



ガラス固化体製作用ホウケイ酸ガラスのナノ構造解析

元川竜平

日本原子力研究開発機構 物質科学研究センター

キーワード：ガラス, 小角散乱

1. 背景と研究目的

X 線小角散乱 (SAXS) 法は、ナノ・メソスケールの構造を十分な統計精度で評価できる強力な手法として知られており、ソフトマテリアル、ハードマテリアルを問わず様々な材料開発研究に用いられている。これまでの研究から、ガラス固化体の研究開発においても原料ガラス、及び、模擬ガラス固化試料のナノ構造を観察できることを確認している。本研究では、模擬ガラス固化試料を製作する際の加熱温度によってガラス内部のナノ構造がどのように影響を受けるのか検討を行った。

2. 実験内容

SAXS 測定は、あいちシンクロトロン光センターに設置される装置 (BL8S3) で実施した。入射 X 線の波長 (λ) は 0.92 \AA 、試料と検出器間の距離は 4 m および 0.4 m の 2 箇所を選択することで、 $0.005 \text{ \AA}^{-1} \leq q \leq 1.0 \text{ \AA}^{-1}$ の波数領域を観察した。試料位置でのビームサイズは $0.2 \text{ mm} \times 0.1 \text{ mm}$ (縦×横) とした。PILATAS 100K を二次元検出器に用いて試料から散乱された X 線を検出した。得られた 2 次元散乱データを円環平均することで、散乱強度を波数 ($q = 4\pi \sin \theta / \lambda$) に対してプロット (1 次元化; $I(q)$ vs q) した。ここで 2θ は散乱角を表す。各データの散乱強度は試料厚みで規格化した後、BL8S3 で準備されている標準試料 (Grassy carbon) を用いて絶対散乱強度化を行った。模擬ガラス固化試料は、厚さ約 0.5 mm 、直径約 30 mm の薄片として削り出されたものを測定に用いた。全ての測定は 25°C で行った。試料はガラス製作時の加熱温度を変化させた 2 つの試料 (1150°C , 1400°C) を用いた。

3. 結果および考察

Fig.1 の赤と青は加熱温度 1150°C と 1400°C でそれぞれ処理した模擬ガラス固化体から得られた SAXS データである。同様の組成をもつガラスであっても、2 つの試料のナノ構造は大きく異なることがわかる。 1400°C で処理した試料では、ホウ素リッチドメインとケイ素リッチドメインでマイクロ相分離していることを示唆する散乱ピークが観察されており、そのドメインの周期サイズはピーク位置から約 97 \AA と評価することができる。一方、 1150°C で処理した試料からは散乱ピークは観測されず、比較的均一なナノ構造がガラス内部に形成されていることがわかる。低温で処理した試料のほうが均一性の高いナノ構造を有するガラス固化体がつくられており、ガラス固化体の製作にとって有益な構造情報を得ることができた。

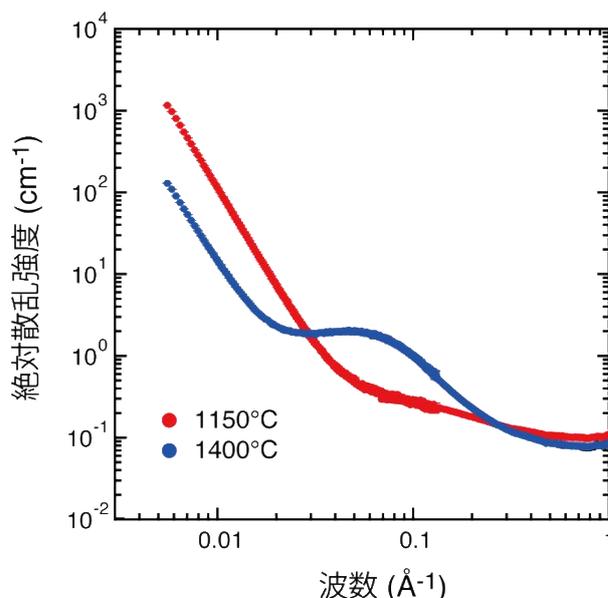


Fig.1 1150°C と 1400°C で製作した模擬ガラス固化体の SAXS プロファイル.