 <b>茨城県</b> IBARAKI Prefectural Government <h2 style="text-align: center;">MLF Experimental Report</h2>	提出日(Date of Report) 平成30年9月14日
課題番号(Project No.) 2017BM0021 実験課題名(Title of experiment) アルミナ焼結丸棒の酸素空孔に関する構造解析 実験責任者名(Name of principal investigator) 石井 慶信 所属(Affiliation) 一般財団法人 放射線利用振興協会	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA BL20 実施日(Date of Experiment) 平成30年3月13日 (7時~8時の1時間)

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<p>1. 実験目的(Objectives of experiment)</p>
<p>アルミナ <math>Al_2O_3</math> は高い強度、耐食性、耐摩擦性、耐熱性や高い電気絶縁性などの特性を持っているため、ファインセラミックスの代表として最も多く利用されている。これらの特性はサファイアやルビーと同じ結晶構造(三方晶系)を持つ物質の焼結体であることに起因するが、この構造には微量な酸素空孔構造が存在していて、例えば高温下酸素ポテンシャル勾配下における酸素透過現象において重要な働きをされると考えられている。したがって、超高温酸素・水蒸気環境下におかれる超耐熱非酸化物系材料の保護材料としてアルミナを採用する場合、酸素透過特性と強く関連する酸素空孔構造の解析評価を正しく実施することは、極めて重要である。</p> <p>このような状況を踏まえて、アルミナ材料中の酸素空孔構造つまり酸素欠陥構造の結晶学的な解析技術を高めることを目的としていくつかのアルミナ試料に関してBL20での中性子回折実験を計画した。</p>

<p>2. 試料及び実験方法</p> <p>Sample(s), chemical compositions and experimental procedure</p>
<p>2.1 試料 (sample(s))</p> <p>アルミナ焼結丸棒(φ5 mm × H 20 mm) ……3本</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>異なる焼結条件で作成したアルミナ焼結体3試料をそれぞれバナジウム試料ホルダに格納し、室温で中性子回折実験を実施した。実験時間は、ビーム出力 400kW、DF モードで各試料約20分の計 60分であった。得られた背面バンクのデータを用いて、Rietveld 解析プログラム Z-Rietveld で解析を実施した。</p>

### 3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

測定・解析の一例として、試料1の Rietveld 解析パターンを図1に示す。表1. に Rietveld 解析により得られ

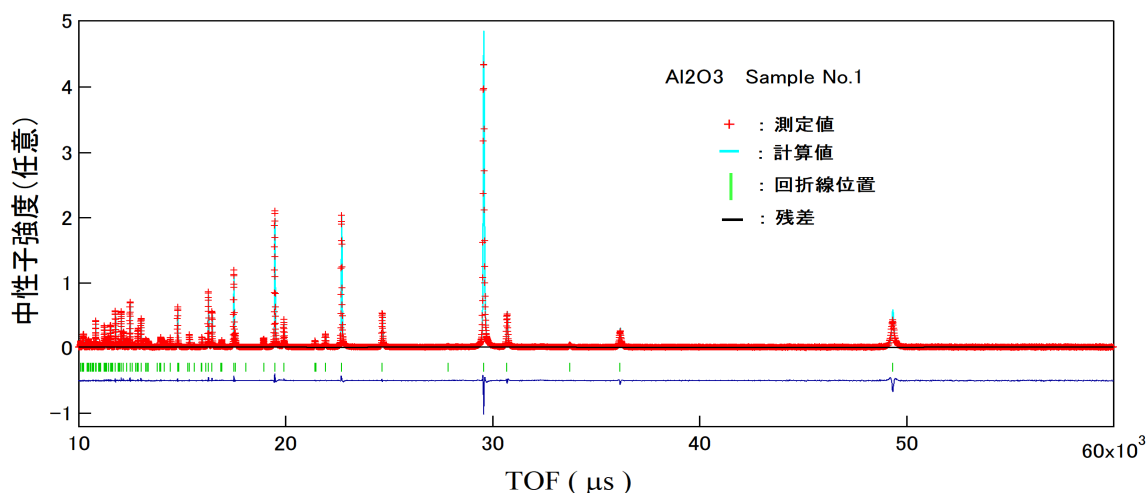


図1. 測定試料の回折パターンおよび Rietveld 解析結果

図中の+、—、|、—印はそれぞれ測定値、解析値、回折線位置、残差を示す。解析の結果、格子定数  $a=4.759677(4)$  Å、 $c=12.99379(2)$  Åと酸素の O(2)格子点における占有率  $g=0.9868(15)$ を得た。なお、フィッティング指標 RWP の値は 9.18%であった。

た構造パラメータの一部を示

す。この表から判るように、

O(2)サイトの占有率(欠損率)

が 0.1%の位まで正確に決める

ことができた。焼結条件によ

り、酸素の占有率にわずかな

がら違いは見られるものの、格子定数  $a$ 、 $c$  が共に試料1、試料2、試料3の順で増加しているのに対して、占有率が一様な変化とはなっておらず、試料の酸素量が一樣となっていなかった可能性も考えられる。また、試料ごとのばらつきも考えられるため、より多くの試料について測定を実施し系統的な変化が観察できるかを見極める必要が有ると考える。

表1. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 焼結体の Rietveld 解析結果

Table 1: Selected Rietveld refinement results for Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> samples.

Sample	$a$	$c$	$g$ of O(2)	$R_{wp}$
1	4.759677(4)Å	12.99378(2)Å	0.9868(15)	9.18
2	4.759961(4)Å	12.99493(2)Å	0.9912(14)	8.65
3	4.760047(3)Å	12.995059(14)Å	0.9870(11)	8.40

### 4. 結論(Conclusions)

焼結条件の異なるアルミナ焼結体について構造解析を実施、酸素欠損量の評価を行った。焼結条件により酸素欠損量に違いは見られるものの系統的変化と言える状況ではなく、焼結条件等の見直しが必要であると考えられる。また、より多くの試料について測定を実施し、傾向を見いだす必要が有ると考える。