

## 1. 背景・目的

ジルコニア焼結体は、歯科材料や電子材料等に幅広く用いられるセラミクス材料であり、強度や外観（審美性）が重要視される。従来、本材料について X 線を用いて構造解析しているが、これら材料特性に影響する結晶構造差異が不明な場合がある。この理由として、X 線は軽元素（例えば酸素原子など）に対する感度が低いことが考えられる。そこで、軽元素に対して有効である中性子線回折測定を検討する。本研究グループは中性子を用いた測定の経験が無いため、トライアルユースを用いて、測定に適した試料形態を把握する。また、得られたデータのリートベルト解析を行い、別途実施した XRD 結果（相率や格子定数）との整合性を確認する。

## 2. 実験

iMATERIA BL20 出力 600kW

試料：ジルコニア焼結体（主成分：ZrO<sub>2</sub>、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 約 5wt%、Tb 約 0.2wt%）

1) 同一材料で形状\*の異なる試料を複数用意し、中性子線回折を測定。

\*4mm×2mm×10cm 程度の短冊状試料、粉碎試料

回折パターンを比較することで、試料の配向性の影響の有無を調査。

2) 同一組成で材料特性の異なる試料を中性子線回折測定。

リートベルト解析ソフト Z-Rietveld Version 1.1.3

結晶相 複数の正方晶（P42/n m c）を仮定して解析

## 3. 結果

- 形状の異なる同一試料（イットリア安定化ジルコニア（YSZ）焼結体、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 3mol%）について、中性子線回折測定を行った結果を図 1 に示す。測定の結果、結晶構造解析を行うのに十分な強度が得られ、両者の回折パターンは良く一致して特定回折線の強度比の違いなどは見られなかった。このことから、本試料については、粉碎前の短冊状試料であっても結晶配向性の影響は小さいと考えられた。

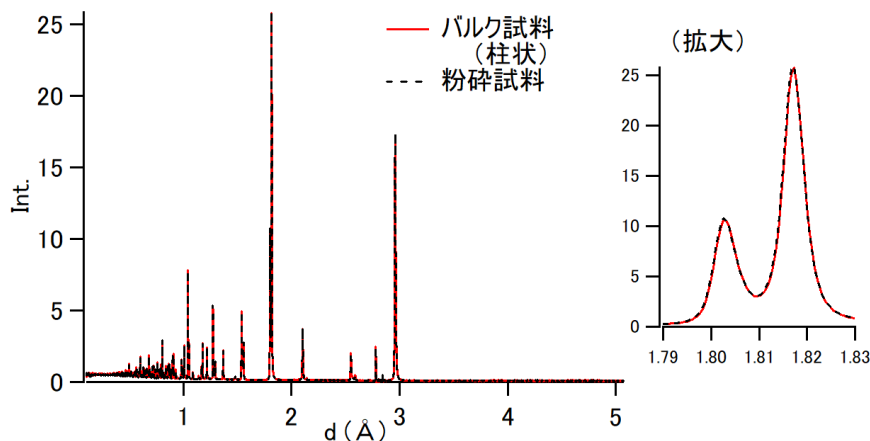


図 1 中性子回折パターンの比較

・次に、YSZ（短冊状試料）のリートベルト解析を実施した。（図2、表1）

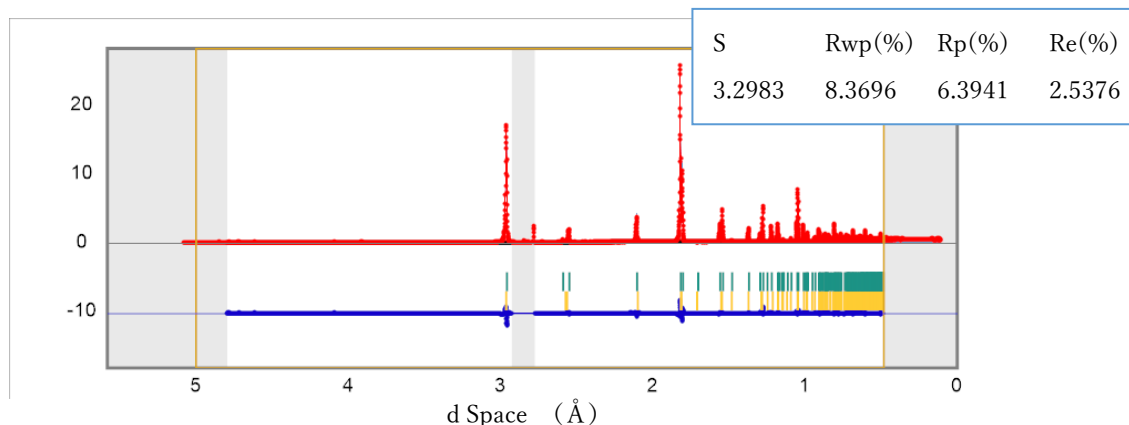


図2 YSZ（短冊状試料）リートベルト解析

表1 リートベルト解析結果の比較

手法		中性子線回折	X線回折	
T相	相率(%)	81	80	
	格子定数 (Å)	a	3.6055	3.6021
		c	5.1806	5.1763
T'相	相率(%)	19	20	
	格子定数 (Å)	a	3.6252	3.6219
		c	5.1499	5.1499

- ・格子定数の異なる2種類の正方晶（T相、及びT'相）の存在が確認され、これら2相の相率及び格子定数を求めた結果、XRD-リートベルト解析結果と整合することが確認できた。
- ・ただし、上記解析結果は信頼度因子 S がやや高いため、原子座標やプロファイルパラメータなどの最適化を更に進めることで解析の信頼性を高める必要がある。

#### 4. まとめ

- ・形状の異なるYSZ焼結体の中性子線回折測定を行い、試料形状による回折パターンの違いが見られないことが確認できた。試料の加工は出来る限り行わないことが望ましいため、バルク（短冊状）での測定が可能であることは今後の試料準備において有用な情報となった。
- ・今後、リートベルト解析の精度を高め、従来X線解析で得られなかった軽元素（酸素原子）の情報を取得し、材料特性の異なる焼結体の比較解析を進めていく予定である。