

## 新規耐熱性アルミナ繊維の放射光 X 線小角散乱測定による評価 SR-small angle X-ray scattering of alumina fibers

大塚 雄一<sup>a</sup>, 手塚 真<sup>b</sup>, 佐藤 眞直<sup>c</sup>,  
Yuichi Otsuka<sup>a</sup>, Makoto Tezuka<sup>b</sup>, Masugu Sato<sup>c</sup>

<sup>a</sup>三菱樹脂株式会社, <sup>b</sup>株式会社三菱化学科学技術研究センター,  
<sup>c</sup>財団法人高輝度光科学研究センター

<sup>a</sup>MITSUBISHI PLASTICS, INC.,

<sup>b</sup>MITSUBISHI CHEMICAL GROUP SCIENCE AND TECHNOLOGY RESEARCH CENTER, INC.,

<sup>c</sup>JAPAN SYNCHROTRON RADIATION RESEARCH INSTITUTE

アルミナ繊維製品の放射光による X 線小角散乱測定を実施して、繊維内部の微細な構造（結晶クラスターや空隙と推定される）について解析を行った。その結果、アルミナ繊維製品のグレードによって、繊維内部の微細な構造に違いがあることが認められた。

キーワード： 無機材料、アルミナ繊維、耐熱性、SAXS、X 線小角散乱

### 背景と研究目的：

耐熱性アルミナ繊維は、自動車業界や鉄鋼業界において高性能な断熱材として用いられている。アルミナは元々耐熱性の高い材料のため、断熱材として用いられる条件も、より高温で過酷であることが多い。断熱材の性能の良し悪しが、使用される炉へのエネルギー投入量をも左右することとなるが、近年、CO<sub>2</sub> 排出量削減の社会的要請もあって、断熱材に要求される性能は、より高温で長期間に渡って劣化しないものへと高まりつつある。

断熱材の耐久性の違いは、繊維内部における結晶クラスターの構造や、繊維内部の微細な空隙の有無（繊維内部の緻密性の違い）に影響されると考えられる。しかしながらこれまでの実験室での解析では、繊維内部の微細な構造の違いを有効に評価することはできなかった。そこで、放射光を用いた X 線（ビームライン BL19B2）の、X 線小角散乱測定装置を利用して、アルミナ繊維内の繊維内部の微細な構造について解析を実施した。

### 実験：

様々なグレードのアルミナ繊維（マット）について、マットを乳鉢で粉砕して粉末試料とした。各粉末試料 0.5g をポリ袋中に約 2cm 四方×厚さ約 2mm となるように詰めて、放射光による X 線小角散乱測定を実施した（ビームライン BL19B2）。測定結果（散乱プロファイル）を、解析ソフト（fit2D）によって二次元展開して、さらに散乱強度を X 線の透過度とサンプルの厚みによって規格化した後、サンプル間の比較を行った。

### 結果および考察：

様々なグレードの X 線小角散乱の結果、アルミナ繊維のグレードによって、X 線小角散乱測定の結果（二次元展開、規格化後のチャートにおいて）に差が現れた（Fig.1 参照）。

Fig.1 で示したサンプル（番号①～④）については、課題番号 2009A1780 にて、放射光による X 線回折測定も実施している。これらの X 線回折測定の結果を Fig.2 に示す。

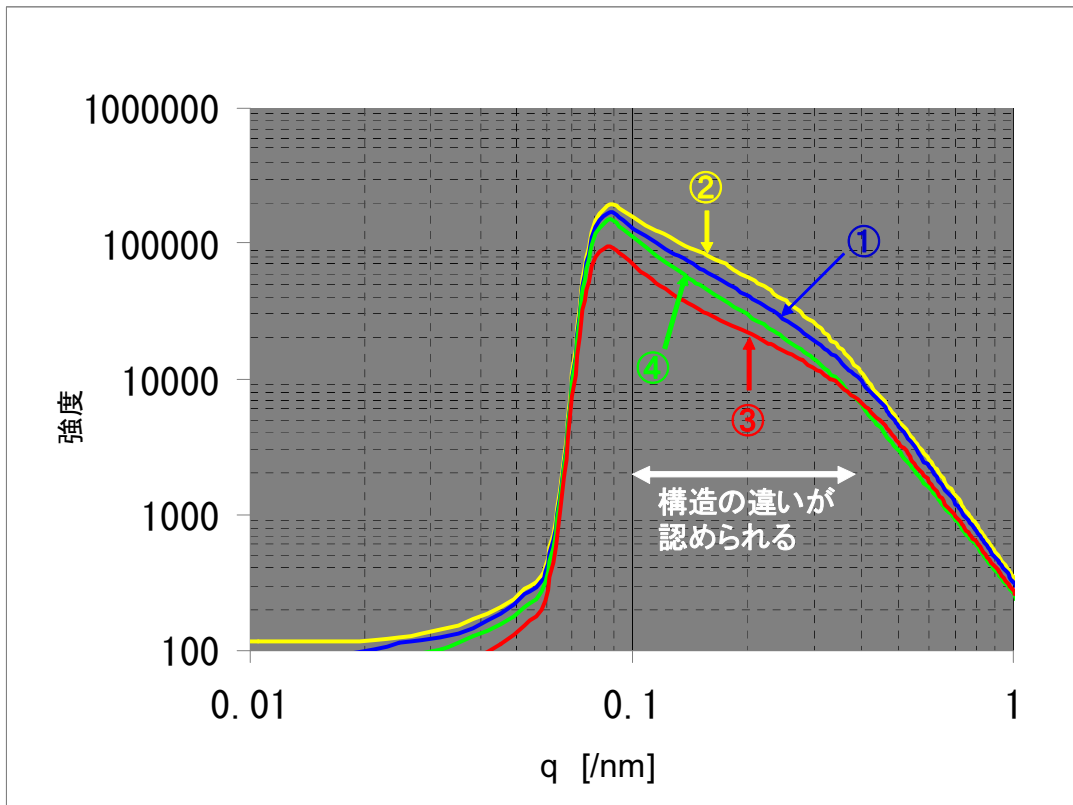


Fig.1 アルミナ繊維の X 線小角散乱測定結果

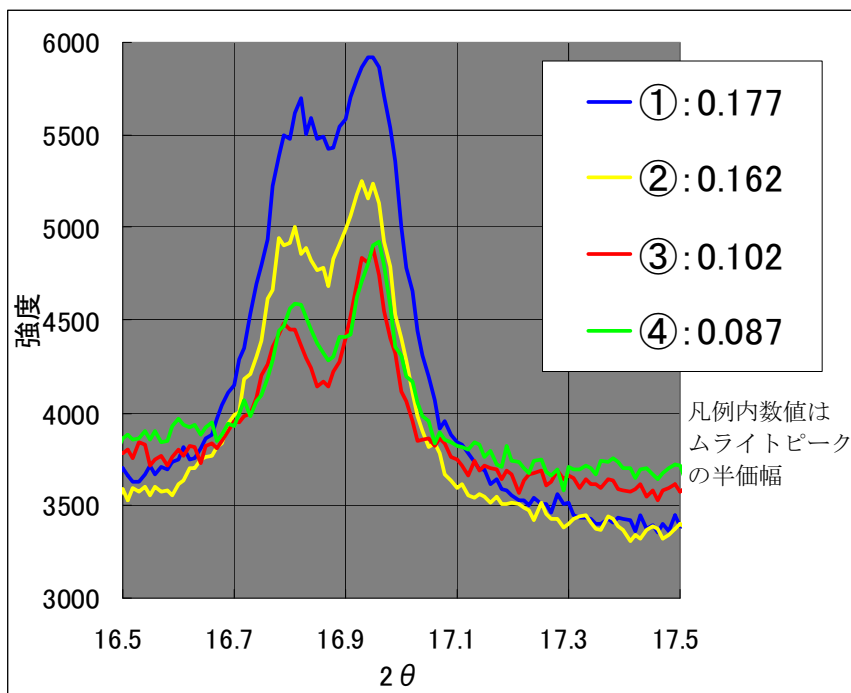


Fig.2 アルミナ繊維の放射光 X 線回折測定結果  
【ムライトピークとムライトピークの半価幅】

アルミナ繊維の直径は  $6\mu\text{m}$  前後であるが、別途実験室で実施した SEM 観察では、繊維表面や断面の構造に違いは認められなかった。X 線小角散乱測定で確認された構造 (の違い) のサイズ

は、繊維直径よりも小さい、数 10nm もしくはそれ以下のサイズであると推定される。

この構造の違いの内容は、繊維内部の結晶クラスターや、結晶粒界等に存在する微細な空隙であると考えられる。いずれにおいても、その構造の違いは断熱材（繊維）の耐久性に影響する要因となるものである。

X線小角散乱測定結果に違いが認められるサンプルについては、2009年6月に実施した放射光によるX線回折測定結果（課題番号：2009A1780）におけるムライト結晶のピークの半価幅についても、違いが認められた（Fig.2）。

X線回折ピークの半価幅と、その結晶子のサイズは反比例の関係にあるという理論式（シェラーの式）があり、ピークの半価幅を比較することで、ムライトの結晶子のサイズを比較することができる。Fig.2のムライトピークの半価幅の値から、ムライト結晶子のサイズは10nm以下であると推算される。従って、X線小角散乱測定で認められた構造の違いは、繊維中のムライト結晶子や、結晶クラスターの構造の違いである可能性がある。

X線小角散乱測定結果とX線回折測定結果からだけでは、繊維内部の微細な構造の違いの内容までは完全に特定できないものの、さらにTEM（透過型電子顕微鏡）等、別の解析方法における結果と合わせて考察することにより、より明らかにすることができる。今後も、さらに詳細な解析を継続して、断熱材の性能と繊維の構造との相関について、明らかにしてゆく予定である。

#### 今後の課題：

今回の放射光X線小角散乱測定によって判明した繊維内部の微細な構造の違いが、何に由来するものか、について、さらに詳細な解析を続けて明らかにしたいと考えている。