



Fe ナノ粒子のコアシェル構造評価

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、表面酸化物の相同定や定量評価を行うことが必要である。本研究の目的は、放射光 XRD を用いて Fe ナノ粒子酸化皮膜を定量評価することである。

2. 実験内容

測定試料は、TEM 観察及び X 線小角散乱測定により、粒子径が 12 nm 程度と推測される Fe ナノ粒子である。この試料を $\phi 0.3$ mm のリンデマングラスキャピラリに充填し、大気雰囲気下にて常温から 250 °C まで吹き付け式ヒータで加熱し、酸化過程のその場観察 X 線回折測定(in situ XRD)を行った。測定条件は、X 線波長=0.688 Å(18.003 keV)、カメラ長=340 mm である。

3. 結果および考察

Fe ナノ粒子の in situ XRD 測定結果に対し、リートベルト解析を行った。その結果を Fig.1 に示す。解析条件は、回折ピーク位置から帰属された Fe、Fe₂O₃、Fe₃O₄ をフィッティングのモデル物質とした。また、解析から得られた尺度因子より、各物質の質量分率を導出した。これらの Fe ナノ粒子が完全なコアシェル構造であると仮定し、Fe 及び Fe₂O₃ と Fe₃O₄ の密度を、それぞれ 7.9 g/cm³、5.2 g/cm³ としてシェルの厚みを求めた。

酸化温度が 150 °C の場合、酸化物相は Fe₃O₄ のみであり、その質量比は、Fe: Fe₃O₄=0.975 : 0.025 であった。また、この結果を、シェル厚みに換算すると 0.08 nm であることが示された。同様に、200 °C における酸化物相も Fe₃O₄ のみであり、その質量比は、Fe: Fe₃O₄=0.964 : 0.036 であった。シェル厚みに換算すると 0.12 nm である。250 °C になると、酸化物相に微量の Fe₂O₃ が含まれていることから、大気雰囲気における Fe₂O₃ 生成温度は、250 °C 近傍であることが示された。質量比は、Fe: Fe₃O₄ : Fe₂O₃=0.9513 : 0.0431 : 0.0056 であり、シェル厚みは 0.16 nm である。

本研究により、コアシェル Fe ナノ粒子における表面酸化膜の組成比および厚みに関する定量的な情報が得られた。

4. 参考文献

1. Iron nanoparticles as potential magnetic carriers; Everett E. Carpenter, JMMM, vol225,1-2,p17-20,2001

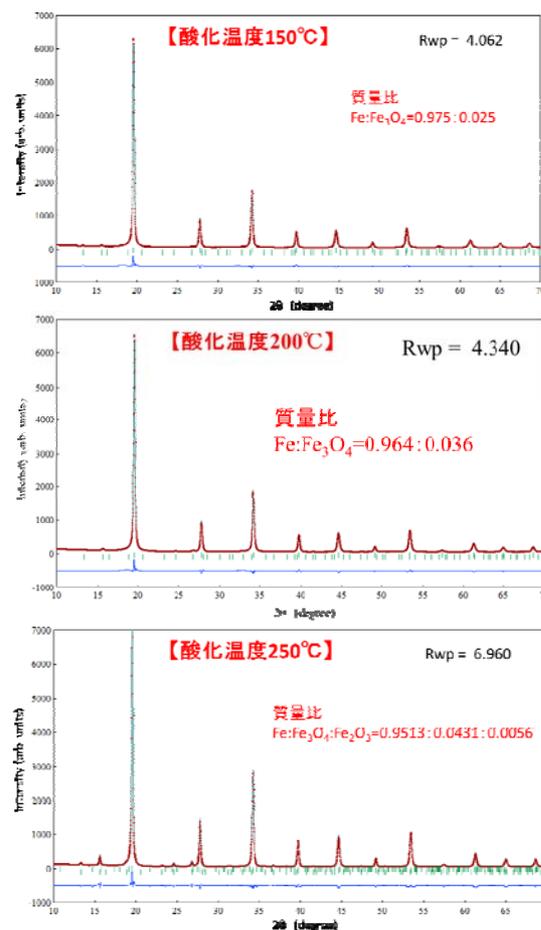


Fig.1 XRD パターンのリートベルト解析結果