

## T2-3(MUSASI)回折装置の物質・材料研究利用への最適化

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

鈴木 博之<sup>1)</sup> 寺田 典樹<sup>1)</sup> 北澤 英明<sup>1)</sup>

Hiroyuki SUZUKI Noriki TERADA Hideaki KITAZAWA

<sup>1)</sup> 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 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。後期報告としては、アルミナ微粒子の磁場中配向過程の in-situ 観測の研究結果について報告する。尚、この成果については原研と物材機構の共同のプレス発表を行い、日経産業新聞に掲載された。

キーワード: 高度化、アルミナ微粒子、磁場中配向、in-situ 観測

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 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。後期では主に、中性子利用の可能性を広める研究として、アルミナ微粒子の磁場中配向に関する研究を行った。

セラミックスの組織制御は、その特性を向上させる手段として用いられており、中でも微粒子の配向制御は力学特性や光学特性などの機能性を向上させる手段として重要とされている。近年では、微粒子を固める際に磁場によって結晶の向きを揃える技術が注目されているが、磁場をかけることによって微粒子が回転し配向する様子を観測した例はなく、その回転機構は完全には理解されていない。本研究では、その機構解明を目的にアルミナ微粒子の磁場中配向過程の in-situ 観測、及び、磁場中配向させたアルミナ微粒子の配向度の磁場及び焼結処理温度依存性に関する研究を行った。

2. 方法

## ・ 磁場中配向の in-situ 観測

$\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は、六方晶の結晶構造を反映して反磁性に異方性  $\Delta\chi = \chi_{c\text{-axis}} - \chi_{c\text{-plane}}$  があり、c 軸が容易軸となる。磁場中配向の in-situ 実験では、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 微粒子を重水中に混濁させて、無冷媒 10 T マグネットを使用。測定した反射は、(012)、(006)、(113)、(204)、(116)。磁場印加に伴いアルミナ微粒子が配向することにより、c 軸からの各結晶面の角度に応じて反射強度が変化する。この実験では縦磁場マグネットを使用したため、例えば (006) 反射強度は減少する。

## ・ 配向度の磁場及び焼結温度依存性

実験に使用した磁場中配向させたサンプルの条件は、磁場中配向させただけの成形体（焼結温度 0°C）、焼結温度 800°C、1200°C、1300°C、1400°C、1500°C、1600°C の各温度の焼結体と、それぞれの焼結温度に対して、磁場中配向させた磁場として、0T、2T、4T、6T、8T、10T、12T で、合計 49 のサンプルについて測定を行った。測定は、(006) 反射の  $\omega$ -scan プロファイルを取り、このプロファイルから配向面と印加磁場方向（配向面と印加磁場方向は垂直）を見積もり、(012)、(006)、(113)、(204)、(116) の反射強度を測定した。

3. 研究成果

## ・ 磁場中配向の in-situ 観測

測定した各反射強度に c 軸からの角度に応じた磁場依存性が観測された。(006) 反射強度の磁場依存性を磁気エネルギーと熱揺らぎの効果を考慮した解析を行った。これにより導出された磁化率は、報告されている磁化率と同程度であり、更に、完全な配向に必要な磁場が約 20 T であることが見積もられた。

## ・ 配向度の磁場及び焼結温度依存性

焼結温度と配向磁場が大きいほどプロファイルの強度が大きく半値半幅が細くなる。磁場を一定

にした場合では、焼結温度を上げていくと半値半幅が焼結温度 1200℃から急激に細くなる。配向度をリートベルト解析で用いられる選択配向因子を用いて評価すると、この焼結温度 1200℃付近から、配向しているアルミナ微粒子の粒成長が選択的に強くなっている結果が得られた。

#### 4. 結論・考察

本研究は、中性子線回折を用いて実現したセラミックス微粒子配向の直接観測の最初の例で、この成果は、非常に小さい磁気異方性を有する反磁性セラミックスが完全に配向する臨界磁場を明らかにしたばかりでなく、中性子線回折が微粒子の配向過程の解明に有効であることを示した。今回、配向の臨界磁場（20 テスラ以上）が明らかになったが、今後、微粒子を変えたり、溶媒の条件を変化させ、それらの条件の中での配向度を in-situ で観測することにより、配向過程の一般的な機構解明と検証が可能であることを示した。また、磁場中配向させたセラミックスの配向度評価において、これまでのX線による表面の配向度評価に加えて、中性子回折によるバルクとしての配向度評価の可能性を示すことができた。これらは、セラミックス特性向上への技術開発への大きな貢献が期待できる。

#### 5. 引用(参照)文献等