

逆ミセル法により合成した磁性ナノ複合粒子材料 (1)

(阪大院工) 木下 卓也、丸山 弘城、清野 智史、中川 貴、山本 孝夫
 (阪大産研) 中山 忠親
 (学振、科技特) 興津 健二

【緒言】 逆ミセル法を用いて、磁性体である鉄と非磁性体である金が混在するナノ複合粒子材料を合成した。逆ミセルは原料イオンを含む水溶液が界面活性剤によって有機溶媒中に分散したもので、その微小な液滴を反応場とすることにより、粒径が非常に小さくかつ粒度分布の狭い粒子材料を合成できる。本研究では鉄イオンと金イオンを段階的に還元することにより粒径が 10nm 以下の複合粒子材料を得た。鉄の相同定は、X 線回折測定では鉄化合物のピークが金のピークに隠れてしまうため困難なので、Fe-K 端の X 線吸収スペクトル微細構造(XANES)測定によって行った。この結果、磁性相である鉄は金属 Fe ではなく、鉄酸化物 Fe_3O_4 が支配的であることがわかった。

【実験】 逆ミセル法により鉄イオンと金イオンを段階的に還元し、鉄ナノ粒子に金をコーティングした鉄/金ナノ複合粒子材料の合成をめざした。鉄、金の出発物質に $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{HAuCl}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ を、還元剤に NaBH_4 を用いた。界面活性剤にセチルトリメチルアンモニウムブロミド(CTAB)、有機溶媒に n-オクタン、co-surfactant に 1-ブタノールを用いて逆ミセルを調製し、まず $\text{FeSO}_4(\text{aq.})$ の逆ミセルに $\text{NaBH}_4(\text{aq.})$ を加えて鉄ナノ粒子逆ミセルを形成した。次に $\text{HAuCl}_4(\text{aq.})$ を添加し、同様に $\text{NaBH}_4(\text{aq.})$ で還元した。反応系は常に 30、Ar 雰囲気を保ち、回転プロベラもしくは超音波ホモジナイザーにより攪拌した。反応後、溶媒を減圧下で蒸発させ、遠心分離により界面活性剤を除去し、粉末試料を得た。TEM によって構造と粒径を観察した。試料中の鉄の含有率の決定には、ICP 分光法による化学分析を行った。鉄を含む磁性相の同定のために、SPring-8 の BL01B1 で Fe-K 端 X 線吸収スペクトルを測定し、XANES エネルギー微分スペクトルを標準物質のそれと比較した。

【結果と考察】 図 1 に、合成した鉄/金ナノ複合粒子材料の TEM 写真を示す。図中には、ICP 化学分析による鉄/金の金属含有率、および、対数正規分布関数でフィッティングして決定した幾何平均粒径 x_g と幾何標準偏差 σ_g も示す。Fe/Au の濃度を 0.02/0.01、0.04/0.02、0.1/0.05 (mol/l) と変えたとき平均粒径は、5.0、5.2、5.5 (nm) と増加した。図 2 に、Fe-K 端 XANES エネルギー微分スペクトルを示す。磁性相である鉄は、金属 Fe ではなく酸化物 Fe_3O_4 であることがわかった。また、その他の実験条件の違いによる粒子のサイズ、粒度分布等への影響についても比較検討した。

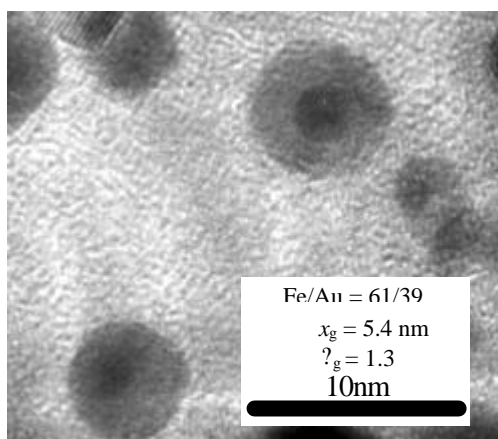


図 1 鉄/金ナノ複合粒子材料の TEM 写真

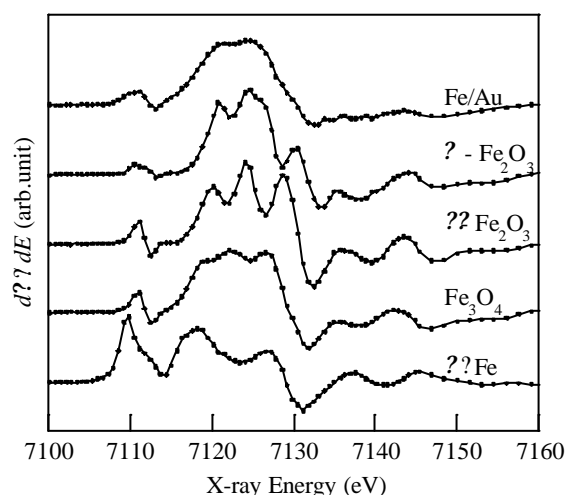


図 2 鉄/金ナノ複合粒子材料と種々の標準物質の Fe-K 端 XANES 微分スペクトル

【謝辞】 本研究は、「ナノ粒子の合成と機能化」プロジェクト、科研費、旭硝子財団の助成を得た。

きのした たくや、まるやま ひろき、せいの さとし、なかがわ たかし、やまもと たかお、なかやま ただちか、おきつ けんじ