

中空構造を有する Fe_3O_4 微粒子における磁気一次反転曲線

千葉桃子、小林悟、村上武、Jayappa Manjanna*
(岩手大理工、*ラニ・チャンナム大学)

Magnetic first-order reversal curve for hollow magnetite fine particles

(M. Chiba, S. Kobayashi, T. Murakami, J. Manjanna)

(Iwate Univ., *Rani Channamma Univ.)

はじめに

中空構造を有する Fe_3O_4 ナノ粒子は、薬物を梱包するドラッグデリバリー等の医療応用に期待されており、実用化の上で、磁化過程の定量的理解が課題の一つになっている。これまで、特に粒サイズが 20nm 程度以下の中空ナノ粒子について、大きな表面効果に起因する強い交換バイアス効果などの特徴的振る舞いが報告されている¹⁾が、粒サイズが数百 nm オーダーの中空 Fe_3O_4 微粒子の磁性についての研究例は少なく、詳しい磁化反転機構は理解されていない。本研究では、粒径・孔径の異なる 2 種類の中空 Fe_3O_4 微粒子について、広温度範囲で一次反転曲線 (FORC) 特性を調べたので報告する。

実験方法

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ 、EG、PG を用いて粒径の異なる 2 種類の中空 Fe_3O_4 微粒子 ([A] 平均粒径: $417.4 \pm 0.8\text{nm}$ 、平均孔径 $211 \pm 1\text{nm}$ 、[B] 平均粒径: $455 \pm 3\text{nm}$ 、平均孔径: $224 \pm 1\text{nm}$) を溶媒熱合成した²⁾ (Fig.1)。X 線回折による構造評価、FE-SEM、TEM による形態評価を行った後、Epoxy 樹脂に微粒子を分散させた試料について、SQUID 磁化測定装置を用いて FORC 測定 (温度 $T=10\sim 300\text{K}$ 、最大磁場 $H=3\text{kOe}$ 、反転磁場及び磁場ステップ $\Delta H_r = \Delta H = 1000\text{Oe}$) を行った。

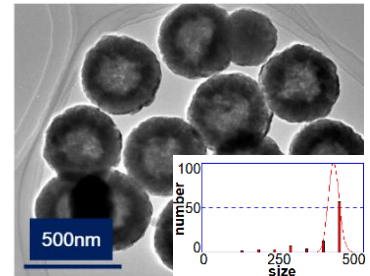


Fig.1 TEM image of sample A and its size distribution.

実験結果

Fig.2 に試料 A における $T=10\text{K}$ での FORC 図を示す。保磁力 (H_c) 方向に広がった 2 つの FORC 分布ピーク、並びに、 H_c 軸上に細長く尾のように伸びる小ピークが観測された。FORC 図を詳しく解析するため、FORC 分布強度を相互作用磁場方向、保磁力方向にそれぞれ積分した保磁力分布 $\rho(H_c)$ 、相互作用磁場分布 $\rho(H_u)$ を求めた。Fig.2 の FORC 図を反映し $\rho(H_u)$ において 3 ピークが観測された (Fig.3)。 $H_u \sim \pm 500\text{Oe}$ の両端のピークの強度は温度上昇とともに急激に減少し、フェルバー転移付近 ($T_v \sim 100\text{K}$) で極小値を取った後、 $T \sim 200\text{K}$ で極大を示した。同様な温度依存性は $\rho(H_c)$ のピーク強度でも見られ、主に磁気異方性の温度変化および T_v での構造相転移を反映していると考えられる³⁾。一方、 $H_u \sim 0$ の中央ピークの強度は T_v まで増加後、室温まで緩やかに減少した。温度依存性が異なる 2 種類の $\rho(H_u)$ ピークの存在は、起源の異なる 2 種類の磁化反転機構の存在を示唆している。

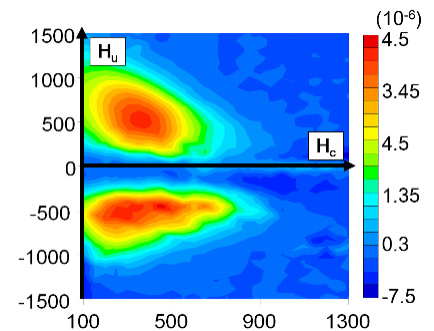


Fig.2 FORC diagram at $T=10\text{K}$ for sample A.

FORC 図での 2 ピークの出現は、単磁区ナノ粒子の低磁場構造の一つとして考えられているスピンドルテクスガ、中空構造でも形成されていることを示唆している。また、試料 A, B 間で $\rho(H_u)$ 、 $\rho(H_c)$ の温度依存性に違いが見られ、粒径に依存した磁化過程を示唆する結果が得られた。

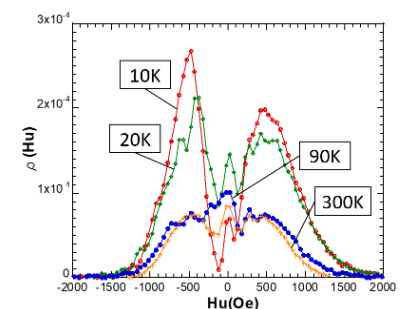


Fig.3 $\rho(H_u)$ at $T=10\text{K}$, 20K , 90K , and 300K for sample A.

参考文献

- 1) H. Khurshid et al., Sci. Rep. 5, 15054 (2015).
- 2) D. T. Nguyen et al., J. Nanosci. Nanotech., 13, 5773 (2013).
- 3) O. Ozdemir et al., Earth Planet. Sci. Lett., 194, 343 (2002).