α-Fe ナノ粒子の耐酸化処理とその安定性

(東北大・多元研) 〇西田怜・中谷昌史・村松淳司

金属鉄(Fe)ナノ粒子は、熱的安定性、応答の早さ、飽和磁化の高さ(218 emu/g)、生体適合性の 観点からMRI造影剤を始めとした医療分野における利用が期待されている。しかしながら、α-Feナノ 粒子は大気下において容易に酸化され、飽和磁化が著しく減少する。そのため、実際の利用のため には、α-Fe ナノ粒子表面を保護し、耐酸化性能を付与する必要がある。そこで本研究では、シリカコ ート酸化鉄ナノ粒子を前駆体として用い、還元後、連続的に耐酸化処理を施すことで、α-Fe ナノ粒 子表面上に酸化層を形成させることで、大気下においても長期間安定に存在可能な α-Fe ナノ粒子 の調製を行った。

出発物質となる Fe₃O₄ナノ粒子は、オレイン酸・オレイルアミン両保護配位子存在下、Fe(III)アセチルアセトナートを高温で反応させることで調製した。得られた粒子が、還元・酸化処理時の熱により粒

子同士が凝集するのを防ぐため、粒子表面をシリ カコートした。得られた Fe₃O₄@SiO₂ ナノ粒子 (Fe₃O₄ 粒子径:8.2 ± 0.6 nm, シリカ層厚:約 8 nm, Figure 1(a))をH₂雰囲気下 500 ℃ において 還元処理した後(Figure 1(b))、2%-O₂/N₂ 雰囲気 下、300 ~ 400 ℃ で酸化処理を施すことで、表面 酸化 α-Fe ナノ粒子を調製した。

400 °C で酸化処理した粒子の TEM 像から、粒 子表面と内部でコントラストの違いが確認された (Figure 1(c))。 続いて、 得られた 粒子の 結晶 構造 を XRD により測定したところ、還元処理のみを行 った粒子では α-Fe 相に帰属されるパターンが確 認されたが、400 °C で酸化処理を行った粒子で は、α-Fe 相とともに Fe₃O₄相のパターンが確認さ れた。還元処理のみを行った粒子、300 ℃, 400 ℃ で部分酸化処理を施した粒子の飽和磁化 経時変化を Figure 2 に示す。還元処理のみを行 った粒子では、処理から1日経過後大幅に飽和 磁化が減少した。部分酸化処理を行った粒子に おいては、80 日後においても飽和磁化の減少は 確認されなかった。以上より、表面酸化処理を行 うことで、大気下における長期耐酸化能を付与で きることが確認された。



Figure 1. TEM images of Fe₃O₄@SiO₂ nanoparticles (a) as-synthesized, (b) after reduction, (c) after surface oxidation.



Preparation of Oxide-coated α-Fe Nanoparticles and their Oxidation Resistance <u>R. NISHIDA</u>, M. NAKAYA, A. MURAMATSU (Tohoku Univ., IMRAM, ryo-24d@mail.tagen.tohoku.ac.jp)

Abstract : α -Fe nanoparticles with oxide shell have been prepared by reduction of SiO₂ coated Fe₃O₄ nanoparticles and partial oxidation of their surfaces. The XRD patterns and the TEM images showed that the formation of α -Fe/Fe₃O₄ core-shell structure. In the case of the α -Fe nanoparticles without surface oxidization, M_s was significantly reduced in one day after treatment. On the other hand, in the case of the partially oxidized α -Fe nanoparticles, decrement of M_s was not observed even after 80 days. From these results, partial oxidation treatment can affect to protect α -Fe phase from oxidization in the air for long time.