

【技術資料】高温 XRD によるセラミックスの熱膨張評価

概要

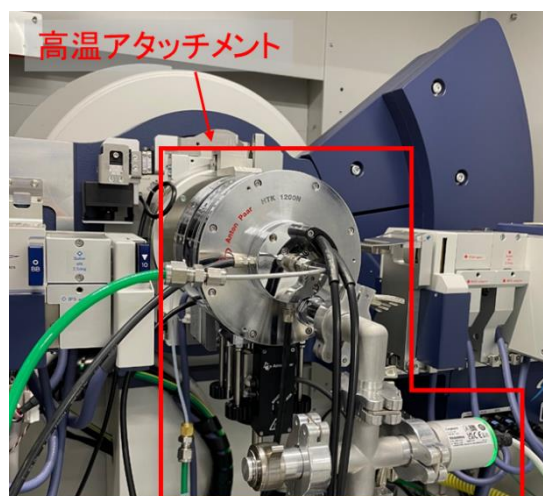
X 線回折 (XRD) は、試料の結晶状態を調べることができる手法です。X 線回折装置に試料を加熱する高温アタッチメント (~1200°C) を取り付け、試料を加熱しながら測定する高温 XRD では、結晶構造の相転移、物質の融解、熱膨張などを詳細に測定できます【図 1】。測定時の雰囲気として、真空、乾燥空気、大気、N₂ や He 等の不活性ガスに対応しております。

分析方法・分析装置

格子定数の温度変化から熱膨張係数を算出するため、アルミナの高温 XRD 測定を実施しました。

<測定条件>

- ・ XRD 装置 : Rigaku SmartLab
- ・ 高温アタッチメント : Anton Paar HTK 1200N
- ・ X 線出力 : 45kV, 200mA (Cu ターゲット)
- ・ 測定法 : 集中法
- ・ 2θ 範囲 : 20-80deg.
- ・ スキャン速度 : 7deg./min
- ・ スキャンモード : 1D
- ・ 測定温度 : 30°C ~ 1000°C

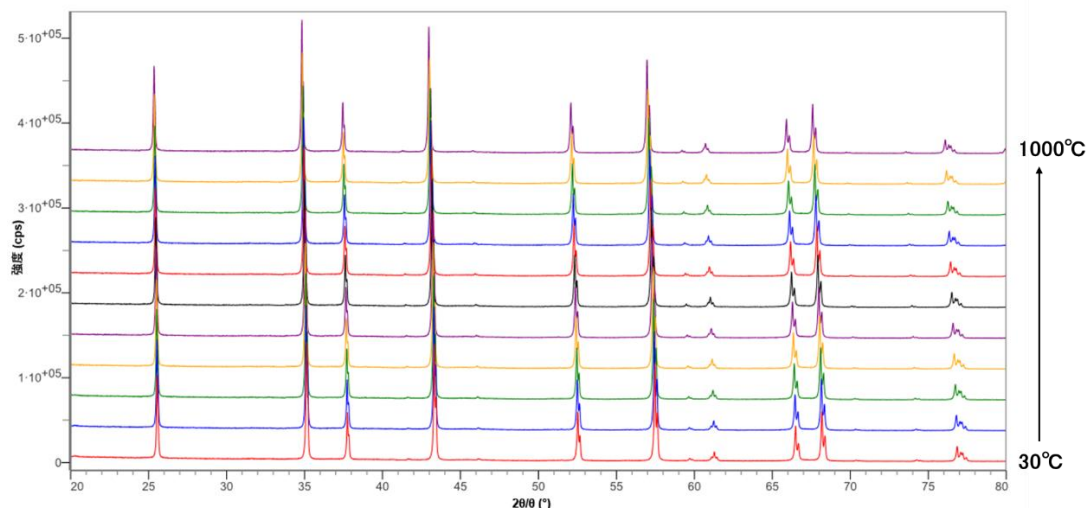


【図 1】 高温アタッチメント付属の XRD 装置

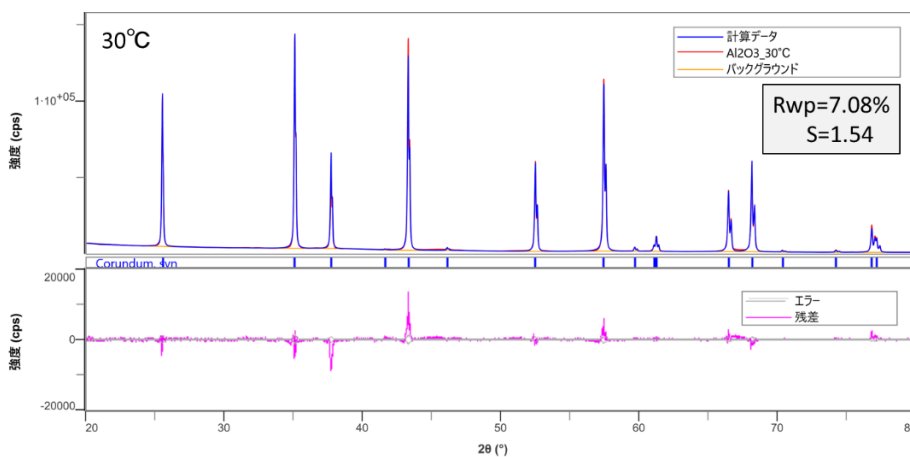
結果

各測定温度で得られた回折パターンを【図 2】に示します。これらの回折パターンをリートベルト解析することで、アルミナの格子定数を算出し【図 3】、測定温度との関係を【図 4】にまとめました。各軸の近似式の傾きから熱膨張係数を求めた結果、a 軸は 8.0×10^{-6} [1/K]、c 軸は 8.9×10^{-6} [1/K] と見積もられました。

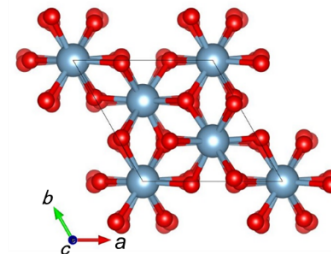
このように、高温 XRD から熱膨張係数の軸異方性の評価が可能です。



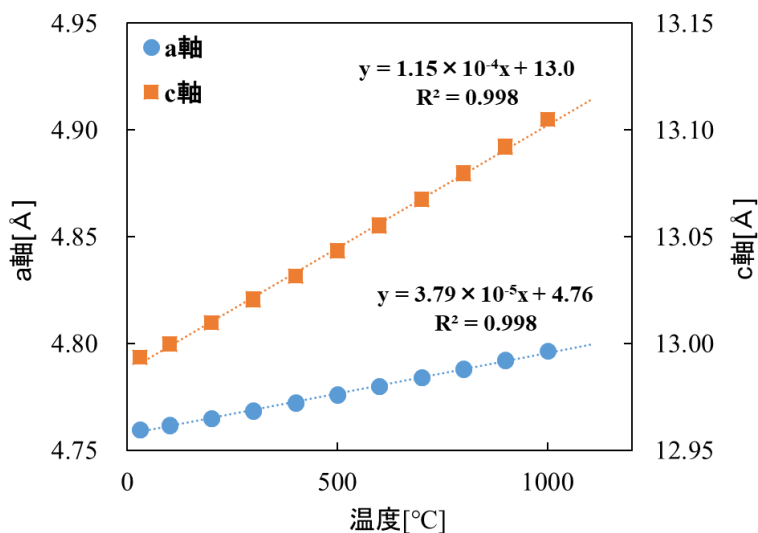
【図 2】 各測定温度で得られた回折パターン



アルミナの結晶構造(30°C)*
Trigonal $R\bar{3}c$
 $a = 4.760$ (Å)
 $c = 12.994$ (Å)



【図 3】 リートベルト解析結果(アルミナ 30°C)



	熱膨張係数 [1/K]
a軸	8.0×10^{-6}
c軸	8.9×10^{-6}

【図 4】 格子定数変化と熱膨張係数の算出

* K. Momma and F. Izumi, *J. Appl. Crystallogr.*, **44**, 1272–1276 (2011).

適用分野：セラミックス、ゼオライト、電池・半導体材料、その他無機製品等

キーワード：高温 XRD、in situ 測定、リートベルト解析、格子定数、熱膨張係数、相転移、融解