

研究活動報告

組成評価研究分野 (1993. 1~1993.12)

教授：早稲田嘉夫；助教授：井上博文；講師：松原英一郎
助手：杉山和正，齋藤正敏
受託研究員：小川 浩，田辺克行
研究留学生：A. H. Shinohara, C. Reynales, T. Darjaa,
L. S. Pangum
大学院生：柴田浩幸，小坂知己，渡辺啓二，遠藤準，砂盛泰理，
原田康則，篠田弘造

本研究分野グループ員の主な移動は、以下の通りである。松原英一郎講師が京都大学工学部へ助教授として転出（4月1日付）、井上博文助教授が固相制御研究分野から移籍（4月1日付）、齋藤正敏助手が複合系制御研究分野から移籍（10月1日付）。また、柴田浩幸は博士課程を、渡辺啓二は修士課程を、C. Reynalesは選鉱製錬集団研修コースを修了した。一方、本研究分野は素材評価（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新規の課題に着手した。ただし、まだ移行期であり、従来の応用鉱物研究部門時代の研究プロジェクトも一部継続して実施した。1993年の活動を概括すると以下の通りである。

1. 表面回折法による各種無機素材の表面構造の評価法の開発

本研究所内で創製が試みられている形態制御微粒子は、特異な触媒あるいは光に対する機能が期待できる。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。また、酸化・還元などの化学反応はすべての物質の表面を通して進行する。しかし、素材表面の薄い層の構造解析法は十分確立していない。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ることによって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評価を系統的に実施できる新しい素材評価法の開発を企画、独自の設計に基づく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。1993年は、昨年引続き、入射側モノクロメータの整備・改良、計測機器の補充ならびに制御ソフトの改良などを行い、同時にシリコン基板上に作製したダイヤモンド薄膜を例として臨界角度付近で入射角度を変化させた基礎実験を実施、その結果、本装置の基本性能を確認した。これらの成果を踏まえ、さらに「新しい素材評価手法」としての確立を推進する予定である。

2. ファンダメンタルパラメーター法（蛍光X線分析）による組成分析

蛍光X線分析法は、C、Nなどの軽元素からPb、Biなどの重元素までの広範囲をカバー出来る定量分析法の一つである。通常の蛍光X線分析では、対象と類似の化学組成を有する標準試料を用いて検量線を作成した後、定量を行う。しかし、対象が複雑な組成を有する場合は、検量線の作成や共存元素の補正係数の決定が必ずしも容易ではない。この点が蛍光X線分析法の迅速性と相反し、この有効な組成分析手段の汎用化の障害になっていた。そこで、各種素材の評価を迅速に実施可能にするため、X線管球からの一次X線のスペクトル分布、質量吸収係数および蛍光収率などの基礎物理定数を用いて各元素の蛍光X線強度を理論的に算出し、逐次近似法によって対象試料の組成を決定するファンダメンタルパラメーター法について、Feasibility Studyを実施

した。

British Chemical Standard の鉄合金標準試料 4 種類, 工業技術院地質調査所の岩石標準試料 7 種類について, 従来の検量線法ならびにファンダメンタルパラメーター法を適用し, 鉄合金については Si, Mn, Ni, Cr, Mo, V, Cu の 7 成分, 岩石試料については, SiO_2 , TiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , CaO , Na_2O , K_2O , P_2O_5 の 9 成分の分析を試み, 十分な精度が得られること, 利用法の留意点を確認した。ファンダメンタルパラメーター法は, 多くの標準試料が準備できない場合に有効で, かつ分析装置に固有な感度定数さえ正確に求めておけば, どのような元素の組合せでも原理的に適用可能であるという特徴もある。また, 本手法に必要な基礎情報である質量吸収係数は, 本研究グループで全元素について既にデータベース化しており, 新たに導入した蛍光 X 線分析システムとの組合せによって, 素材の迅速な組成分析法としての利用が十分期待できる。

3. レーザーフラッシュ法による各種無機素材の熱物性評価

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, 例えば鋼の連続鋳造プロセスの精密解析に不可欠であるが, 熱力学量等に比べデータが極端に不足している。本研究グループでは, 測定時間が 1, 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, 高温セルやデータ解析法の開発を含む系統的な試みを続けている。1993 年は, 高温融体を対象に開発した 3 層試料法を用いて, 14 種類の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データを得た。また, 有限要素法を用い, 3 層試料法で不可避な側壁への熱リーク量の正確な見積もりを再度試み, 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。さらに, 熱放射の影響を正確に把握するため, まず 7 種類の連続鋳造パウダーの透過率・反射率等の測定値から吸収係数を算出し, ついでこれらのデータを基に, 透明体近似, 平均吸収係数で代表させる灰色体近似, 波長毎の特徴を取入れるバンド近似を応用して放射の影響に関する詳細な検討を実施した。その結果, 測定値に認められたバラツキは, 主として測定温度および試料厚さによって変化する熱放射の影響であり, この効果を正確に除去さえすれば測定値のバラツキは著しく減少し, レーザーフラッシュ型 3 層試料法によって, 高温融体の熱拡散率を精度のよく決定できることが判明した。

4. 表面改質による超合金および金属間化合物の高温特性向上に関する研究

Ni 基超合金および TiAl 金属間化合物を対象に Y ならびにゾルーゲル法を利用したジルコニア被覆による表面改質を行い, その高温酸化挙動を調べ, 酸化層の耐剥離性と基材組成との関係を明らかにした。また, 本研究所全体の研究支援として, 表面分析関連機器の整備・改善, および多機能型素材分析装置の導入等を担当した。

5. その他

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, 所の内外を問わず他の研究グループとの共同研究にも積極的に取り組み, 1993 年は, 形態制御されたヘマタイト微粒子の評価, カオリナイトあるいはディッカイトの局所構造解明, 金属系新素材の構造解明と物性評価, テルルなどの半導体融液中のイオン-価電子相関関数の決定, 傾斜機能素材の熱物性評価などを実施した。