

 <b>茨城県</b> IBARAKI Prefectural Government <b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report) 2016年11月17日
課題番号(Project No.) 2015AM0020 実験課題名(Title of experiment) 中性子回折による W 型フェライト( $\text{SrMe}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$ )の磁気構造解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 小林義徳 所属(Affiliation) 日立金属株式会社	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 教授 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA 実施日(Date of Experiment) 2015年3月14日 21:00~3月16日 3:00

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<p>1. 実験目的(Objectives of experiment)</p> <p>現在一般的に用いられているフェライト磁石は組成式 <math>\text{AeFe}_{12}\text{O}_{19}</math> (Ae: アルカリ土類金属)で表される M 型フェライトであるが、<math>\text{SrMe}_2\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}</math> の組成式で表される W 型フェライトは、<math>\text{Me}=\text{Fe}</math> の場合、M 型フェライトよりも飽和磁化が約 10 % 高く、異方性磁界も比較的高いため (SrM 型フェライトと同等)、次世代の異方性磁石材料として期待されている。Me が結晶構造中のどのサイトに入るのかについては不明な点が多い。今回は Me に Fe および Mn、Zn を選択し組成を系統的に変化させた W 型フェライトを合成した。本申請は中性子回折測定から、W 型フェライト中のどのサイトのどの元素がどれくらい占有するのかを解析することを目的としている。</p>
--

<p>2. 試料及び実験方法</p> <p>Sample(s), chemical compositions and experimental procedure</p> <p>2.1 試料 (sample(s))</p> <p><math>\text{SrMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}</math> (<math>x = 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0</math>)</p> <p><math>\text{SrZn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}</math> (<math>x = 0.5, 1.0, 1.5, 2.0</math>)</p> <p><math>\text{SrMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}</math> (<math>x = 0.5, 1.0, 1.5</math>)</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>室温粉末中性子回折</p>
--

### 3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

$\text{SrMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  ( $x = 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$ ),  $\text{SrZn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  ( $x = 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$ )及び $\text{SrMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  ( $x = 0.5, 1.0, 1.5$ )の粉末試料を iMateria で室温中性子回折測定を行った。散乱角  $155^\circ$  で検出した中性子回折パターンを下図に示す。

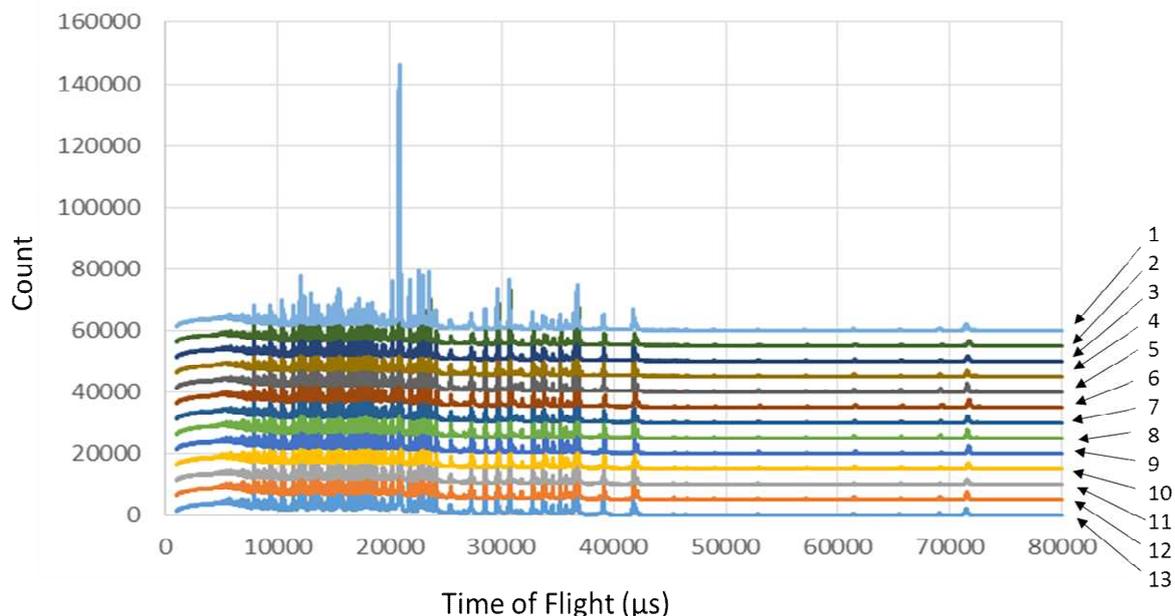


図  $\text{SrMe}_x\text{Me}'_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  の中性子回折プロファイル。  $\text{SrMe}_x\text{Me}'_{2-x}$  の部分で各組成を示すとそれぞれ 1  $\text{SrFe}_2$ , 2  $\text{SrZn}_{0.5}\text{Fe}_{1.5}$ , 3  $\text{SrZn}_1\text{Fe}_1$ , 4  $\text{SrZn}_{1.5}\text{Fe}_{0.5}$ , 5  $\text{SrZn}_2$ , 6  $\text{SrMn}_{0.5}\text{Fe}_{1.5}$ , 7  $\text{SrMn}_1\text{Fe}_1$ , 8  $\text{SrMn}_{1.5}\text{Fe}_{0.5}$ , 9  $\text{SrMn}_2$ , 10  $\text{SrZn}_{0.5}\text{Mn}_{1.5}$ , 11  $\text{SrZn}_1\text{Mn}_1$ , 12  $\text{SrZn}_{1.5}\text{Mn}_{0.5}$ , 13  $\text{SrFe}_2$  の回折プロファイルである。

図を見てわかるとおり、Rietveld 解析が十分に可能な TOF の回折プロファイルが得られている。 $\text{SrZn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  の系については、シンクロトロン放射光 X 線回折パターンの Rietveld 解析が終わっている。現在その結果をベースとして、Z-rietveld を用いて各イオンの占有サイトと磁気モーメントの向き、大きさを解析しているが、Windows 用の z-rietveld 1.0 では残念ながら収束解が得られていない。引き続き、KEK の中性子磁気散乱の専門家の助言のもとに解析を進めていく。

### 4. 結論(Conclusions)

$\text{SrMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  ( $x = 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$ ),  $\text{SrZn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  ( $x = 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$ )及び $\text{SrMn}_x\text{Fe}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$  ( $x = 0.5, 1.0, 1.5$ )の粉末試料を iMateria で室温中性子回折測定を行い、良好な回折プロファイルが得られた。明確な収束解は得られていないものの、Z-rietveld を用いて各イオンのサイト占有量、磁気モーメントの向きおよび大きさの解析を続ける。

以下は、MLFで内部資料として使用します。(日本語で記載)

The following sheet is for internal use only. Please describe in Japanese.

○実験成果の効果(学術的価値、産業応用上の意義、社会的意義、教育的意義等)を記述下さい。

Please describe merits of the experiment (scientific merits, industrial application merits, social merits, educational merits, etc.).

解析が進めば、W型フェライト中の各イオンのサイトプリファレンスの傾向を見出すことができ、より磁化の高い磁石の設計につながる。この情報は新型磁石の開発に向けた産業的に有意な側面のみならず、学術的に非常に重要であり、W型フェライト以外の酸化物中のイオンのサイト占有の傾向を示すことにもつながる。また、解析自体は大阪大学の修士の学生が精力的に行っており、中性子科学、結晶科学、磁性体工学のよい教材として、高い教育効果を生んでいる。

○論文等による成果発表の予定(Publication of results)

a) 発表形式 <sup>(*1)</sup> Publication style <sup>(*1)</sup>	b) 発表先(誌名、講演先) <sup>(*2)</sup> Publication/Meeting information <sup>(*2)</sup> (Name of journal/book or meeting)	c) 投稿/発表時期 <sup>(*3)</sup> Date of paper submission or presentation <sup>(*3)</sup>
原著論文	Journal of Magnetism and Magnetic Materials	1年以内を目処に投稿
口頭発表	粉体粉末冶金協会講演会	解析終了後直ちに

【記入要領】(Instructions)

(\*1) 原著論文、総説、プロシーディングス、単行本、特許、招待講演(国際会議)、その他口頭発表等、具体的な発表方法を示して下さい。

Please describe planned publication and/or presentation style; ex. refereed journal, review article, conference proceedings, book, patent, invited talk, oral presentation etc.

(\*2) 成果を発表する誌名、講演先を示して下さい。

Please describe the name of journal or book you are planning to submit, or name of meeting you will make a presentation.

(\*3) およその発表予定時期を示して下さい。(3月以内、6月以内、1年以内、2年以内、2年以上先、等)

Please describe the estimated date of paper submission or presentation; ex. within 3 months, within 6 months, within 1 year, within 2 years, beyond 2 years, etc.

○成果になる予定が立たない場合の理由と今後の計画を記述してください。

In case you can not publish your results, please describe reasons and future plan.

(例:「論文になる十分な結果が得られなかった」、「複数回の実験が必要で次回の課題終了後に発表予定」、等)

Windows用のZ-rietveldで解析を進めていますが、磁気構造解析を行うと収束解が得られないため解析が滞っている状況です。ご多忙とは存じておりますが、今回のような複雑な系でも解析可能なcodeの開発を早急に進めて頂けたらと思っております。よろしくお願いいたします。