

コバルト単結晶微粒子内包カーボンナノカプセルの合成とその磁気特性

前田浩二 (工学部技術部第一技術系第二班)

1. はじめに

3次元閉殻構造をもつ炭素クラスターである C_{60} は、1985年KrotoとSmalleyらによって発見された⁽¹⁾。そして、1990年、KratschmerとHuffmanらは、不活性ガス中における炭素棒抵抗加熱により C_{60} を大量に合成することに成功した⁽²⁾。このような C_{60} などのフラレン(図1)は、その構造から推測されるように、金属原子やそのほかの原子、分子を自らのゲージの中に内包できる可能性がある。

一方、現在の面内磁気記録では形状磁気異方性を利用した針状磁気粒子が磁気記録媒体として使用されているが、最近その記録密度を大きくする手段として、結晶磁気一軸異方性を利用した球状磁性粒子が有望視されている。本研究では、金属粒子を内包するカーボンナノカプセルが球状であり、また大気中においても非常に安定であることに着目して、コバルト微粒子を内包するカーボンナノカプセルを合成することを試み、またその磁気特性を明らかにした。

2. 合成法

金属コバルト微粒子を内包したナノカプセルの合成は、低圧ヘリウム(あるいはアルゴン)ガス中におけるカーボン棒間のアーク放電を利用した。実験に使用したアーク放電装置図の模式図を図2に示す。陽極にはカーボンとコバルトのコンポジット棒を用いた。このコンポジット棒は、直径20mmのカーボン棒に、深さ10mmの穴を開け、純コバルト顆粒(あるいはコバルト酸化物粉末)を穴の中に充填したものである。また、陰極は直径10mmのカーボン棒である。この二つの電極は、チャンバー内のカーボンホルダーにそれぞれセットされており、陰極は直線運動導入機構によって上下に動くことができる。この電極

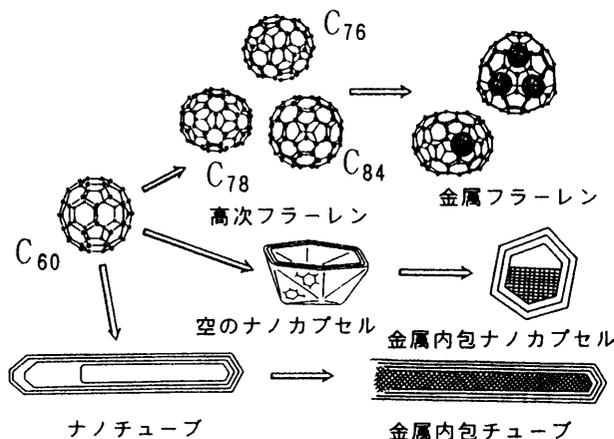


図1 C_{60} とその関連物質

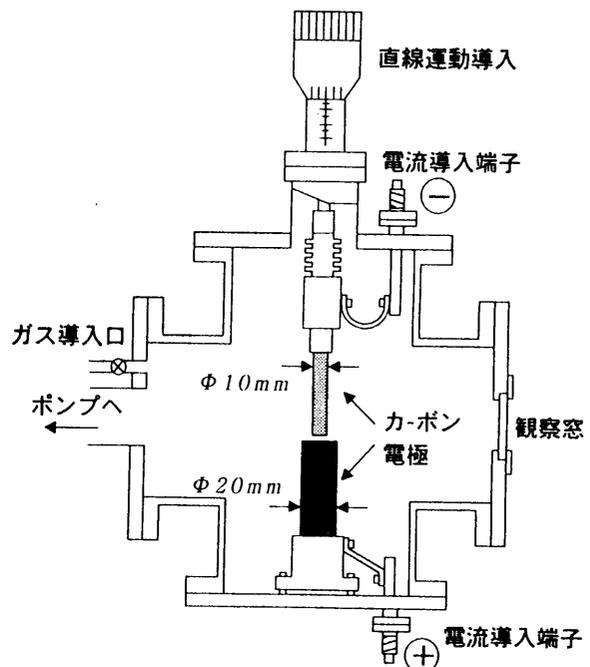


図2 アーク放電によるカーボンナノカプセル合成装置

を用いてヘリウムガス中で放電をおこなうと、陽極が高温になり、炭素とコバルトがヘリウム(あるいはアルゴン)ガス中で気化し、これらが凝縮するときコバルト粒子を内包するカーボンナノカプセルが生成される。試料はカーボン電極および真空チャンバーの内壁に煤状に付着する。放電条件はヘリウム(あるいはアルゴン)ガス圧50~500Torr, 放電電流100~140Aである。

3. 結果

試料の測定は、振動試料型磁力計, X線回折装置および透過型電子顕微鏡を用いた。X線回折および電子顕微鏡観察により、コバルト粒子はほとんどがfcc構造で、粒子の寸法は約600~1600Åである。このコバルト微粒子内包ナノカプセルの粉末X線回折パターンを図3に示す。この試料を室温から800℃まで昇温し、その後室温まで降温する過程で、コバルト粒子は一貫してfcc構造をとり、バルクCoでみられる相変態は観察されなかった。このようなfccコバルトが室温で観察されるのは、カーボンナノカプセル生成過程でfccコバルト微粒子が急冷されることにより、hcpコバルトに相転移することなく、焼入れされたものと考えられる。図4は、試料を昇温し、次に降温したときの飽和磁化および保磁力の代表的な二つの変化を示す。試料(a)の場合、室温における飽和磁化は150 emu/gで、fcc-Coの飽和磁化162 emu/g(単結晶膜)より少し小さい。飽和磁化の温度依存性はバルクCoの場合とほとんど同じであった。

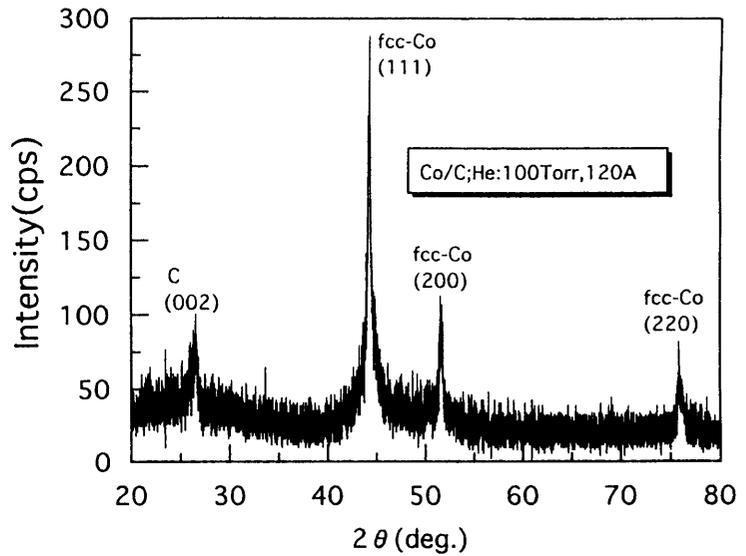
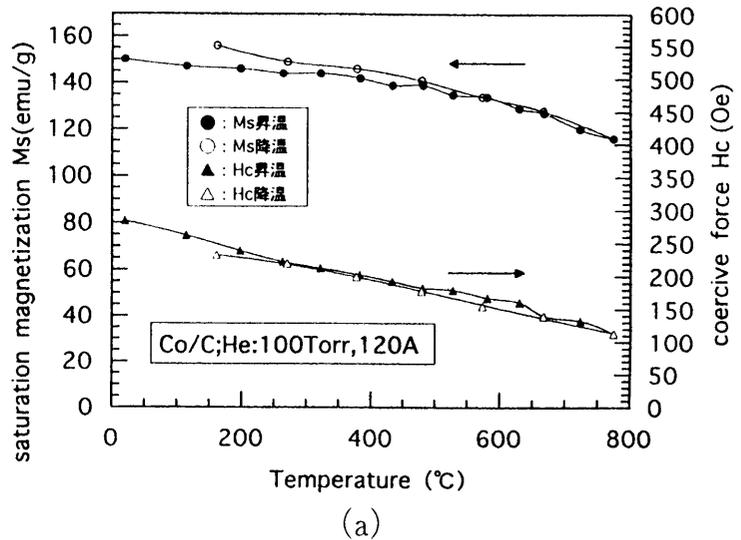
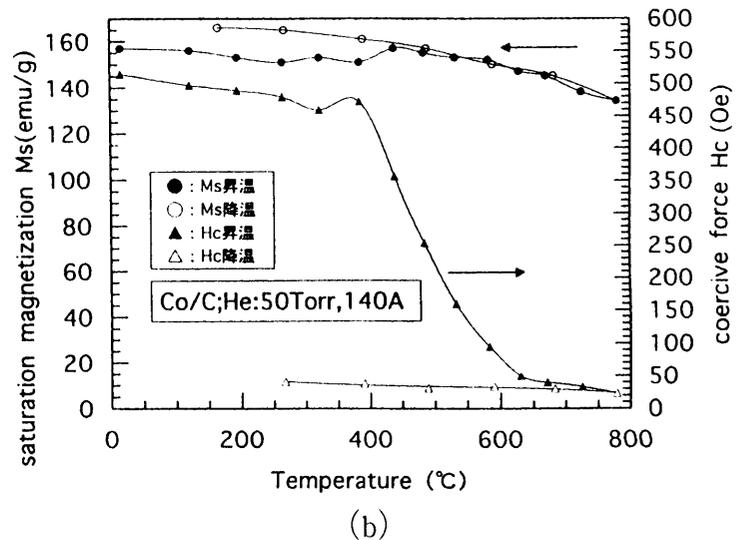


図3 Co内包カーボンナノカプセルのX線回折パターン



(a)



(b)

図4 飽和磁化および保磁力の温度依存性

また保磁力および飽和磁化ともに可逆的に変化した。一方、試料 (b) では昇温の際、400℃付近で飽和磁化はやや増大するのが観察された。この原因は、試料中に数%含まれるコバルト・カーボン (Co₃C) が昇温過程で、コバルト (3Co) とカーボン (C) に分解されたためと考えられる。一方、保磁力は400℃以上で急激に減少し、保磁力は降温過程では、小さいままである。この原因は、炭素カプセルのグラファイト層が薄すぎるため、コバルト粒子が互いに直接付着することによるものである。

4. まとめ

本実験では、カーボンナノカプセルの中にコバルト微粒子を内包させ、その形状および磁気特性を明らかにした。しかしながら、結晶磁気一軸異方性を利用した球状磁性粒子を得るためには、コバルト粒子の結晶構造がhcp構造でなければならない。したがって今後の課題として、コバルトのhcp構造を安定させるような添加物を加えることによって、hcpコバルト微粒子を内包したカーボンナノカプセルを作製することを試み、その磁気特性を明らかにしていくことである。

参考文献

- (1) H. W. Kroto, J. R. Heath, S. C. Brien, R. F. Curl, R. E. Smalley, *Nature*, 318 (1985) 162.
- (2) W. Kratschmer, L. D. Lamb, K. Fostiropoulos, D. R. Huffman, *Nature*, 347 (1990) 354.