

スピナー走査法を用いた焼結体の結晶子径評価

名古屋工業大学先進セラミックス研究センター ○舟橋秀斗・日比野寿・井田隆

背景・目的

粉末 X 線回折計を用いたスピナー走査回折強度測定により、粉末試料中のマイクロメートルオーダーの結晶子径を評価できることが報告されている。本研究では同様の方法を用いて NaCl 焼結体試料中の結晶子径評価を試みた。また、SEM-COMPO 画像の解析により見積もられた粒径との比較を行った。

実験方法

NaCl 粉末を一軸加圧成形によりディスク状に成形し、異なる条件で加熱処理を施した 4 種類の焼結体試料を調製した。有効結晶子径は、スピナー走査回折強度データから見積もられた値を、標準 Si 粉末の解析データで較正することで見積もった。また、SEM-COMPO 画像から抽出された粒子像の等面積円相当径から有効粒径を見積もった。SEM-COMPO 画像と抽出された粒子像の例を図 1 に示す。

実験結果

4 試料について SEM 画像解析から見積もられた有効粒径が 7.8, 8.3, 13.1, 22.4 μm である一方、粉末 X 線回折スピナー走査強度解析から見積もられた有効結晶子径は 6.3(3), 6.7(3), 9.4(3), 12.5(5) μm となった。スピナー走査法で得られた値は、高い焼結温度や、長い焼結時間に伴って結晶粒が大きく成長するという事実と矛盾しない結果となった。どの試料においても、スピナー走査法から得られた値は、SEM 画像解析から見積もられた値より小さく見積もられた。SEM 画像解析から得られた SEM-COMPO 画像では比較的粒界が明瞭に現れるが、コントラストの弱い粒界が判別できなかった可能性がある。

参考文献:

[1] T. Ida, T. Goto & H. Hibino, *J. Appl. Cryst.* **42**(4), 597-606 (2009).

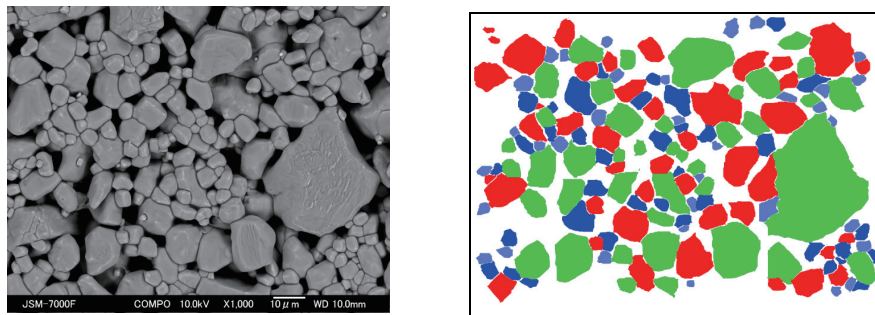


図 1 SEM-COMPO 画像と抽出された粒子像