

# スピナー走査法による焼結体の結晶子径評価

(名古屋工業大学) ○舟橋秀斗・日比野寿・井田隆

## 【緒言】

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[1]。本研究ではこの方法を用いてNaClとCaF<sub>2</sub>の焼結体について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。

## 【方法】

NaCl (Wako 純度 99.5%) と CaF<sub>2</sub> (高純度化学 純度 99.9%) の粉末をディスク状に成形し、NaCl については以下の4条件: 585 °C 2 h (#1), 585 °C 4 h (#2), 640 °C 2 h (#3), 640 °C 10 h (#4) のもとで熱処理を施し、CaF<sub>2</sub> については 1070°C で3通りの熱処理時間: 5 h (#1), 10 h (#2), 20 h (#3) を施した。

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 画像と抽出した粒子像の一例を Fig.1 に示す。等面積円相当径から等体積加重平均体積球相当径を算出した値と、対数正規分布モデルを適用した最尤推定法を用いて最尤推定有効粒径と誤差の推定値を計算した。

自作の試料回転機構を設置した実験室型粉末回折計 (Rigaku RAD2C) を用いて、試料の面内角をステップ回転させながら回折強度の変化を記録した。観測強度の統計分散と Si 標準試料 (NIST SRM640c) の面内回転角走査測定結果から求めた装置パラメータを用いて、観測された各回折ピークについて有効回折粒子数を見積もり、さらに線吸収係数から有効結晶子径を見積もった。

## 【結果】

4つのNaCl試料(#1, #2, #3, #4)について、SEM画像から見積もられた等体積加重平均体積球相当径はそれぞれ7.8, 8.3, 13.1, 22.4 μmであったのに対して、最尤推定有効粒径はそれぞれ6.5 (1), 7.6 (1), 7.5 (1), 15.2 (3) μmであった。粉末X線回折スピナー走査強度解析から10本の回折ピークについて見積もられた有効結晶子径の加重平均値は、6.3 (3), 6.7 (3), 9.4 (3), 12.5 (5) μmとなった。また、リートベルト解析の結果から100方向に選択配向を持つ傾向が認められる一方で、スピナー走査強度解析により各回折ピークについて見積もられた有効回折粒子数の値にも選択配向の影響が現れていることを示唆する結果が得られた。

3つのCaF<sub>2</sub>試料(#1, #2, #3)について、SEM画像解析から見積もられた等体積加重平均体積球相当径はそれぞれ18.8, 16.9, 28.0 μmであり、最尤推定有効粒径はそれぞれ18.6 (2), 18.4 (2), 28.7 (3) μmであった。粉末X線回折スピナー走査強度解析から10本の回折ピークについて見積もられた有効結晶子径の加重平均値は、20.0 (4), 21.8 (5), 29.2 (7) μmとなり、長い焼結時間に従って結晶粒が大きく成長する傾向と矛盾しない結果となった。

## 【参考文献】

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

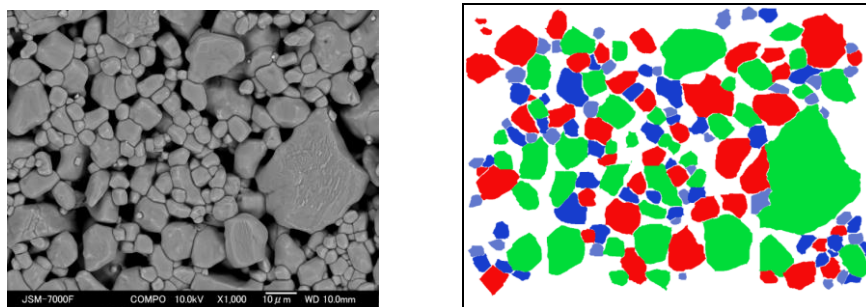


Fig.1 SEM-COMPO image and extracted particle image