

多目的試料高温装置を用いた 無機物質の In-situ 測定

はじめに

セラミックスをはじめとした無機材料合成の代表的な手法として、加熱処理による固相反応法があります。これは合成原料混合物を、電気炉などを用いて高温で焼成し、目的の合成物を得る方法です。しかし、この方法では焼成中の試料状態を確認できません。多目的試料高温装置は、加熱処理とX線回折分析を組み合わせたin-situ測定が可能であり、バッチ処理のための予備実験を行うことができます。ここでは、SmartLabに多目的試料高温装置を組み合わせたin-situ測定により、無機物質の合成過程を確認しました。

測定・解析例

多目的試料高温装置によるin-situ測定結果を図1に示します。室温では原料であるCorundum ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)、Lime (CaO)、Quartz (SiO_2)に加え、Limeが水和して生じたPortlandite (Ca(OH)_2)が同定されました。800°Cで加熱すると、原料由来の回折ピーク以外に反応中間物のAluminum Silicate (Al_2SiO_5)が同定されました。さらに1200°Cまで加熱すると、新たな反応中間物が生成していたことがわかりました。最終的に1450°Cまで加熱すると、目的物質であるGehlenite ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$)の生成が確認されました(図2)。このことから、多目的試料高温装置を用いたin-situ測定により、目的物質が合成される温度、さらに反応中間相を容易に把握することができることがわかります。

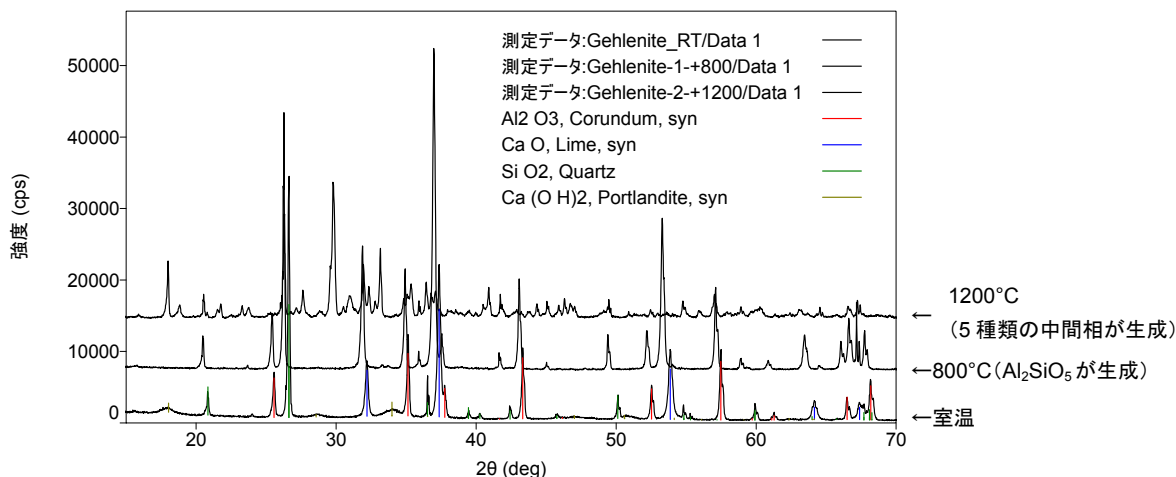


図1 室温、800°C、1200°CでのX線回折パターン多重書きと室温時の定性分析結果

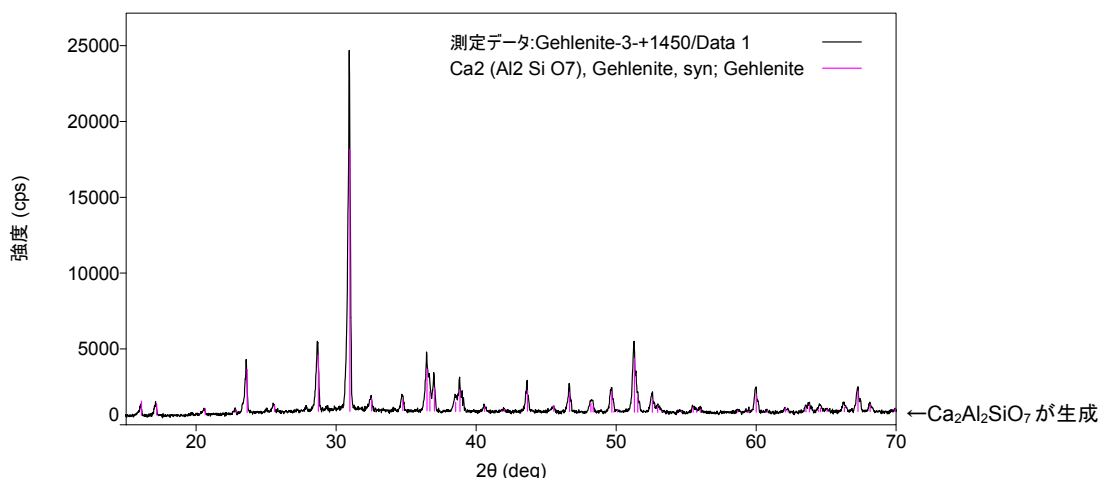


図2 1450°CでのX線回折パターンと定性分析結果

推奨装置

- ▶ 試料水平型多目的X線回折装置 Ultima IV
- ▶ 多目的試料高温装置
- ▶ 全自動水平型多目的X線回折装置 SmartLab
- ▶ 赤外線加熱高温装置 Reactor X