



Fe ナノ粒子の粒度分布評価

小野 泰輔、渡辺 弘紀、金 甫根
株式会社デンソー 基礎研究 1 部

1. 背景と研究目的

Fe ナノ粒子はナノサイズ特有の特性を示し、新規軟磁性材料や磁性誘電材料として期待されている。特に応用面では、表面酸化処理が磁気特性に大きな影響を与えるため、表面酸化による粒子径の変化など、酸化過程の定量評価を行うことが必要である。これまで、これらの粒子径見積りはTEM 観察によって行われてきた。本研究の目的はX 線小角散乱(SAXS)測定によって、Fe ナノ粒子の酸化による粒度分布変化を定量評価することである。

2. 実験内容

測定試料は、TEM 観察により粒子径が10nm 程度と推測されるFe ナノ粒子、及び、これをエタノールで表面酸化させたものである。これらをヘキサミン中に分散させ、希薄(6×10^{-3} mol/L)な分散液に調整した。これらの分散液を2mm のリンデマンガラスキャピラリーに充填しSAXS 測定を行った。

測定条件は、X 線波長 = 0.92 Å、カメラ長 = 2120mm で、検出器にはR-AXIS IV⁺⁺を使用した。

3. 結果および考察

Fe ナノ粒子に表面酸化処理を施す前後のSAXS 測定結果を、Fig.1 に示す。表面酸化処理を行った後では、明らかに散乱曲線が変化している。これらの散乱曲線から粒度分布を求めるため、粒子間構造因子を分離した散乱曲線をフーリエ変換することで、粒子の重心からの空間分布関数、すなわち粒度分布曲線を求めた。与えたモデルは、球状粒子の単一分散モデルである。表面酸化処理を施す前のものは、モデルフィッティングに良く合う結果となり、Fig.2 に示す粒度分布を示した。この結果では、Fe ナノ粒子の中心粒子半径が6nm 程度(中心粒子径 12nm)であることから、TEM 観察の結果(10nm)とも整合性がある。一方、表面酸化を行ったものでは、上記の同様なモデルではフィッティングすることが出来なかった。これは、酸化処理時に粒子形状が著しく変化していること、もしくは粒子が凝集していることに起因するものと思われる。原因解明のため、今後、球体以外の様々なモデルを与え、フィッティングを試行する。また、酸化処理後の分散溶液の濃度を低濃度化し、超音波洗浄機等で、強い分散処理を施した上で、SAXS 測定を行うことを考えている。

4. 参考文献

1. The beginner's guide to SAXS data processing and analysis; E. Henderson, Univ. of Georgia, Aug. 2011
2. Elementary scattering Theory for X-ray and Neutron Users; D.S.Sivia, Oxford Univ. Press, Jul. 2010

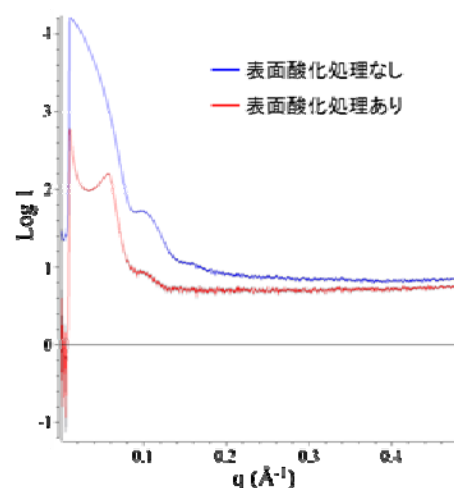


Fig.1 Feナノ粒子の散乱曲線

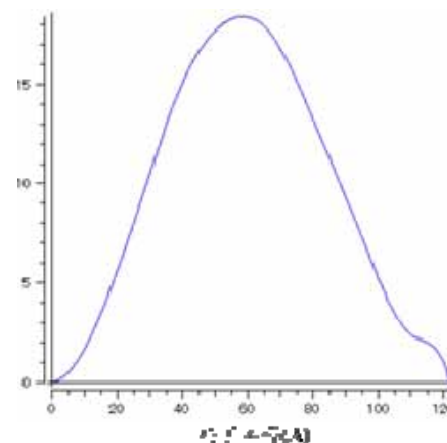


Fig.2 Feナノ粒子の粒度分布