# STM による C<sub>70</sub>-Co ナノ島/有機-無機ハイブリッド界面の 垂直磁気異方性増大の起源解明

吉田海仁<sup>1</sup>,小野広喜<sup>1</sup>,石青<sup>1</sup>,藤本一志<sup>1</sup>,梅田佳孝<sup>1</sup>,筒井健三郎<sup>1</sup>,三浦直也<sup>1</sup>, 山本航平<sup>3</sup>,石山修<sup>3</sup>,中村永研<sup>3</sup>,松尾豊<sup>1</sup>,横山利彦<sup>3</sup>,水口将輝<sup>1,2</sup>,宮町俊生<sup>1,2</sup> (<sup>1</sup>名大院工,<sup>2</sup>名大未来研,<sup>3</sup>分子研)

Investigating the origin of enhanced perpendicular magnetic anisotropy in C<sub>70</sub>-Co nano-islands/organic-inorganic hybrid interface by STM.

<sup>1</sup>K. Yoshida, <sup>1</sup>H. Ono, <sup>1</sup>Q. Shi, <sup>1</sup>K. Fujimoto, <sup>1</sup>Y. Umeda, <sup>1</sup>K. Tsutsui, <sup>1</sup>N. Miura, <sup>3</sup>K. Yamamoto,
 <sup>3</sup>O. Ishiyama, <sup>3</sup>E. Nakamura, <sup>1</sup>Y. Matsuo, <sup>3</sup>T. Yokoyama, <sup>1,2</sup>M. Mizuguchi, <sup>1,2</sup>T. Miyamachi (<sup>1</sup>Sch. Eng. Nagoya Univ., <sup>2</sup>IMaSS. Nagoya Univ., <sup>3</sup>IMS)

### はじめに

磁気メモリへの応用が期待されるナノ磁性金属とスピン散逸の小さい有機分子から構成され る有機-無機ハイブリッド構造において、その界面スピン状態を制御することは新規磁気状態の 創出につながると期待される。我々は強磁性 Co ナノ島と高い導電性を示すナノ炭素材料 C<sub>70</sub>分 子に着目し、それらで形成される C<sub>70</sub>-Co ナノ島ハイブリッド界面について、低速電子線回折 (LEED) と X 線吸収分光法/X 線磁気円二色性 (XAS/XMCD)を用いて構造・磁気状態を評価し てきた。その結果、C<sub>70</sub>-Co 界面磁気結合に由来すると考えられる Co ナノ島の面直磁気異方性 の増大が確認された。本研究では新たに走査型トンネル顕微鏡 (STM)を用いて C<sub>70</sub>-Co ナノ島 ハイブリッド界面の構造評価を行い、磁気状態変化の起源をミクロに解明することを試みた。

### <u>実験方法</u>

Cu(111)単結晶上に Co を蒸着して Co ナノ島を成長させた後、C<sub>70</sub>を 1~3 分子層蒸着して C<sub>70</sub>-Co 界面を作製し、その表面構造を STM により観察した。また、分子科学研究所 UVSOR BL4B にて超高真空・極低温環境下で XAS/XMCD 測定を行い、磁気状態評価を行った。

#### <u>実験結果</u>

Co ナノ島の成長様式を STM で観察した結果、1.5 原子層で島同士が繋がり始める様子が確認 された。次に XAS/XMCD 測定を行い、 $C_{70}$ 蒸着前後の Co ナノ島の磁気モーメントを外部磁場 ±5 T におけるスペクトルから算出し、磁化曲線を Co XAS の L<sub>3</sub>端ピーク強度の印加磁場依存 性をプロットすることにより得た。曲線の形状評価から、孤立した Co ナノ島では個別に起き た磁化反転が、島同士が繋がることによりコヒーレントに生じることがわかった<sup>[1]</sup>。さらに、 Co ナノ島の磁化曲線の C<sub>70</sub> 膜厚依存性を調べた結果、 $C_{70}$ の蒸着量増大に伴う面直磁気異方性 の増大が確認された。 $C_{70}$ -Co 界面の STM 観察の結果と併せて、 $C_{70}$ の吸着構造と Co ナノ島の 垂直磁気異方性増大の相関を議論する。

[1] A Hahlin et al., J. Phys.: Condens. Matter, 15, S573 (2003).

## Fe(001)表面上 MnTe エピタキシャル成長の STM/STS 研究

## 関 温杜<sup>1</sup>, 名和 憲嗣<sup>2,3</sup>, 山田 豊和<sup>1,4</sup> (1. 千葉大工, 2. 三重大工, 3. NIMS, 4.千葉大分子キラル) STM/STS Study on Epitaxial Growth of MnTe film on Fe(001) H. Seki, K. Nawa, T. K. Yamada (1. Chiba Univ., 2. Mie Univ., 3. NIMS, 4. Chiba Univ. Mol. Chiral. Res.)

### <u>はじめに</u>

表面や磁性による空間反転および時間反転対称性の破れから新規なトポロジカル磁性が原子層物 質では発現する。この特異な磁性は対称性によって決定されるため、不純物や欠陥の影響を受けず 耐久性が高いとされる。遷移金属ダイカルコゲナイドである磁性トポロジカル絶縁体 MnBi<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> や Altermagnetism を有する NiAs 型 MnTe などユニークな磁性の報告がある [2]。これらは主にバルク 結晶で合成されてきたが、量産化には真空エピタキシャル成膜が不可欠である。

本研究では、Altermagnetism を有する MnTe のエピタキシャル成長制御を目指す。バルク MnTe は 六方晶系をとるが、基板を体心立方(bcc)にすると bcc 系の MnTe ができ磁気構造も変化する。一般 に、六方晶系ではキュリー温度は高い(約 310 K)[3]が、bcc 系ではキュリー温度は下がる(<65 K) [4]。しかし、一般に強磁性と反強磁性間の強い交換相互作用を使えば熱揺らぎ以上に強く磁化を固 定できる。特に、Mn/Fe(001)系では Mn 薄膜のネール温度は室温以上に増加する[5]。

我々は、bcc-Fe(001)表面上に Mn と Te をエピタキシャル成長させ、積層や合金化構造を、超高真空・走査トンネル顕微鏡および走査トンネル分光法 (STM/STS) を用いて原子層磁石エピタキシャル成長制御法の確立を目指す。

### <u>実験手法</u>

本研究は、全て超高真空 (3×10<sup>-8</sup> Pa) で実施した。清浄で平坦な Fe(001)表面を、準備槽での Ar<sup>+</sup>ス パッタと加熱 (基板温度 560 ℃) により得た (約 200 時間)。清浄化した Fe(001)ウィスカ表面に Te (純度 99.9999%) を蒸着し、ポストアニール後の表面構造変化を観察した。試料の局所電子状態密 度 (LDOS) は STS を用いて計測した。Te 膜上に Mn (純度 99.999%) をさらに蒸着し、ポストアニ ール後の表面を観察した。Te と Mn の蒸着量は水晶振動子 (QCM) で制御した。

### 結果

(1) Te/Fe(001): Fe(001)原子テラス (40 - 100 nm) 上に、Te を 0.5 monolayers (MLs) 分、室温蒸着した (QCM = 0.134 nm)。直径 1 nm 程度の Te 粒が成長した。その後、500 K、611 K、671 K ポストア ニールした。500 K と 611 K で粒が徐々にやや角ばった丸い島 (直径 ~ 20 nm) に拡大した。この Te 島の高さは約 166 pm であった。原子像から Te は bcc 構造を持つ。しかし、671 K では、Te はステップフロー成長し四角島 (角の角度 90°) を形成した。

(2) Mn/Te/Fe(001): 0.9 MLs Te 単層膜上に、室温で Mn 0.3 MLs 蒸着した。Te 膜は Fe に比べ表面エネルギーが圧倒的に低いため、安定に表面に存在できる。Te 膜表面では Fe(001)表面状態ピークはなく均一な電子状態を示した。これは Fe/Te 界面は安定で合金化しにくい事を示唆する。この表面に Mn を蒸着しポストアニールも行った。その結果、加熱前 (室温製膜)表面では Mn/Te 積層膜を示唆する結果を得た。しかし、加熱後は、MnTe 合金領域と二層 Te 領域を確認した。さらに STS 結果を DFT 計算と比較し元素同定を行った。

参考文献: [1] Deng et al., Science 367, 895–900 (2020). [2] Krempaský, J. et al., Nature 2024, 626 (7999), 517–522. [3] Hennion et al., Phys. Rev. B 66, 224426 (2002). [4] C. Ferrer-Roca et al., Phys Rev B 61, 13679 (2000). [5] T. K. Yamada, et al., Microscopy Research and Technique, 66, 93-104 (2005)

## 凝集・孤立状態における Fe 系磁性ナノ粒子の交流磁気特性

◎柳田翔一1,2,山口恭周1,小坂奈月1,五月女容之1,マクナミーキャシー3,山本真平2, 齊藤 伸1,小川智之1 (1 東北大,2 三恵技研工業株式会社,3 京都大)

AC magnetic properties of Fe-based magnetic nanoparticles in aggregated and isolated states.

Shoichi Yanagita1,2, Yukichika Yamaguchi1, Natsuki Kosaka1, Yoshiyuki Sotome1, Cathy E. McNamee3,

Shinpei Yamamoto2, Shin Saito1, and Tomoyuki Ogawa1

(Dept, Elec, Eng, Grad, School. Eng, Tohoku Univ.

Advanced Research Department, Development Division, Sankei Giken Kogyo Co., Ltd.

Department of Chemical Engineering, Graduate School Engineering, Kyoto University)

#### はじめに

情報デバイスの小型化に伴い、磁性ナノ粒子(NPs)は、超常磁性やブロッキング現象など従来の材料とは 異なる特性を有している為、小型アンテナや電磁波吸収材としての応用が期待されている。しかしその磁気 特性に不明点が多く、特に異なる磁性 NPs が混在する2相系では単相 NPs とは異なる特性が確認されてい る。例に Fe-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs 共集合体では、χ"の温度依存性曲線において230 K 付近に極大値ピークを示した。こ れは磁性 NPs の凝集・孤立状態変化に伴う静磁気相互作用の変化による結果と予測されるが、詳細は未確認 である。本研究では、磁性 NPs の凝集・孤立状態を制御し、その交流磁化率を評価して、磁性 NPs の凝 集・孤立状態とブロッキング現象のメカニズムを検証した。

#### 実験方法

ホットソープ法を用いて合成した Fe NPs<sup>[1]</sup>と Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs<sup>[2]</sup>を凝集状態のサンプルとした。各磁性 NPs をヘ キサン 5 ml に分散させた。分散溶液に磁性 NPs が 1 wt%になるようにパラフィン樹脂へ加えて、加熱混合 した。ヘキサンが完全蒸発させて得られた磁性 NPs - 1 wt%パラフィン樹脂サンプルを孤立状態のサンプル とした。評価は、透過型電子顕微鏡(TEM)と超伝導量子干渉計による磁気特性評価を実施した。

#### 実験結果

TEM 観察より粒径は Fe NPs = 11.9 nm, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs = 4.3 nm であった。各サンプルの断面 TEM 観察から、 NPs 粉末集合体のでは NPs が凝集状態にあり、1 wt%パラフィン樹脂サンプルからは、パラフィン樹脂内で 分散・隣接状態であった。

Fig. 1 に(a)Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs 及び(b)Fe NPs、その1 wt%パラフィン樹脂サンプルの交流磁化率  $\chi$ "の温度依存性グ ラフを示す。Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs とその1 wt%パラフィン樹脂サンプルと共に、 $T_B$ =50 K に極大値ピークを示した。 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NPs ではその凝集・孤立状態に関係なく、NPs 同士の静磁気相互作用が非常小さいためにブロッキン グ現象を示す。Fe NPs では、 $\chi$ "に明確な極大値を取る温度点は確認できなかったが、1 wt%パラフィン樹脂 サンプルでは、180 K 付近に極大値ピークを取った。Fe NP(11.9 nm)の  $T_B$ (cal)を求めた結果  $T_B$ (cal) = 178 K であり、 $T_B$  = 180 K と近い値であった。この計算結果と断面 TEM 画像の結果より、180 K 付近の極大値ピー クは Fe NPs のブロッキング現象によるものである予想される。ただ、粒径の異なる Fe NPs の孤立状態にお ける  $T_B$ の観測や Mn, Zn などの Fe 系酸化

物での評価は未実施の為、引き続き研究 が必要である。

#### <u>参考文献</u>

- Hiroaki Kura, et. al, J. Phys. Chem. C, 114, 13, 5835–5838 (2010).
- Shouheng Sun, et. al, J. Am. Chem. Soc. 126, 1, 273-279 (2004).





# 磁化容易軸の配向に依存するマルチコア磁性ナノ粒子の 複素磁化率

Menghao Li<sup>1</sup>、Suko Bagus Trisnanto<sup>1</sup>、大多哲史<sup>2</sup>、竹村泰司<sup>1</sup> (<sup>1</sup>横浜国立大学、<sup>2</sup>静岡大学) Dependence of complex magnetic susceptibility on alignment of easy axis in multicore-structured magnetic nanoparticles Menghao Li<sup>1</sup>, Suko Bagus Trisnanto<sup>1</sup>, Satoshi Ota<sup>2</sup>, Yasushi Takemura<sup>1</sup> (<sup>1</sup>Yokohama National University, <sup>2</sup>Shizuoka University)

### <u>はじめに</u>

複数の小径コアで構成されるマルチコア磁性ナノ粒子は磁気温熱療法や磁気粒子イメージングなどへの応用が期待されている。本研究ではその磁化ダイナミクスに注目した。交流磁化率を測定することにより、Néel 緩和の活性化エネルギーなどを評価することができる<sup>1)</sup>。測定に使用した磁性ナノ粒子は、エポキシ樹脂中 に固定した試料であり、エポキシ樹脂を固化させる過程で直流磁界を印加し、磁化容易軸を配向させている<sup>2,3</sup>)。磁化容易軸の配向度に依存する、磁性ナノ粒子の磁化反転における活性化エネルギーや磁気異方性など を評価したので報告する。

#### <u>実験方法と結果</u>

MRI の造影剤として臨床使用されている Resovist<sup>®</sup>(主成分 γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)の有効成分であり、マルチコア 構造を有する Ferucarbotran(名糖産業株式会社)を使用した。エポキシ樹脂で固定させた磁性ナノ粒子に対 して、直流磁界中で磁化容易軸を配向固定させた試料と、無磁界中で固定した試料を作製した。後者では磁 化容易軸は無配向であると考える。0.8 T/μ<sub>0</sub>、若しくは1 T/μ<sub>0</sub>の直流磁界中で固定させることにより、磁化容 易軸の配向度が異なるサンプルを作製した。磁化容易軸の配向方向に平行及び垂直方向の交流磁化率を測定 した。印加する交流磁界の強度は 0.1 mT/μ<sub>0</sub>、周波数範囲は 100 Hz から 10 MHz とした。

Fig. 1 に磁化容易軸の配向度 $\rho$ に依存する Néel 緩和の活性化エネルギーを室温の熱エネルギーで除した  $\sigma = \frac{K_u V}{k_B T}$ を示す。配向度の上昇に伴い、活性化エネルギーが増加する。活性化エネルギーが磁性ナノ粒子 の濃度に依存するのは、マルチコア粒子間の双極子相互作用と理解される<sup>4</sup>。

測定試料、実験条件並びに得られた結果の詳細は当日発表する。



Fig. 1 Dependence of the ratio of activation energy to thermal energy on the degree of easy axis alignment.

#### <u>参考文献</u>

- 1) S. B. Trisnanto et al., J. Appl. Phys., 130, 064302, 2021.
- 2) T. Yoshida et al., J. Magn. Magn. Mater., 427, 162, 2017.
- 3) G. Shi et al., J. Magn. Magn. Mater., 473, 148, 2019.
- 4) S. Ota et al., J. Phys. Chem. C., 123, 28859 28866, 2019.

## ナノグラニュラーバルク材料の高周波複素誘電特性

## 鈴木一行、岩佐忠義、池田賢司、直江正幸、小林伸聖 (公益財団法人 電磁材料研究所) High-frequency complex permittivity of bulky nanogranular materials K. Suzuki, T. Iwasa, K. Ikeda, M. Naoe, N. Kobayashi (DENJIKEN - Research Institute for Electromagnetic Materials)

### はじめに

Fe、Co、および FeCo 合金などの強磁性金属と、窒化物、酸化物、およびフッ化物などのセラミックスとの 複相構造であるナノグラニュラー材料は、セラミックスのマトリックス中にナノメートルサイズの磁性金属 粒子がほぼ均一に分散した微細な構造を有し、その膜構造に起因する量子サイズ効果によって、新しい原理 に基づくユニークかつ多様な機能性を発揮するため、様々な電磁気デバイスへの応用も期待されている。昨 年の本講演会にて、タンデムスパッタ法で作製されるナノグラニュラー材料をバルク材化する方法、および

その電磁気特性について示した<sup>1)</sup>。今回は、その作製プロ セスにおいて、ナノグラニュラー薄膜を基板から剥離して 得られた粉末を加圧成型して特性評価した後に、再度粉砕 して加圧成型を繰り返すことにより、誘電損失が大きく低 減することを見出したので、その詳細について報告する。 実験方法

FeCoとBaF<sub>2</sub>をターゲットとするタンデムスパッタ法に より数 10 μm のナノグラニュラー膜をレジスト塗布ガラ ス基板上に成膜した。得られた膜を有機溶媒で剥離して粉 砕した後、ペレット型およびリングコア型の金型に封入 し、面圧 6.9×10<sup>8</sup> Pa で加圧成型した。寸法、質量、静磁化 特性、および高周波の複素誘電率・複素透磁率特性を測定 して、再び粉砕し加圧成型するルーチンを繰り返した。 **結果** 

今回作製した FeCoBaF 系のナノグラニュラー材料では、 粉砕・加圧成型の繰り返しによる嵩密度(充填率)の変化 はほぼ無かった。粉砕・加圧を4回繰り返して成型したペ レット型バルク材の磁化特性および複素誘電率スペクト ルを Fig. 1 および Fig. 2 にそれぞれ示す。粉砕・加圧の回 数と10 MHz および 100 MHz での誘電正接との関係を Fig. 3 に示す。粉砕と加圧成型の繰り返しにより、誘電損失が 大きく低減していることがわかる。この傾向は、同様の方 法で作製した複数の試料で例外なく再現した。なお、高周 波複素透磁率については、繰り返しによる顕著な変化は無 かった。X 線回折(*θ*-2*θ*スキャン)では粉砕・加圧回数に よる差異は現れなかったため、電子顕微鏡観察を実施し た。粉砕・加圧による構造の変化についての考察を含めて、 講演にて詳細を議論する。

#### 参考文献

 小林、他: 第47 回日本磁気学会学術講演概要集, 29aB-2, p. 199 (2023).



Fig. 1 Magnetization curve of  $Fe_{31}Co_{22}Ba_{17}F_{30}$ BNGM (Bulky Nano-Granular Material).



Fig.2 Complex permittivity spectra of  $Fe_{31}Co_{22}Ba_{17}F_{30}$ BNGM.



Number of times of powdering and press-forming Fig. 3 Dielectric loss at 10 MHz and 100 MHz in relation to the number of times of powdering and pressurized forming.

## メスバウアー効果による超常磁性ナノ粒子の磁気緩和の観測

喜多英治、小高千洋、小野寺礼尚<sup>1</sup>、間宮広明<sup>2</sup>、小川智之<sup>3</sup>、関戸尊子、柳原英人 筑波大数理、<sup>1</sup>茨城高専、<sup>2</sup>物材機構、<sup>3</sup>東北大工

Magnetic relaxation of Superparamagnetic Iron Oxide nanoparticles studied by Mössbauer spectroscopy

E. Kita, C. Kodaka, R. Onodera<sup>1</sup>, H. Mamiya<sup>2</sup>, T. Ogawa<sup>3</sup>, T. Sekido, H. Yanagihara

Univ. of Tsukuba, NIT Ibaraki college<sup>1</sup>, NIMS<sup>2</sup>, Tohoku Univ<sup>3</sup>.

#### <u>始めに</u>

磁性ナノ粒子(MNP)の磁気特性はサイズによって劇的な変化を示す。この性質を利用して新しい用途が 開拓されてきた。磁気ナノ粒子温熱療法、磁性粒子イメージング(MPI)、磁気共鳴イメージング(MRI)用 造影剤など、バイオメディカル用途は治療や診断の医療分野に広く適用されようとしている。これらの用途 にはナノ粒子の示す緩和現象が関係していて、その挙動を理解するには、基本的な物理的特性を注意深く調 べる必要がある。ここでは観測時間を変えた観測としてメスバウアー効果(MS)やAC帯磁率、動的磁化測 定を利用して緩和現象を議論する。

#### 磁気緩和

ナノ粒子の磁気特性は、外部磁場に対する時間依存の磁化挙動、すなわち緩和現象による超常磁性 (SPM) として記述されている。主な緩和メカニズムはネール機構であり、ナノ粒子の磁化の熱緩和が原因となるネ ール機構の特性時間 TN は、次のように表せる<sup>1)</sup>。

$$\tau_{\rm N} = \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{\sigma}} \tau_0 \frac{1}{2} \exp(\sigma),$$

ここで、 $\sigma = KV / (k_B T)$ 、 $\tau_0 = 10^{-10}$  s、 $k_B = 1.38^{-23}$ [JK<sup>-1</sup>]である。表Iには、この式に基づいて $K = 10^4$ [Jm<sup>-3</sup>]、T=300[K]として計算した  $\tau_N$ を示している。ナノ粒子の体積が8倍に増加すると、 $\tau_N$ が10<sup>-24</sup> sのオーダーから10<sup>-3</sup> sに変わる。

#### <u>実験</u>

試料には Future Materials 社製の酸化鉄 (SPIO) ナノ粒子(直 径 5.11nm,分散 1.37nm)を用いた。交流帯磁率および弱磁場下 での磁化の温度変化を測定した。MS 測定には約 20mg の乾燥 試料を鉛板のサンプルホルダーにパラフィンワックスを用い て固定した。密閉サイクル冷凍機を使用して測定温度を室温 から3Kの範囲で変化させた。<sup>2)</sup>

Fig.1 にメスバウアー効果の測定結果を示す。常温では吸収 強度が小さく、充分に固定されていない事が考えられる。最 低温度では γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を示すスペクトルが得られ、50K~30K で はそれらが磁気緩和を示すスペクトルが観測された。しかし 単一粒径粒子で予測されるスペクトルでは解析できず、分散 を考慮する必要がある。1kHz の AC 帯磁率測定からは 23.1K にピークが見られた。メスバウアー効果は講演では常温での 動的磁化曲線を含めて緩和を議論する。

#### 参考文献

1) P. C. Fannin, S.W. Charles, J. Phys. D, 27, (1994) 185.

2) E. Kita, et..al, IEEE Mag. Lett., 14 (2023) 6100205.

Table I.	$\tau_{\rm N}$ calculated for a cube.	
a [nm]	Volume [m <sup>3</sup> ]	$ au_{ m N}$ (s)
10	$10^{-24}$	6.4 x 10 <sup>-24</sup>
15.8	4 x10 <sup>-24</sup>	$4.5 \ge 10^{-7}$
20	8 x10 <sup>-24</sup>	1.9 x 10 <sup>-3</sup>



Fig. 1. Mössbauer spectra for SPIO NPs.

## 磁性ナノ粒子鎖を利用した多孔質樹脂作製における磁場強度依存性

小林京貴、櫻井淳平、秦誠一、岡智絵美 (名古屋大)

Magnetic field strength dependence in porous resin manufacturing using magnetic-nanoparticle chains

A. Kobayashi, J. Sakurai, S. Hata, C. Oka

(Nagoya Univ.)

### <u>はじめに</u>

ー様磁場下における磁性ナノ粒子 (MNP)の鎖状構造 (MNP 鎖)形成は、一方向性多孔質樹脂作製に応用可能である<sup>1)</sup>。しかし、その作製条件と得られる多孔質構造の関係は未だ不明な点が多い。本研究では、MNP 鎖形成状態に影響する磁場強度を変えて多孔質樹脂を作製し、多孔質構造の磁場強度依存性を調査した。

### <u>実験方法</u>

先行研究同様、磁性酸化鉄ナノ粒子(粒径:70-250 nm)とUV硬化樹脂を用いて実験を行った<sup>1)</sup>。磁場印加には電磁石を用い、一様磁場下(30-90 mT)にMNPと未硬化樹脂の混合物を10分間静置した後、UVを試料の直上(磁場と並行方向)から照射して樹脂を硬化させ直径約20 mm、厚さ約500 µmのディスク形状試料を作製した。そして、洗浄後の試料の上面と断面をSEMで観察した。UVを試料直上から照射した場合、MNP鎖内部に存在する樹脂が未硬化となり、洗浄時にMNPとともに除去され、磁場印加方向に沿った一方向性細孔が形成される。多孔質構造の評価は上面SEM像から行い、細孔の円相当径、細孔数を算出した。

#### <u>実験結果</u>

Fig.1に、90mTの磁場下で作製した試料の上面と 断面の SEM 像を示す。SEM 像内で白く見えるもの が MNP であり、黒く見えるものが細孔である。Fig. 1(b) の断面 SEM 像から、磁場印加方向に沿った MNP 鎖形成を確認できる。それぞれの磁場下で作製 した試料の多孔質構造解析結果を Fig. 2 に示す。細 孔の円相当径の平均値は、30 mT と 50 mT でほぼ変 化なし、70mT、90mT で減少傾向となることがわか った。30 mT、50 mT で大きな円相当径となるのは、 分岐の多い MNP 鎖が形成され、複数の細孔が連結 した大きな細孔が形成されたためと考えられる。こ れにより、30 mT と 50 mT で細孔数は少ない値とな る。50 mT 以降で細孔の円相当径が減少傾向となる のは、磁場増加に伴い MNP 鎖の分岐構造が減少し、 細孔同士の連結による細孔径の増大が抑制されるこ とに起因すると考えられる。このことは、細孔数が 50 mT 以降で増加する傾向とも一致する。これに加 え、細孔の円相当径が減少する要因として、高密度 な MNP 鎖が形成され、MNP 鎖自体の径が小さくな ることも影響していると考えられる。

このことから、一方向性多孔質樹脂作製時におけ る磁場強度により、MNP 鎖形成状態が変化し、得ら れる多孔質構造が変化することが明らかとなった。

#### <u>参考文献</u>

1) A. Kobayashi et al., IEEE Magn. Lett., 14, 6100305 (2023)



Fig. 1 SEM images of (a) top surface and (b) cross section of a sample manufactured at 90 mT.



Fig. 2 Relationship between magnetic field and (a) equivalent circle diameter and (b) number of pores per SEM image area.