

T2-3-1(MUSASI)回折装置の物質・材料研究利用への最適化

Improvement of T2-3-1 (MUSASI) for application to material research

鈴木 博之¹⁾ 河村 幸彦¹⁾ 吉川 明子¹⁾ 寺田 典樹¹⁾ 北澤 英明¹⁾

Hiroyuki SUZUKI Yukihiko KAWAMURA Akiko KIKKAWA Noriki TERADA Hideaki KITAZAWA

¹⁾ 物 材 機 構

本課題では、物質・材料研究機構で行われている物質開発に、中性子回折を積極的に利用することに主眼をおき、T2-3-1 ポートの高度化や中性子利用の可能性を広めることを主題としている。本年度では、雰囲気制御可能である高温炉の導入を行い、高温実験としてスピン偏極材料である Co 基ホイスラー合金の実験や、昨年度から継続している磁場中配向実験、またいくつかの磁性材料の研究を行った。その中で Co 基ホイスラー合金のサイト秩序に関する研究について報告する。

キーワード： 高度化、雰囲気制御高温炉、スピン偏極材料

1. 目的

本課題では、物質・材料研究機構で行われている物質開発に、中性子回折を積極的に利用することに主眼をおき、T2-3-1 ポートの高度化や中性子利用の可能性を広めることを主題としている。高度化における整備については、原研側と歩調を合わせることで、効率的な整備を行う。

物質・材料研究機構での中性子回折への研究ニーズとして、例えば、磁気秩序温度が室温以上である磁性材料の常磁性状態における情報を得ることや、Bi 系超伝導線材の高温高酸素圧下での反応状態の解明すること等、「雰囲気制御可能な高温状態での研究」が挙げられる。本年度では、この高温炉の導入を行った。また、その高温炉を使った実験の中でスピン偏極材料である Co 基ホイスラー合金の実験について報告する。

最近、スピン偏極材料として盛んに研究が行われている Co 基ホイスラーでは、スピン偏極度とホイスラー合金に見られるサイト秩序との関係が非常に問題視されている。この系では、強磁性状態でのアップスピンとダウンスピンに分かれるフェルミ面において、片方のフェルミ面にギャップが形成されることが高いスピン偏極をもたらす。したがって、サイト置換はフェルミ面形成に大きな影響与えることになる。この問題となるサイト秩序の情報は、回折ピークに原子の散乱因子の差として現れるが、Co₂FeSi 等の合金では、これらの構成元素の原子の原子番号が比較的近いために、X線測定ではサイト秩序の情報を得ることは非常に困難となる。中性子回折では、比較的原子番号が近い原子でも、散乱長が大きく違う元素によっては、回折ピークからサイト秩序の情報が求められる可能性がある。しかしながら、室温では強磁性秩序状態であるために、常磁性状態の高温での情報は欠かせないことになるため、高温雰囲気での実験が必要となる。

2. 方法

・ 雰囲気制御可能な高温炉の導入

加熱は、360度の円形の赤外線ヒーターをビームの高さ位置の上下に設置し、ビーム高さ位置に、高さ5cm、直径10φの円柱部分に集光することにより1200℃まで加熱する。

上記の円柱集光部分にサンプルは設置し、石英管の中に置かれることにより、雰囲気制御が可能となる。また、高真空から10気圧の高圧まで対応するように設計した。

・ Co 基ホイスラー合金の高温実験

サンプルは石英管に封じガスフロー雰囲気と、バナジウム管に入れて高真空雰囲気の両者の環境で実験を行った。

3. 研究成果

・ 雰囲気制御可能な高温炉の導入

2008年度に導入した炉の特長は、以下のとおりである。

- 1200℃まで昇温可能。また、赤外線加熱によって、例えば1000℃まで10分足らずでの急速な昇温も可能である。
- 高真空から、10気圧までの雰囲気制御が可能であることを確認。
- 360度の中性子回折のための窓が開いているため、HRPD等の装置にも適用できる。

また、高温での温度校正として、 LaMnO_3 の構造相転移温度や Fe_2O_3 の磁気秩序転移を実際に観測することにより、サンプルの温度が正確に温調されていることを確認した。

・ Co 基ホイスラー合金の高温実験

Co_2FeAl 等のFeの系では4%ほどCoサイトの置換があり、これに対して、 Co_2MnGa 等のMn系ではCoサイトの置換がほとんど無いことがわかった。また、強磁性状態での磁気反射成分が回折ピークに含まれるときでも、その回折強度と飽和磁気モーメントから、サイト秩序の情報が得られることを導出し、実験によって確認することができた。事前に熱処理を行ったサンプルにおいても、中性子実験で高温にすることによるアニール効果で、同じ温度でのピーク強度が実験前後で変化するサンプルがあった。

4. 結論・考察

2008年度での高度化により、MUSASIポートにおいて、10気圧までの加圧雰囲気制御が可能で1200℃までの高温雰囲気による実験が可能となった。尚、この高温炉はHRPDなどの他のポートでも使用できるように設計している。

スピン偏極材料であるCo基ホイスラー合金の研究では、これまでCoサイトの置換に関しては正確な情報が無かったが、今回の研究では、Coサイトの置換の情報が得られ、特にFeとMnでCoサイト置換に差があることが明らかになった。また、高温実験の前後で熱処理によるサンプルの結晶性の変化について十分配慮する必要がある。

5. 引用(参照)文献等