

Title	Low-Temperature Synthesis and Structural Characterization of Oriented Hard Magnetic L1 ₀ -FePtCu Nanoparticles
Author(s)	柳, 韓蔚
Citation	大阪大学, 2008, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/48595
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉 大阪大学の博士論文について〈/a〉をご参照ください。

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

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

Osaka University

氏 名	柳 韓 蔚
博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	第 2 2 0 2 3 号
学 位 授 与 年 月 日	平成 20 年 3 月 25 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第 4 条第 1 項該当 工学研究科マテリアル科学専攻
学 位 論 文 名	Low-Temperature Synthesis and Structural Characterization of Oriented Hard Magnetic L1 ₀ -FePtCu Nanoparticles (方位配向硬質磁性 L1 ₀ -FePtCu ナノ粒子の低温合成と構造評価)
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 弘 津 禎 彦 (副査) 教 授 森 博 太 郎 教 授 中 嶋 英 雄

論 文 内 容 の 要 旨

FePt nanoparticles with the L1₀-type ordered structure have attracted much interest as one of the promising candidates for future ultra-high density magnetic recording media due to high magnetocrystalline anisotropy constant (K_u). The L1₀ FePt nanoparticles exhibit excellent hard magnetic properties even when the size decreases to about 4 nm. However, for the L1₀-nanoparticles with the high K_u value, thermal treatment at high temperature as high as 873 K must be usually necessary in order to enhance the atomic ordering. Such a high temperature process often results in undesirable coalescence or sintered growth of nanoparticles, and these are unfavorable to fabricate the high density recording media. For application purposes, it is necessary to decrease the ordering temperature. On the basis of above requirement, effect of additive Cu on the low temperature synthesis of L1₀-FePt nanoparticles was investigated in this study.

L1₀-FePt and FePtCu nanoparticles have been directly synthesized by co-evaporation of Fe, Pt and Cu using rf-magnetron sputtering onto NaCl substrate without any post-deposition annealing. The L1₀-FePtCu nanoparticles with a fine two-dimensional dispersion were formed at a low substrate temperature as low as 613 K. A maximum coercivity of 1.4 kOe (measured at room temperature) was obtained when the composition was Fe₃₇Cu₁₂Pt₅₁. In the case of binary L1₀-FePt nanoparticles, the ordering process was slow and the coercivity value was lower than 1 kOe under the sputtering at 613K, and a particle-coalescence became prominent. These results indicated that the additive Cu is effective to fabricate hard magnetic L1₀-FePtCu nanoparticles at low substrate temperatures using rf-magnetron sputtering.

As the result of ALCHEMI analysis, the ratio of calculated Cu substitution on Fe site was found to be about 98%, which means the Cu almost substitutes the Fe site. The long range order (LRO) parameter of individual isolated binary L1₀-FePt and ternary L1₀-FePtCu nanoparticles was determined by comparing nano-beam electron diffraction intensities and calculated ones considering the multiple scattering. The estimated LRO parameter (S) for the L1₀-FePtCu nanoparticles varied from 0.41 to 0.58 in the particle size range between 6 and

15 nm, while S for the $L1_0$ -FePt nanoparticles showed always small values as small as 0.2-0.3 independent of particle size.

The reason for the lower coercivity value of the $L1_0$ FePtCu nanoparticles in comparison with that expected from the K_u value of bulk or film specimens was considered to be mainly due to defect structures of the nanoparticles introduced in the sputtering at the low synthesis temperature.

論文審査の結果の要旨

高い結晶磁気異方性を有する $L1_0$ 型規則構造の FePt ナノ粒子は高密度磁気記録媒体として注目されている。しかしながら、FePt ナノ粒子の $L1_0$ 型規則構造形成のための温度は 873 K 程度と高く、また、この温度下では、ナノ粒子の合体成長も同時に起こりやすく、応用に向かう大きな障害となっている。このため、873 K よりも十分低温での $L1_0$ 型 FePt ナノ粒子合成が期待されている。本研究では、Cu 添加による方位配向硬質磁性 $L1_0$ -FePt ナノ粒子の低温合成を行い、その構造ならびに組織形態の詳細を評価し、磁気特性との関係について調べている。主な成果を要約すると以下の通りである。

- (1) RF マグネトロンスパッタ法を用い、種々の基板温度下で岩塩劈開面上に FePtCu ナノ粒子を作製した結果、基板温度 613 K のもとで平均サイズ約 10 nm の $L1_0$ -型構造の 2 次元分散〈100〉配向 FePtCu ナノ粒子の直接合成に成功している。また、保磁力最大の最適組成は $Fe_{37}Pt_{51}Cu_{12}$ 付近であることを見出している。一方、2 元系 $Fe_{50}Pt_{50}$ ナノ粒子の同様なスパッタ条件での合成を試み、2 元系においては規則化が遅いため保磁力は非常に低く、基板温度 613 K においては粒子の合体が進行することを確認している。
- (2) 基板温度 613 K で得られた $L1_0$ -FePtCu ナノ粒子膜について、個々のナノ粒子の規則度をナノビーム電子回折強度測定値と計算強度値の比較により求めている。強度測定に当たっては系統反射励起を利用し、規則格子反射と基本格子反射の強度比を測定している。FePtCu 合金中の Cu 位置の決定には $L1_0$ -FePtCu 合金膜を用いた ALCHEMI 法による解析を行い、Cu が Fe 位置に入ることを確認している。その結果、低温合成 FePtCu ナノ粒子の規則度 S は、粒子サイズが 12 nm 以上の粒子で約 $S=0.6$ であり、粒子サイズが約 8 nm あたりから S は低下し始めることを明らかにしている。
- (3) $L1_0$ -FePtCu ナノ粒子のサイズと規則度、保磁力との関係について調べ、粒子サイズの微小化に伴う保磁力低下について考察している。粒子サイズの微小化により規則度の低下や格子緩和などが生じ、結晶磁気異方性の低下を引き起こし、その結果、 $L1_0$ -FePtCu ナノ粒子の保磁力がバルクの結晶磁気異方性から期待される値よりも現実には小さくなることを説明している。

以上のように、本論文は、硬質磁性規則合金ナノ粒子の低温合成、ならびに、構造と磁気特性に関する多くの重要な基礎的ならびに実用的知見を提供しており、高密度磁気記録媒体分野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。