



Zn-Ni 系 W 型六方晶フェライトのイオン占有サイトの解析

中川貴, 久松美佑, 石野晃成
大阪大学

キーワード : W 型フェライト, 磁気特性, Rietveld 解析

1. 背景と研究目的

$\text{SrMe}_2\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$ で表される W 型六方晶フェライトは、次世代のフェライト磁石材料として期待されている。Me=Zn とした SrZn_2 -W 型フェライトはともに飽和磁化は最も大きいとされている一方で、Zn の添加量と共にキュリー温度も低下するため、室温磁化はそれほど高くない¹⁾。そこで、Zn の一部を Ni で置換した Zn-Ni 系 W 型六方晶フェライトを合成し、生成相、磁気特性を評価した。

2. 実験内容

配合組成を目的の化学量論組成 $\text{SrNi}_x\text{Zn}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$ ($x=0.0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$) となるように、 SrCO_3 , NiO , ZnO , $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ を合計約 10 g 秤量し、純水約 200 ml, 直径約 10 mm のジルコニアボール約 500 g と共にテフロン製のポット (容量 1 L) に入れ、ボールミルを用いて 2 h 混合した。取り出した混合試料は濾過して乾燥した後、油圧ポンプ式プレス機を用いて円盤状ペレット (直径 10 mm, 厚さ 2~3 mm) に圧粉成型し、アルミナボートに入れ、電気炉を用いて大気雰囲気下、昇温速度約 200 K/h、焼成温度 1523 K、保持時間 10h の条件で焼成し、炉冷した。得られた試料はアルミナ乳鉢・乳棒で粉碎し、粉末状とした試料を実験室 XRD (室温、Cu-K α)、放射光 XRD (あいちシンクロトロン BL5S2、室温、0.8 Å)、PPMS (5 K、-7 T~7 T)、VSM (室温、-1.5 T~1.5 T) に供し、バルク状の試料は SEM および SEM-EDX に供した。

3. 結果および考察

実験室 XRD の結果、どの試料も W 型単相が得られていると判断された。PPMS での 5 K の磁化測定の結果、 $x=0$ の試料の磁化が最も高く、128.4 emu/g に達していた。しかし、VSM での室温の飽和磁化は $x=0.5$ の場合に最大で 85.0 emu/g と $x=0$ のときに比べ 6.5 % も高い値となった。また、それ以降は x が増加するにつれて 5 K でも室温でも飽和磁化は下がっていくものの、5 K の飽和磁化に対する室温の飽和磁化の比は、 $x=0$ の 62% から $x=2$ の 75% まで単調に増加する。このことは、Ni の添加量が増えるにつれてキュリー温度が上昇していることを示唆している。

バルク体の SEM-EDX 観測からは、Fe, Ni, Zn についてはどの試料もほぼ均等に分布していたが、Sr については存在しない領域があることがわかった。図 1 に放射光 XRD の結果を示す。実験室系 XRD と直接比較するために、Cu-K α の角度に補正している。ほぼ W 型のピークであるが、実験室 XRD では識別できなかったスピネル相のメインピークのみがわずかに観測されている。SEM-EDX で観測された Sr 欠損部位はスピネル相と考えられる。

スピネル相も加味して $x=2$ の試料の放射光 XRD の Rietveld 解析を行ったところ、W 型相が 93% でスピネル相が 7% となった。また、Ni は 8 面体配位サイトに入りやすいことも明らかとなった。

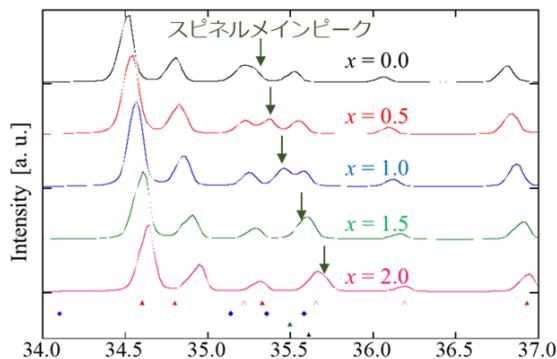


図 1. $\text{SrNi}_x\text{Zn}_{2-x}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$ ($x=0.0\sim 2.0$) の室温放射光 XRD 測定結果。ほぼすべてのピークは W 型にアサインできるが、スピネル相のメインピークもわずかに含まれている。

4. 参考文献

- 1) S. Dey, R. Valenzuela, Adv. Ceram., Vol.16, (1985) 155-158.