

Title	Design of Nanocluster Based Magnetic Materials with Multifunctionality
Author(s)	Nakayama, Tadachika
Citation	大阪大学, 2000, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://doi.org/10.11501/3169363">https://doi.org/10.11501/3169363</a>
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名	なか やま ただ ちか 中山 忠 親
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 15400 号
学位授与年月日	平成12年3月24日
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科物質化学専攻
学位論文名	Design of Nanocluster Based Magnetic Materials with Multifunctionality (ナノクラスターによる多機能型磁性材料の設計)
論文審査委員	(主査) 教授 新原 皓一
	(副査) 教授 甲斐 泰 教授 田川 精一 教授 足立 吟也 教授 城田 靖彦 教授 平尾 俊一 教授 野島 正朋 教授 小松 満男 教授 大島 巧

### 論文内容の要旨

本論文は、ナノクラスター出発原料粉末として任意のサイズの磁性体粒子を内包した複合材料を作製する新規なナノプロセスを提案し、優れた磁気特性のみならず機械的特性を始めとする種々の特性を兼ね備えた多機能型磁性材料の材料設計における指針を得たものであり、全六章から構成されている。

第一章では、本研究の目的ならびに意義について述べている。

第二章では、化学的な溶液法と仮焼により、MgO/鉄酸化物ナノクラスター複合粉末を作製している。さらにこの粉末に対して水素還元を施すことにより、MgO/鉄ナノ粒子複合粉末の作製に成功している。この際、鉄の出発物質である硝酸塩九水和物から脱離した水和水により MgO を分解することで、ナノレベルの鉄と MgO が互いに取り込んだような特異な微細構造を実現している。また、これらの複合粉末の多様な磁気特性を微細構造から考察している。

第三章では、溶液法により作製した MgO/鉄ナノ粒子複合粉末を出発原料とし、パルス通電焼結法により緻密な焼結体を作製している。得られた焼結体の微細構造解析の結果、サブミクロンレベルの MgO マトリックスの粒内に鉄ナノ粒子が、粒界には 200nm 程度の鉄粒子が分散したナノコンポジットであることを見出している。また、粒内のナノサイズの鉄は高い磁気特性を誘起し、粒界のサブミクロンサイズの鉄はその延性により、マグネシアの高靱性化をもたらし、構造材としての信頼性向上に寄与していることを示している。さらに、この材料は逆磁歪効果を利用した応力センシング機能を有することを明らかにしている。

第四章では、希ガス中二元同時蒸発法により銀/鉄ナノクラスターコンポジットの作製を行い、この材料が 12nm 程度の銀ナノ粒子の中に 1~2 nm の鉄ナノクラスターを含んだ特異な構造を有していることを明らかとしている。また、蒸発時のヘリウムガス圧の変化や、酸化雰囲気での熱処理により、鉄の酸化数ならびに粒子サイズを制御できることを明らかにしている。

第五章では、銀/鉄または鉄酸化物ナノクラスターコンポジットの磁気特性について検討している。得られた磁性体ナノクラスターコンポジットは、いずれも 100~200K 以上の高温域において超常磁性を示し、鉄の酸化数ならびに粒子サイズを制御することで、超常磁性プロッキング温度を制御できることを明らかにしている。さらに、ナノ構造に基づく磁気熱量効果の増進について考察し、次世代型の磁気冷凍動作物質の材料設計の指針を与えている。

第六章では、本論文で得られた主な結果をまとめて示している。

## 論文審査の結果の要旨

本論文は、鉄の磁気特性や機械的特性をはじめとする諸機能がサイズ依存性を持つことに着目し、溶液法と希ガス中蒸発法で作製した任意サイズの鉄粒子を含む MgO 複合粉末をパルス通電焼結法あるいは真空中その場圧縮成形法でバルク体に成形し、それらの磁気特性や機械的特性等と微細構造との関連を明らかにしたものであり、主な結果を要約すると以下のとおりである。

- (1) 平均粒径100nmのマグネシア粉末と硝酸鉄から、MgO ナノクラスターと鉄酸化物ナノクラスターが均一に分散した複合粉末が作製できることを見出している。また、この複合粉末が室温で超常磁性を発現することを明らかにしている。
- (2) マグネシア/鉄酸化物ナノクラスター複合粉末の水素気流中での還元で、MgO 粒子の内部と外部の双方に数10 nm の鉄ナノ粒子を分散した複合粉末の作製が可能であることを見出している。また、この複合粉末のパルス通電焼結法で MgO の粒内に鉄のナノ粒子を、粒界に鉄のサブミクロン粒子を分散した MgO/鉄ナノコンポジットの作製に成功している。
- (3) MgO/鉄ナノコンポジットは、優れた機械的特性と保磁気特性を兼備していることを明らかにしている。また、この材料が逆磁歪効果に基づく応力センシング機能を具備していることを見出している。
- (4) 物理的な希ガス中二元同時蒸発法で比較的大量（グラムオーダー）の粉末の作製が可能であることを見出している。また、透過型電子顕微鏡観察結果から、この複合粉末は直径10から20nmの銀粒子中に直径1から2 nmの極めて微細な鉄ナノクラスターが内包された特殊な微細構造を持つ銀/鉄ナノクラスターコンポジット粉末であることを確認している。
- (5) 希ガス中二元同時蒸発法でヘリウムガス圧と酸化雰囲気中の熱処理条件を変化させる事により、クラスターサイズと鉄の酸化数の制御が可能であることを明らかにしている。また、この構造制御でコンポジットの超常磁性プロッキング温度を制御することに成功している。
- (6) ナノ構造に基づく磁気熱量効果の増進について、その機構等を考察し、次世代型の磁気冷凍動作物質の材料設計の指針を得ている。

以上のように、本論文は、化学的な手法と物理的な手法のそれぞれの特徴を生かした新規なナノプロセスを提案していると共に、ナノクラスターを用いて高次に微細構造を制御した複合材料の設計・開発に成功しており、ナノクラスターコンポジットの実用化に多大の貢献をするものである。また、これらの成果は多機能型のセラミックスの材料設計に必要な多くの基礎的知見を与えるもので、物質化学、材料工学、複合材料工学の確立に寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。