

Title	L10 型規則合金ナノ粒子の電子線構造解析と磁性評価
Author(s)	佐藤, 和久
Citation	
Issue Date	
Text Version	none
URL	http://hdl.handle.net/11094/46949
DOI	
rights	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

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

氏名	佐藤和久
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 19780 号
学位授与年月日	平成 17 年 9 月 21 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 2 項該当
学位論文名	L1 ₀ 型規則合金ナノ粒子の電子線構造解析と磁性評価
論文審査委員	(主査) 教授 弘津 禎彦 (副査) 教授 山本 雅彦 教授 森 博太郎 教授 中谷 亮一

論文内容の要旨

本研究では、Fe 系 L1₀ 型規則合金ナノ粒子の構造・形態と磁性との相関についての知見を得ることを目的とし、NaCl(001) 及び MgO(001) 単結晶基板上に 2 次元分散した L1₀ 型 FePt、FePd ナノ粒子の規則化過程、極微構造、磁気的性質について研究を行った結果、以下の知見が得られた。

第 1 章では、磁性ナノ粒子研究の歴史と近年の L1₀ 型規則合金ナノ粒子研究の今日までの経緯を整理し、本研究における高分解能電子顕微鏡法・電子回折法によるナノ粒子極微構造解析の必要性について言及し、本研究の目的を述べた。

第 2 章では、方位配向した L1₀ 型 FePt ナノ粒子 2 次元分散膜を電子ビーム逐次蒸着法により合成する方法ならびに蒸着条件について述べた。高保磁力を有する FePt ナノ粒子形成には、基板温度 623 K 以上での蒸着と 873 K 以上での熱処理が必要であることを示した。

第 3 章では、L1₀ 型 FePt ナノ粒子規則化過程における、微細ドメイン構造を有するナノ粒子の形成と、ドメイン構造の解消による単結晶ナノ粒子の生成について明らかにした。

第 4 章では、FePd ナノ粒子において、個々のナノ粒子内にて合金化・規則化反応が進行していることを明らかにし、FePt ナノ粒子の場合と比較して規則化温度が 100 K 低下すること、粒径及び組成分布が小さいこと、磁化容易軸 (c 軸) が膜面垂直方向に優先配向した単一バリエーションナノ粒子が形成されることなど、規則化過程と極微構造の FePt ナノ粒子との相違点を示した。さらに Pd 種結晶粒子の形態と、Fe と Pd 間でのエピタキシャル成長の方位関係に基づいて、ナノ粒子 c 軸の膜面垂直方向への優先配向を説明した。

第 5 章では、10 nm サイズの L1₀ 型 FePt、FePd ナノ粒子 2 次元分散膜について、*hh0* 系統反射を励起した制限視野電子回折図形の多重散乱を考慮した強度解析によるナノ粒子平均規則度の精密測定手法を述べ、組成分布、試料厚さ分布、温度因子が規則度測定精度に及ぼす影響について考察した。

第 6 章では、第 5 章で述べた規則度測定手法をナノビーム電子回折法に適用し、個々の L1₀ 型 FePd ナノ粒子の規則度を測定し、規則度の粒径依存性を明らかにした。

第 7 章では、10 nm サイズの FePt、FePd ナノ粒子分散膜における磁化測定結果をもとに、単磁区粒子の理論による磁気異方性定数の推算値と長範囲規則度との相関について検討し、結晶磁気異方性定数は長範囲規則度を通して粒径に依存することを指摘した。

第 8 章では、FePt ナノ粒子規則化過程に及ぼす Ag 添加の影響について調べ、規則相形成温度が低下することなら

びに Ag が FePt 規則格子中には固溶していないことを明らかにした。

第 9 章では、FePt ナノ粒子における L1₀ 型規則相形成の粒径依存性を調べ、粒径 2 nm 以上の粒子において L1₀ 型規則構造が安定構造であることを示した。さらに、結晶磁気異方性定数の極微小粒子での低下を指摘し、本手法により作製された FePt ナノ粒子において硬磁気特性が発現する臨界粒径は約 8 nm であることを示した。

第 10 章では、個々のナノ粒子内に Fe と FePd とを共存させた Fe/FePd ナノ複合粒子に関し、Fe/FePd 界面での交換結合による L1₀ 型ナノ粒子の高機能化について検討し、保磁力、飽和磁化の Fe 濃度依存性を明らかにした。

第 11 章では、本論文を総括した。

論文審査の結果の要旨

L1₀ 型 FePt ならびに FePd 規則合金ナノ粒子は、次世代の超高密度磁気記録媒体材料として注目されている。磁気記録媒体への応用に際し、これら L1₀ 型ナノ粒子の粒径、組織及び規則度と磁氣的性質との相関に関する基礎的知見は必要不可欠である。本論文は、電子ビーム逐次蒸着法により単結晶基板上に作製した L1₀ 型 FePt、FePd ナノ粒子 2 次元分散膜の電子線構造解析と磁性評価を行い、構造と磁性との相関について調べることを目的とし、規則化過程、極微構造、磁性についての多くの基礎的知見を得ている。主な成果を要約すると以下のようになる。

- (1) FePt、FePd ナノ粒子における規則化過程の詳細な電子顕微鏡観察結果に基づき、磁化容易軸である c 軸の膜面垂直方向への優先配向は、Pt 及び Pd 種結晶ナノ粒子の形態と、種結晶ナノ粒子と Fe とのエピタキシャル成長方位関係に起因することを指摘している。また、FePt ナノ粒子と FePd ナノ粒子における規則化温度の相違を、両合金における空孔濃度の相違により説明している。
- (2) L1₀ 型ナノ粒子の長範囲規則度を精密に測定する手法として、多重散乱を考慮した制限視野電子回折法ならびにナノビーム電子回折法を用いる手法を提案している。この手法を用いて、規則度の粒径依存性を明らかにするとともに、結晶磁気異方性定数の推算値と規則度との相関について検討し、結晶磁気異方性定数は長範囲規則度を通して粒径に依存することを指摘している。このようなナノ粒子における規則度の解析は従来の X 線回折法では行い得ず、ナノ構造評価の新しい手法である。
- (3) 高分解能電子顕微鏡観察により、FePt、FePd ナノ粒子における規則化の限界粒径を調べ、FePd ナノ粒子の場合には粒径約 4 nm 以下において L1₀ 型規則構造が消失し、不規則相が安定化するが、FePt ナノ粒子の場合には粒径 2 nm においても L1₀ 型規則構造形成が認められることを明らかにしている。
- (4) 結晶磁気異方性の異なる Fe と FePd からなる 2 相共存したナノ複合粒子を合成し、極微構造評価、磁性評価を行っている。ナノスケールでの組織の複合化による Fe と FePd 間での交換結合を利用することにより、FePd ナノ粒子の硬磁気特性を維持しつつ、飽和磁化を高めることが可能であることを明らかにしている。

以上のように、本論文はナノ粒子における極微構造解析と磁性評価を行い、強磁性規則合金ナノ粒子における極微構造と磁性との相関を明らかにしており、材料工学の発展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。