

<記事>組成評価研究分野 (1992.1-1992.12)(研究活動報告)

著者	早稲田 嘉夫, 岡田 廣吉, 松原 英一郎, 杉山 和正, 柴田 浩幸, 渡辺 啓二, 遠藤 準, 砂盛 泰理, 原田 康則, 表 和彦, 篠田 弘造, 村上 正樹
雑誌名	東北大学素材工学研究所彙報 = Bulletin of the Institute for Advanced Materials Processing, Tohoku University
巻	48
号	1/2
ページ	184-185
発行年	1993-03-30
URL	http://hdl.handle.net/10097/33853

研究活動報告

組成評価研究分野 (1992.1~1992.12)

教授：早稲田嘉夫；助教授：岡田廣吉；講師：松原英一郎
助手：杉山和正
大学院生：柴田浩幸，渡辺啓二，遠藤 準，砂盛泰理，原田康則
受託研究生：表 和彦，G.Petkov
研究留学生：A.H.Shinohara，J.W.Essel，C.Reynales
学部学生：篠田弘造，村上正樹

本研究分野は、これまで応用鉱物研究部門として、『天然鉱物あるいはスラグ，耐火物，機能性酸化物等の合成鉱物など，各種無機物質の固体あるいは液体状態における構造と性質に関する研究』を中心に活動を続けてきた。本年4月10日付けの研究所の改組・転換に伴い，素材評価(大)部門の一員として，高品質素材の評価，特に組成評価に関する新しい手法の開発などの一翼を担うこととなった。したがって，研究プロジェクトも再考され，新たな企画に基づく新規の研究に着手してはいるが，移行期でもあり応用鉱物研究部門時代の研究プロジェクトも継続して実施された。1992年の活動を概括すると以下のとおりである。

1. X線異常散乱による各種無機物質の構造評価

入射X線のエネルギーが，試料中に含まれる特定元素の吸収端に近い場合，散乱強度は異常散乱の影響を受ける。この異常散乱現象を利用すれば，例えば鉄とコバルトのように原子番号が隣り合うような場合でも元素の識別が可能で，かつそれぞれの元素を中心とする環境構造を距離の関数として決定出来ることが理論的に指摘されてはいたが，具体的な素材評価手段として確立されていない現状であった。本研究グループでは「新しい構造解析手段」として，X線異常散乱法の開発に取り組み，この特異な物理現象を素材評価に利用する際に必要な，原理的・実験的諸問題を解決し，ついでフェライト薄膜の構造解明，カルシウムフェライト中に含まれる硫化銅の定量など，具体的な解析例を示すことによって，ほぼ「新しい構造解析手段」として確立させた。

X線異常散乱法は，とくに多成分系の試料に対して有効であり，かつ基板あるいは容器の補正に伴う誤差を回避できる特徴を有するので，この点も活用して種々の無機素材の評価を実施，例えば $\text{GeO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 系ガラスはリン酸成分の増加と共に Ge の環境構造が酸素の四面体から八面体の配位構造に変化すること等を明らかにした。

2. 局所構造評価法としての EXAFS 法の検討および開発

一般に，物質によるX線の吸収には電子の放出が伴うが，この電子の散乱は周囲の原子配列に依存する。この物質内部に線源を持つ電子線回折ともいえる物理現象は EXAFS と呼ばれ，1970年代になって超強力X線源である放射光の利用とともに，局所構造評価手段として急速に発展してきた。しかし，実験室規模の装置において，15kV以上のエネルギーに吸収端を持つ比較的重い元素 [例：Sr 16.1keV] の EXAFS シグナルを測定する場合，分光結晶には 2 d 値の小さい高次の反射面 [例：Ge (440) 面] の使用が不可欠であるが，同時に出る低次光 [例：Ge (220) 面] の除去が支障となっている。本研究グループでは，この実験室 EXAFS 法の問題点を，「入射X線強度モニターを吸収原子に合わせて選択した物質の蛍光X線を利用する」新しい原理を採用することによって解決する手法の開発を試みた。既設装置を改作して，2, 3の標準物質について測定を実施し，この新しい原理の有効性を確認した。なお，この新しい原理は，分光結晶からの高次反射のX線強度を殆ど損うことなく使用出来る点が特徴である。この結果は，新技術事業団における高温融液の局所構造評価を目的とする新しい装置試作に利用された。

3. レーザーフラッシュ法による各種無機物質の熱物性評価

無機物質の高温における熱拡散率等の物性値は、熱エネルギーの係わる種々の解析に必要であるが、熱力学量に比べデータが極端に不足している現状である。本研究グループでは、測定時間が1から2秒程度という迅速測定が可能な、レーザーフラッシュ法の特徴に着目し、とくに高温測定に不可欠な、例えば熱放射の除去対策、高温試料セルの設計・制作等を実施してきた。1992年は、高温融体を対象に開発した3層試料法を用いて、連続鋳造パウダーの熱拡散率の系統的測定を実施し、組成あるいは温度依存性に関する定量的データを得た。また、有限要素法を用いて、側壁への熱リーク量の見積もりを試み、本研究で採用している実験条件の範囲では、数%以下であることを確認した。また、新技術事業団との共同研究による二オプ酸リチウム融体の熱拡散率の評価研究を実施した。

一方、100 μm 程度、またはそれ以下の厚さの薄帯状物質の熱拡散率測定の需要が急増しているにも拘わらず、測定法は十分確立していない現状である。本研究グループではこれまでに蓄積したレーザー・フラッシュ法の研究成果を活用し、非接触を基本とする新しい測定原理を考案、試作機により薄膜の面方向ならびに厚さ方向の熱拡散率を迅速・高精度で測定するための評価手法の開発を実施してきた。1992年は、この新しい評価手法を応用して、傾斜機能を持たせた金属セラミックス溶射被膜あるいは化学気相成長法により作成したグラファイト薄帯の面方向ならびに厚さ方向の熱拡散率測定に挑戦し、これらの素材の熱異方性を定量的に解明した。

4. 各種無機物質の表面あるいは界面の構造評価法の開発

酸化・還元などの冶金化学反応はすべての物質の表面を通して進行する。また、粉碎などに伴い物質が微細化すると表面原子が増加し、バルクとは異なる特性が出現することが知られている。しかし、物質表面などの薄い相の構造解析法は十分確立しておらず、この分野の研究の支障となっている。そこで、本研究グループでは、X線を試料に対して1度以下という非常に浅い角度で入射させ深さ方向への侵入を制御し、かつ薄い層の回折体積を増加させるX線表面回折法により、試料表面から数百オングストローム以内の構造を系統的に調べる新しい方法の開発を計画、特定研究として受けた研究助成を基礎にX線表面回折専用装置を試作し、局所構造解析室の強力X線ビームラインに設置した。1992年は、昨年に引続き科学研究費の助成により、計測機器の補充ならびに試料高温装置などの設備を追加し、目的を達成するための性能向上を試みた。現在までのところ、「新しい評価手法」として、まだ十分確立するに至っていないが、来年度以降も本装置を利用して物質の界面・表面の新しい構造評価法の開発を進める予定である。

5. 製鉄史に関する研究およびその他共同研究など

応用鉱物研究部門時代から継続している、釜石、北上、遠刈田など東北地方で実施された高炉操業、鋼の製造など「製鉄史」について、冶金学・鉱物学的見地からの研究を実施した。また、研究所の改組・転換に伴う柔軟な研究体制の推進と発足を受け、他の研究グループとの共同研究にも積極的に取り組み、例えば、タルクあるいはディッカイトなどの粉碎過程に伴うメカノケミカル効果の微視的構造解明、コロイド溶液の微視的構造解明、金属系機能性素材の構造と性質の関連性解明、金属イオンの周囲の価電子分布の評価、酸化鉄焼成ペレットの熱物性評価などを実施した。さらに、本研究所全体の研究支援として、X線関連機器の整備・改善およびファンダメンタルパラメーター法による蛍光X線分析の検討を担当した。