

高温 *in situ* XRDを用いた結晶構造解析

X線回折(XRD)は、結晶構造を解析する上で非常に強力な手法である。温度や圧力によって結晶構造は変化するため、材料の焼成過程や使用環境による状態変化の把握は、その条件の最適化において重要である。目的により2種類の高温アタッチメントを使い分け、適切な条件設定が可能である。ここでは、温度安定性(均一性)の観点で行った石英の高温 *in situ* XRDの結晶構造解析の例を示す。

1. 高温 *in situ* XRDの概要

<対象材料> 結晶性の化合物

- ・触媒(金属)
- ・電池材料(活物質等)
- ・セラミックス等

<評価できること>

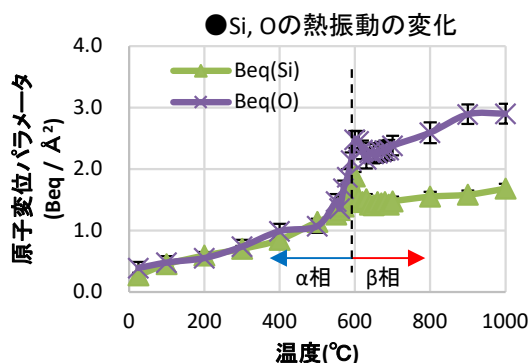
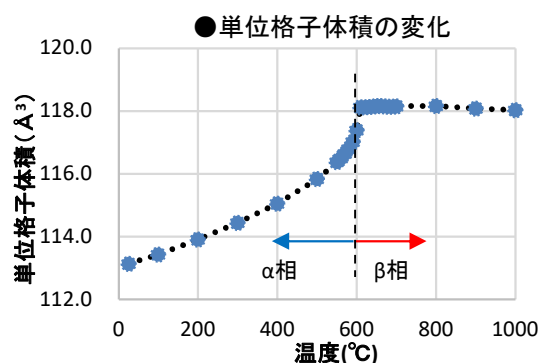
- ・結晶相の同定 : 構造変化(結晶相転移など)、異相等の同定
- ・結晶性評価 : 結晶子サイズ、格子歪
- ・格子定数測定 : 熱膨張率(格子定数の変化から)
- ・結晶構造解析 : 原子位置、原子変位パラメータ(温度因子)

昇温(降温)による結晶構造変化

加熱方法	輻射(対流)加熱 (温度安定性 良(昇温のみ))	接触(伝導)加熱 (温度制御 良(昇降温可))
入射線源	CuK α , MoK α	
試料ホルダー	Pt, アルミナ(Ptと反応する場合)	
測定温度	室温~1500°C	室温~800°C
測定雰囲気	大気、不活性(He, N ₂)、(真空)	大気、不活性(He, N ₂) 試料調製から測定まで完全不活性に対応
概略図		

2. 石英粉末の高温 *in situ* XRDによる結晶構造解析(輻射加熱で測定)

石英(SiO₂, quartz)はおよそ573°Cで α 相(低温型)から β 相(高温型)に構造を変化させる(高温相転移)。高温 *in situ* 測定から得られた回折パターンをリートベルト解析することにより、格子定数(体積変化)、SiやOの原子位置や熱振動(原子変位パラメータ)の変化を詳細に解析することができる。



<石英の構造変化の特徴>

● α - β 相転移において、体積膨張率の不連続点がある。(2次相転移の特徴)

● 酸素(O)の原子変位パラメータBeqが β 相で大きくなる。(原子変位の異方性を暗示)

昇温過程の結晶構造の詳細を解析可能。(様々な結晶材料に適用可能)

東レリサーチセンターでは、加熱方式の異なる2種類の高温アタッチメントを使用し、定性分析や結晶性評価に留まらず、詳細な結晶構造変化の解析に対応致します。