

(※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。)

 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 2014.5.23
課題番号 Project No. 2013BM0018 実験課題名 Title of experiment NaZn ₁₃ 型構造材料、La(FeSi) ₁₃ ・yH 合金の構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 藤中 智徳 所属 Affiliation (株)デンソー 機能材料研究部 エネルギー材料研究室	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.20) 茨城県材料構造解析装置 (iMATERIA) 実施日 Date of Experiment 2014.3.01

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.

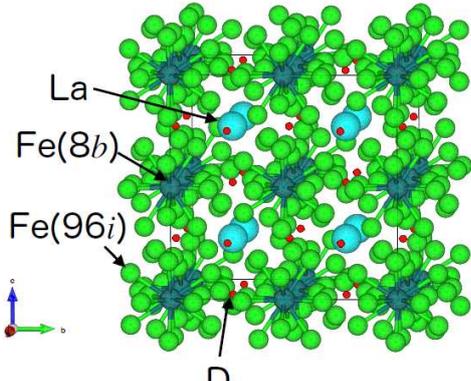
化学式 $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})\text{D}_y$

試料名	組成	試料
水準 1 NaZn ₁₃ La(FeSi) ₁₃	$\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}$	y = 0 (水準 1)
水準 1 NaZn ₁₃ La(FeSi) ₁₃ ・D _{1.0}	$\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\cdot\text{D}_{1.0}$	y = 1 (水準 1)
水準 1 NaZn ₁₃ La(FeSi) ₁₃ ・D _{0.2}	$\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\cdot\text{D}_{0.2}$	y = 0.2 (水準 1)
水準 2 NaZn ₁₃ La(FeSi) ₁₃	$\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}$	y = 0 (水準 2)
水準 2 NaZn ₁₃ La(FeSi) ₁₃ ・D _{1.0}	$\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\cdot\text{D}_{1.0}$	y = 1 (水準 2)
水準 2 NaZn ₁₃ La(FeSi) ₁₃ ・D _{0.2}	$\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\cdot\text{D}_{0.2}$	y = 0.2 (水準 2)

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.

i-Materiaを使って、シングルフレームで室温の解析データを収集し、これまでのX線回折実験から得られた以下の構造モデルをもとに、Rietveld 法により解析した。

・ $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})\text{D}_y$
 - NaZn₁₃ 型、立方晶 $Fm-3c$ 、 $a=1.147\sim 1.157\text{nm}$



Atom	Site	x	y	z
La	8a	1/4	1/4	1/4
Fe(1) Si(1)	8b	0	0	0
Fe(2) Si(2)	96i	0	0.179	0.117
D	24d	0	1/4	1/4

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

Fe の析出が見られたので、 $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})\text{D}_y$ 及び Fe の 2 相で解析し、 $\text{La}(\text{Fe}_x\text{Si}_{1-x})\text{D}_y$ の 8b 及び 96i サイトの Fe 及び Si の席占有率の和が1になるように制約を設定した。

また D(重水素)の温度因子 B を 1.0 に固定して、席占有率を精密化した。その結果いずれのデータも信頼性因子 Rwp が 4~8% で、信頼できる解析結果が得られた。

以下に解析結果を示す。

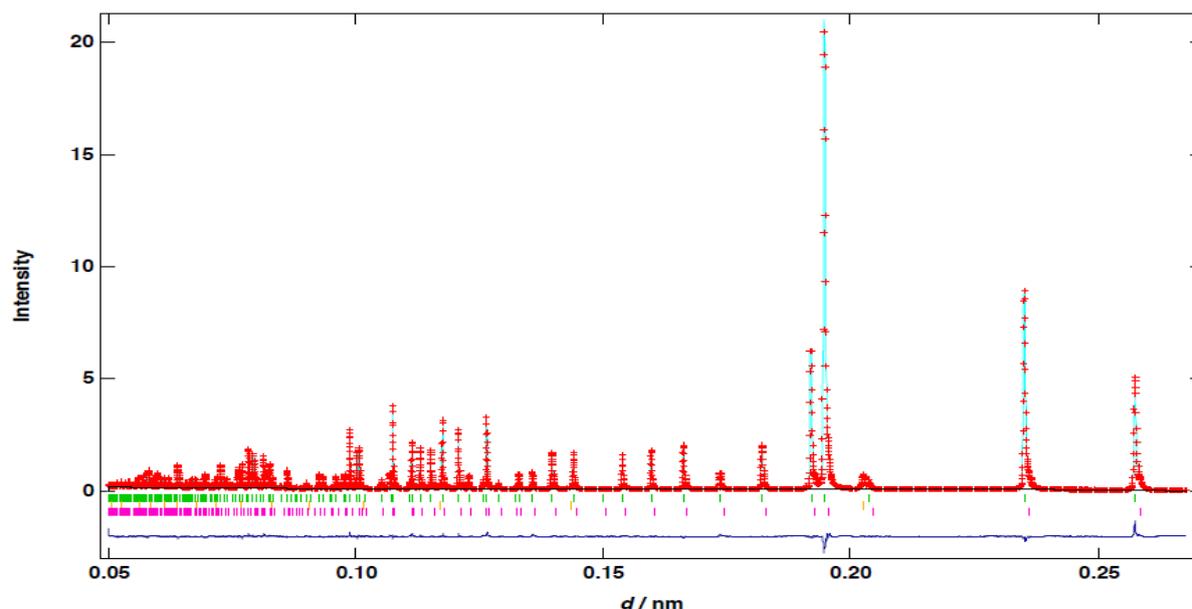


図1. $\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\text{D}_{1.0}$ $y=1$ (水準1)の Rietveld 解析パターン

表1. 試料	格子定数 a (nm)	重量比 $\text{La}(\text{FeSi})_{13}/\text{Fe}$	Fe 含有量 x'	水素量 y'
$y=0$ (水準1)	1.147250	97.8/2.2	0.7554	0
$y=1$ (水準1)	1.152322 1.157184	94.0/3.8/2.1	0.7554	0.744
$y=0.2$ (水準1)	1.148458	97.8/2.2	0.7554	0.224
$y=0$ (水準2)	1.147320	97.3/2.7	0.7674	0
$y=1$ (水準2)	1.152342	97.0/3.0	0.7674	0.753
$y=0.2$ (水準2)	1.147842	97.2/2.8	0.7674	0.107

表1. $\text{La}(\text{Fe}_{0.88}\text{Si}_{0.12})_{13}\cdot\text{D}_y$ の解析結果

解析結果より以下のように結論づけられる。

- ・ $y=1$ (水準1)の格子定数は、重量比は異なる2つが存在するものと推定する。
- ・ $y=0$ の水準1と水準2の比較では、水準2の格子定数が大きく、 $\text{La}(\text{FeSi})_{13}$ 中のFeの含有量が高い可能性がある。
- ・いずれの試料も2~3%のFeが不純物相として析出している。
- ・ $y=0.2$ (水準2)の水素量 y' は、水準1より少ない。