

SiO₂ で被覆された FePt ナノ微粒子の構造変化の

精密結晶構造解析による評価

Structural transformations of SiO₂-coated FePt nanoparticles investigated by precise structural analyses

山本 真平^a, 森本 泰正^a, 島川 祐一^a, 木村 滋^b, 加藤 健一^b

Shinpei Yamamoto, Yasumasa Morimoto, Yuichi Shimakawa, Shigeru Kimura, Kenichi Kimura

^a 京都大学化学研究所, ^b 高輝度光科学研究センター

^aInstitute for Chemical Research, Kyoto University, ^bJASRI

大型放射光施設 Spring-8(BL02B2)での粉末 X 線回折(XRD)測定により、SiO₂ で被覆された FePt ナノ微粒子の熱処理に伴う構造変化を評価した。XRD 測定及び結晶構造解析の結果、熱処理を行うことにより、FePt ナノ微粒子の結晶構造は face-centered cubic 構造から face-centered tetragonal 構造へと変化した事が分かった。また、熱処理過程で微粒子の凝集がほとんど起こっていないことも分かった。

Structural transformations of the SiO₂-coated FePt nanoparticles during annealing were studied by means of powder X-ray diffraction (XRD) measurements at BL02B2 in Spring-8. XRD measurements and preliminary structural analyses revealed that the original face-centered cubic structure was transformed to the face-centered tetragonal structure while keeping size of the FePt nanoparticles unchanged.

背景と研究目的

face-centered tetragonal (fct)構造を有する FePt ナノ微粒子を基板上に 2 次元的に配列させたナノ微粒子アレイは“1 微粒子を 1 ビット”とする次世代の高密度磁気記録媒体の有力な素材として期待されており、盛んに研究されている¹⁾⁻³⁾。

溶液法による FePt ナノ微粒子の合成はサ イズおよび形状を比較的容易にそろえるこ ができる利点があり、盛んに研究されている。しかしながら、現状の溶液法では Fe および

Pt がランダムに配列した face-centered cubic (fcc)構造¹⁾、または結晶化の不充分な fct 構造の FePt ナノ微粒子²⁾しか合成することができない。それゆえ、充分に結晶化した fct 規則構造を形成させるためには更に熱処理が必要である。しかしながら、熱処理時に粒子同士の凝集が起り大きさや形状が不均一になるため、熱処理温度をあまり高くできない問題がある。

我々は最近、fcc 構造を有する FePt ナノ微粒子の表面を SiO₂ で厚く被覆することによ り、極めて高い温度においても微粒子同士の

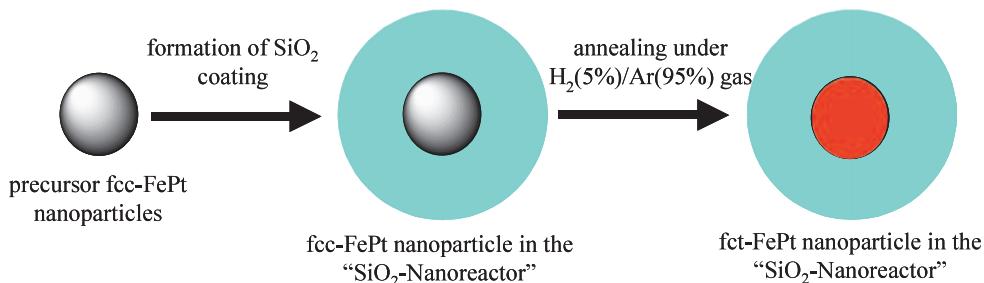


Fig. 1. Synthesis of non-aggregated FePt nanoparticles with the fct structure

凝集を引き起こすことなく熱処理を行う事に成功した³⁾。本法の特徴は、FePt ナノ微粒子の表面を取り囲む厚い SiO_2 層がナノサイズの反応容器(nanoreactor)として働くため、熱処理時に Fe および Pt 原子がその外部に拡散しにくいことである（図 1 参照）。

本研究では、 SiO_2 で被覆された FePt ナノ微粒子の熱処理に伴う構造変化を評価するため、放射光を用いた粉末 X 線回折(XRD)測定およびその精密結晶構造解析を行った。

実験

試料として、Sun らの方法²⁾に従って調製した fcc 構造を有する FePt ナノ微粒子（平均サイズ 6.5 nm）を SiO_2 で被覆したものを用いた。また、熱処理の条件は、H₂(5 %)/Ar(95 %) 雰囲気下、900 °C で 1 時間とした。 SiO_2 で被覆された FePt ナノ微粒子は粉末の試料形態であるため、キャピラリーに封入して、透過法により XRD 測定を行った。使用する X 線のエネルギーは Pt の吸収端を考慮して、0.042 nm とした。実験は、施設保有の大型デバイシェラーカメラを用い、BL02B2 ビームラインハッチの標準的な装置レイアウトで行った。

結果及び考察

図 2 に、熱処理前後における試料の XRD スペクトルを示す。熱処理前には fcc 構造で

あった結晶構造が、熱処理により face-centered tetragonal 構造へと変化した事が分かる。また、予備的な結晶構造解析の結果、熱処理後の FePt ナノ微粒子の平均粒子サイズは約 6.9 nm と見積もられた。この値は熱処理前の FePt ナノ微粒子の大きさとほぼ等しく、熱処理過程で微粒子の凝集がほとんど起こっていないことも分かった。

今後の課題

500 °C から 900 °C 程度まで熱処理時間の異なる試料を用いることにより、熱処理に伴う構造変化の温度依存性を評価する研究を計画したい。

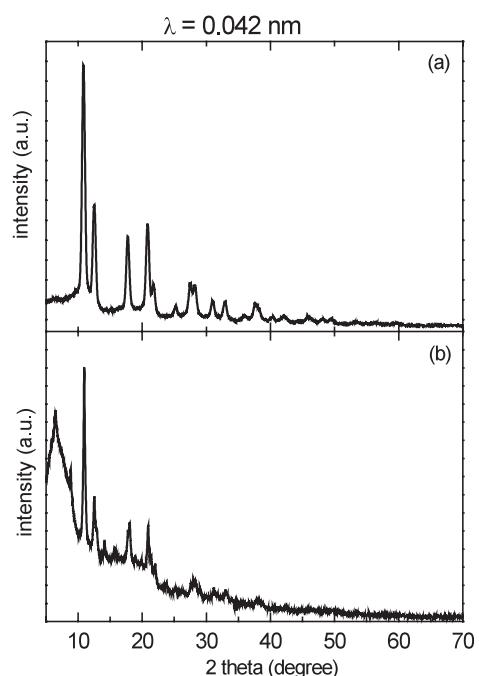


Fig. 2. XRD patterns of the SiO_2 -coated FePt nanoparticles (a) before and (b) after annealing

参考文献

- 1) S. Sun et al., *Science*. **287**, 1989 (2000)
- 2) B. Jeyadevan et al., *JJAP*. **42**, L350 (2003)
- 3) S. Yamamoto et al. submitted to APL