 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report
課題番号 Project No. 2008G0003 実験課題名 Title of experiment iMATERIA による M 型フェライトの粉末中性子回折の研究 実験責任者名 Name of principal investigator 尾田 悦志 所属 Affiliation 日立金属株式会社 NEOMAX カンパニー 磁性材料研究所	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) i MATERIA/BL20 実施日 Date of Experiment 2009 年 10 月 15 日

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
M 型フェライト粉末 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ $\text{Sr}_{0.8}\text{La}_{0.2}\text{Fe}_{11.8}\text{Co}_{0.2}\text{O}_{19}$ $\text{Ca}_{0.5}\text{La}_{0.5}\text{Fe}_{10.1}\text{Co}_{0.3}\text{O}_{19}$

2. 実験方法及び結果 (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 method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
2. 1 実験方法 測定試料は SrCO_3 , CaCO_3 , $\text{La}(\text{OH})_3$, Fe_2O_3 , Co_3O_4 粉末を上記組成になるように秤量し、純水を溶媒とするボールミルで 4 h 混合した。得られた混合原料を乾燥後、1523 K で 20 h、大気中で仮焼成して、測定用の粗粉末試料を得た。また、得られた粗粉末試料を遊星ボールミルで微粉碎し、1273-1373 K で 3 h、大気中で熱処理したものを測定用の微粉末試料として用いた。試料ホルダーはバナジウム製の円筒(内径 5.8 mm)を用いた。 粉末中性子回折には iMATERIA(BL20)を用いた。我々のマシンタイム内では陽子ビーム強度は 20 kW、中性子周波数は 25 Hz、用いた検出器は背面検出バンク、測定温度は室温、測定時間は約 2 h としたが、後日装置グループ側にて約 100 kW の陽子ビーム強度で再測定したデータをご送付いただいた。 2. 2 結果 M型フェライトは六方晶M型マグネトプランバイト構造(空間群 $P6_3/mmc$, 格子定数 $a \cong 0.59$ nm, $c \cong 2.30$ nm)を有し、反射の得られる最大の最大面間隔 d は約 1.15 nmである。今回得られた中性子回折プロファイルの d 範囲はいずれも 0.27 nm以下であり、Rietveld解析およびMEM解析を行うには不十分であった。

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

一方, iMATERIAでは優れたd分解能の中性子回折プロファイルが得られた. Fig.1 に $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ の粗粉末試料および微粉末試料についてiMATERIA, JRR-3のHRPDおよびSPring-8のBL-19B2のDebye-Scherrerカメラで測定した中性子回折およびX線回折プロファイルを(114)の回折ピーク強度で規格化して示す. iMATERIAで得られたプロファイルのd分解能はHRPDと比較して非常に優れており, SPring-8のBL-19B2のDebye-Scherrerカメラと比較しても同等以上のd分解能が得られた.

Fig.2 にiMATERIAおよびHRPDで測定した $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ 粗粉末試料の中性子回折プロファイルを示す. いずれのプロファイルでも(220)の回折ピークが最も強い回折強度となっているが, iMATERIAのプロファイルの方が高d領域での相対的な回折強度が高く, 角度分散型とToF型の中性子回折でのプロファイル形状の差が確認できた. 今後はこれらのプロファイルをZ-Rietveldで解析する予定である.

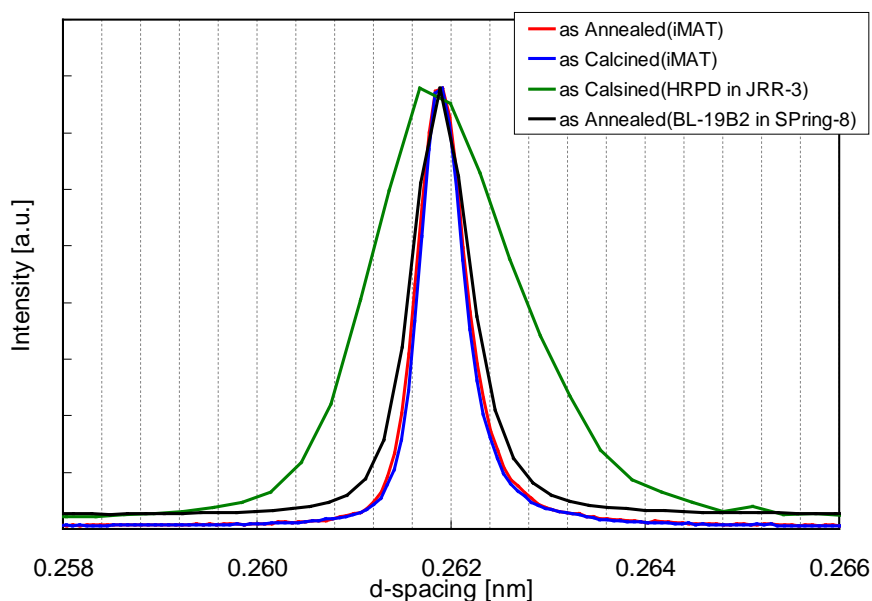


Fig.1 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ の中性子およびX線回折プロファイルの114回折ピーク

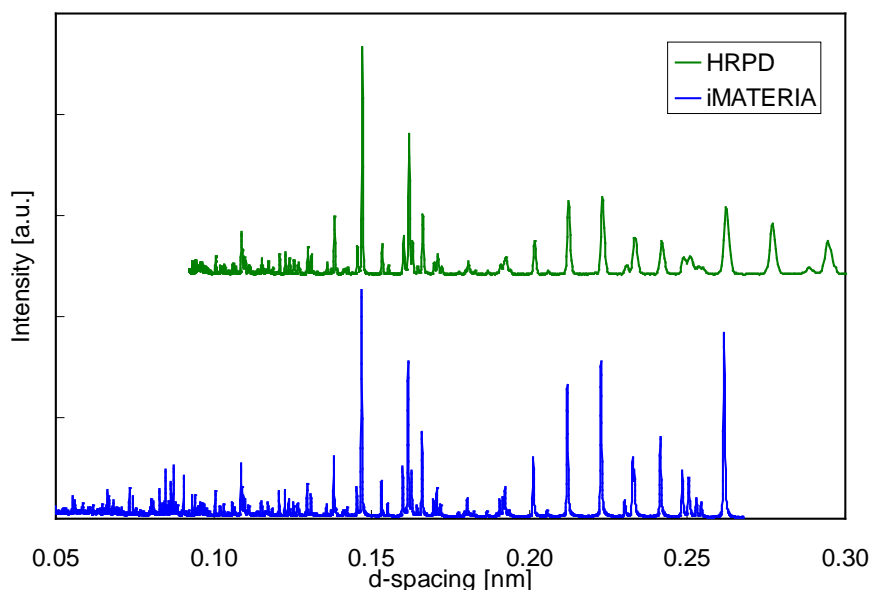


Fig.2 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ の中性子回折プロファイル