリドン(PVP)、オレイルアミン、オレイン酸を溶解し、マグネチックスターラーによる攪拌をしながら沸点(198 °C)で 1 時間の反応を行うことで Fe-Pt 粒子を得た。また、Fe(acac)₃ と Pt(acac)₂ の投入量は、粒子の組成が概ね Fe : Pt = 50 : 50 (at.%) になるように調整した。次に、Fe-Pt 粒子表面上へ SiO₂ シェルの形成を Stöber 法により行った。エタノール中に Fe-Pt 粒子を分散させた分散液に、アンモニア水とオルトケイ酸テトラエチル(TEOS)を加え、超音波による攪拌をしながら 2 時間の反応を行うことで Fe-Pt/SiO₂-コア/シェル粒子を得た。作製したコア/シェル粒子は、その Fe-Pt コアを fcc 構造から L1₀ 構造へ規則化させるため、900 °C で 1 時間の H₂ ガス雰囲気中熱処理を施した。試作した粒子の磁気特性測定は VSM、観察は SEM、結晶構造解析は XRD、組成分析は EDX により行った。

実験結果

Fig.1 (a)に示す Fe-Pt 粒子の SEM(2 次電子)画像より、粒子径約 200 nm のサブミクロンサイズ粒子の合成が確認された。XRD より求めた結晶子径が約 2nm であることから、粒子径約 2nm の微粒子が凝集し、このサブミクロンサイズ粒子を形成していると考えられる。次に、Fig.1 (b)と Fig.1 (c)に熱処理前後のコア/シェル粒子の SEM(反射電子)画像をそれぞれ示す。熱処理前の粒子よりコア/シェル構造を確認でき、その粒子径が約 450 nm であることから、約 120~130nm の SiO₂ シェルが Fe-Pt 粒子表面に形成されていると考えられる。そして、熱処理後の粒子も、このコア/シェル構造を維持していることがわかる。また、その Fe-Pt コアが L1₀ 構造への規則化していることが XRD より確認された。よって、L1₀ Fe-Pt/SiO₂-コア/シェル粒子の形成が果たされていると考えられる。一方で、熱処理後の粒子にはシェル中でコアが分裂している粒子も観察された。これはシェル厚みに起因するものと考えており、この分裂の抑制にはシェル相の薄手化が必要であると考えている。最後に、熱処理後のコア/シェル粒子の M-H 曲線を Fig.1 (d)に示す。熱処理後の粒子は保磁力が 22kOe と高い値を示したが、その M-H 曲線には軟磁気的な振舞いも含まれていた。このため、熱処理による Fe-Pt コアの規則化が不十分であることや組成ずれを生じた Fe-Pt 粒子が存在していることなどが考えられる。今後は、微細組織の観察や熱処理条件の検討を行っていく予定である。

参考文献 1) T. Shima, et al., *Appl. Phys. Lett.*, **85**, 2571 (2004).

謝辞 VSM 測定(最大印加磁界:70kOe)にご協力頂いた(株)玉川製作所に感謝致します。

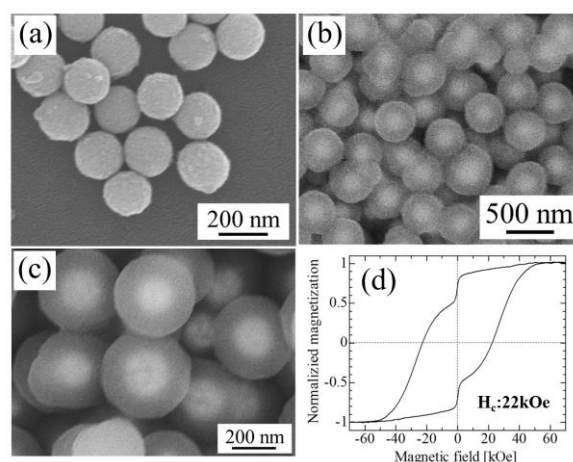


Fig. 1 (a) Secondary electron image of as-synthesized Fe-Pt nanoparticles. Low loss backscattered electron images of (b) as-prepared core/shell particles and (c) annealed core/shell particles. (d) M-H curve of annealed core/shell particles.