

磁化測定と高温中性子回折による Co₂Z 型 Ba フェライトの磁気特性の評価

(阪大院工, *NEOMAX, **京大原子炉, ***日本原研) 高田 幸生, 中川 貴, 福田 泰成, 徳永 仁寿, 山本 孝夫, 橘 武司*, 川野 眞治**, 石井 慶信***, 井川 直樹***

1. INTRODUCTION

Co₂Z 型フェライト Ba₃Co₂Fe₂₄O₄₁ は室温で *c* 面方向に磁化容易方向を持つこと(フェロックスプレナー)、スピネルフェライトより大きな磁気異方性を持つことから、UHF(300 MHz – 3 GHz)領域まで高透磁率を保持し、GHz 帯域へと高周波化している電磁波ノイズの遮蔽材料として有望視されている。しかしこの材料を実用化するにあたり、フェロックスプレナーの特性をどの程度の温度まで維持するかが重要となる。この点について結晶構造・磁気構造の観点から詳細に報告した例はない。そこで本報告は、過去の研究で Co²⁺の一部を Fe²⁺に置換したことにより最も高透磁率を得た Ba₃Co_{1.8}Fe_{24.2}O₄₁ の結晶構造・磁気構造の温度変化を、磁化測定と高温中性子回折により調査しその相関を評価した。

2. EXPERIMENTAL

Ba₃Co_{1.8}Fe_{24.2}O₄₁ 粉末試料は BaCO₃(99.7 %), Co₃O₄(99.9 %), α-Fe₂O₃(99.5 %)粉末を出発原料として固相反応法で作製した。焼成温度は 1573 K・焼成雰囲気は酸素中とした。磁化測定には振動試料磁力計(VSM)を用いた。測定時の印加磁場は約 70 Oe とし、測定温度は 294 K から 773 K まで昇温させながら測定した。高温 X 線回折は RIGAKU RINT2100-Ultima+を用いて行った。測定温度は室温から 773 K で大気中で測定した。回折角は $2\theta = 15 - 100^\circ$, $\Delta 2\theta = 0.02^\circ$ とした。中性子回折実験は日本原子力研究所の研究炉 JRR-3 の高分解能粉末中性子回折装置 HRPD を用いて行った。中性子の波長は 1.832(1) Å, 試料位置での中性子強度は $10^5 / \text{cm}^2 \cdot \text{sec}$.であった。測定温度は室温から 773 K とし真空中で測定した。回折角 $2\theta = 2.5 - 162.45^\circ$, $\Delta 2\theta = 0.05^\circ$, プリセットタイム 500 秒とし、測定は各粉末試料を直径 15 mm のバナジウム製の円筒ホルダーに入れて行い、得られた回折パターンを Rietveld 解析して各温度での磁気構造を評価した。

3. RESULTS AND DISCUSSION

図 1 に、VSM で測定した Ba₃Co_{1.8}Fe_{24.2}O₄₁ の熱磁曲線を示す。これより(A) 540 K, (B) 680 K 付近で磁化の急激な減少が見られた。Co₂Z 型フェライトのキュリー温度は約 683 K であるため、(B)での磁化の急減は強磁性状態から常磁性状態への転移によるものと考えられる。しかし(A)での磁化の急減は結晶構造もしくは磁気構造の変化が原因と示唆された。しかし、高温 X 線回折測定からキュリー温度以下での結晶構造の変化は見られないことがわかり、(A)での磁化の急減は結晶構造の変化に起因していないことが判った。

図 2 に高温中性子回折パターンの Rietveld 解析から得られた、磁化容易方向の *c* 軸からの角度の温度依存性を示す。これより、523 K から 573 K に温度が上昇すると磁化容易方向が *c* 面方向から *c* 軸方向へと変化していることが見られた。よって(A)での磁化の急減は磁化容易方向の *c* 面方向から *c* 軸方向への変化に起因していることが判った。

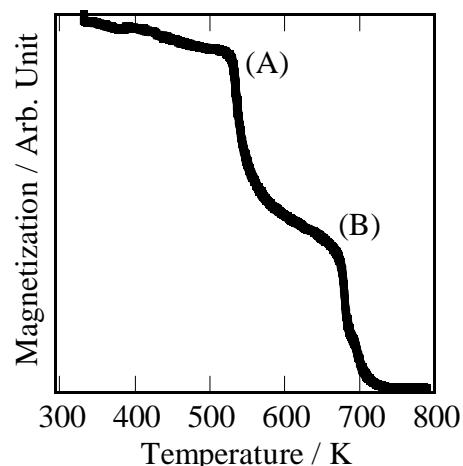


図 1. VSM で 70 Oe の磁場下で測定した Ba₃Co_{1.8}Fe_{24.2}O₄₁ の熱磁曲線

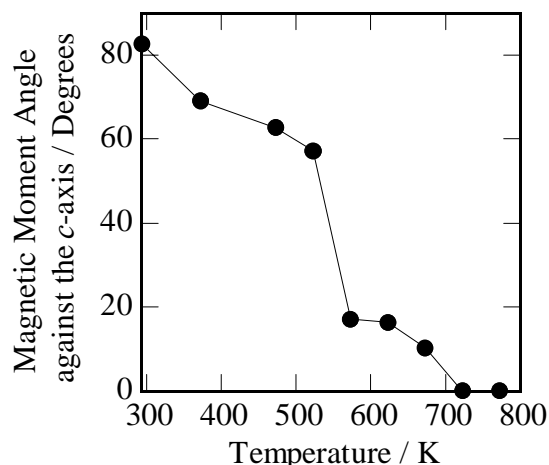


図 2. 高温中性子回折パターンの Rietveld 解析から得られた磁気モーメントの方位の温度依存性