

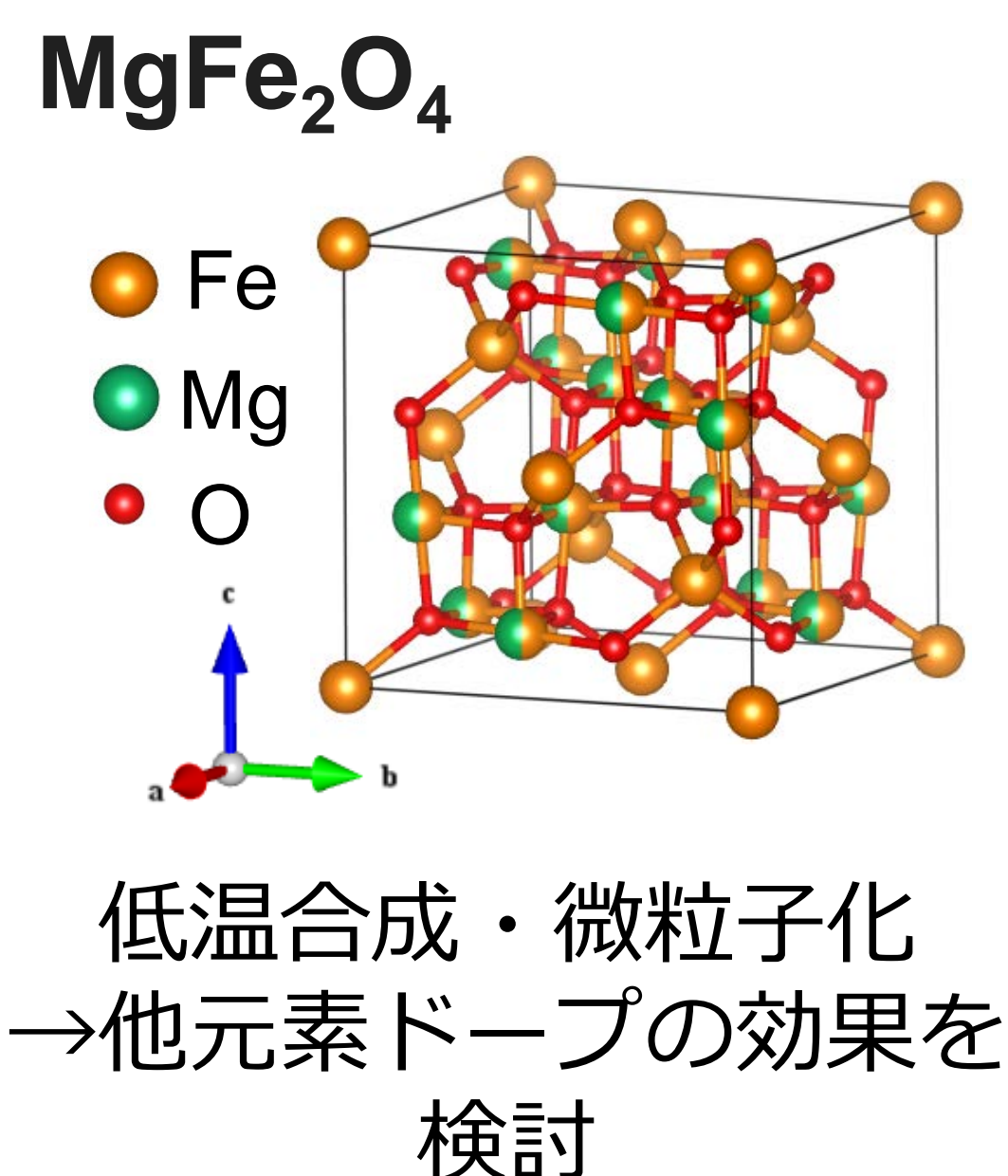


# 軟X線XAFS測定による多孔質アルカリ土類フェライト中のケイ素の局所構造解析

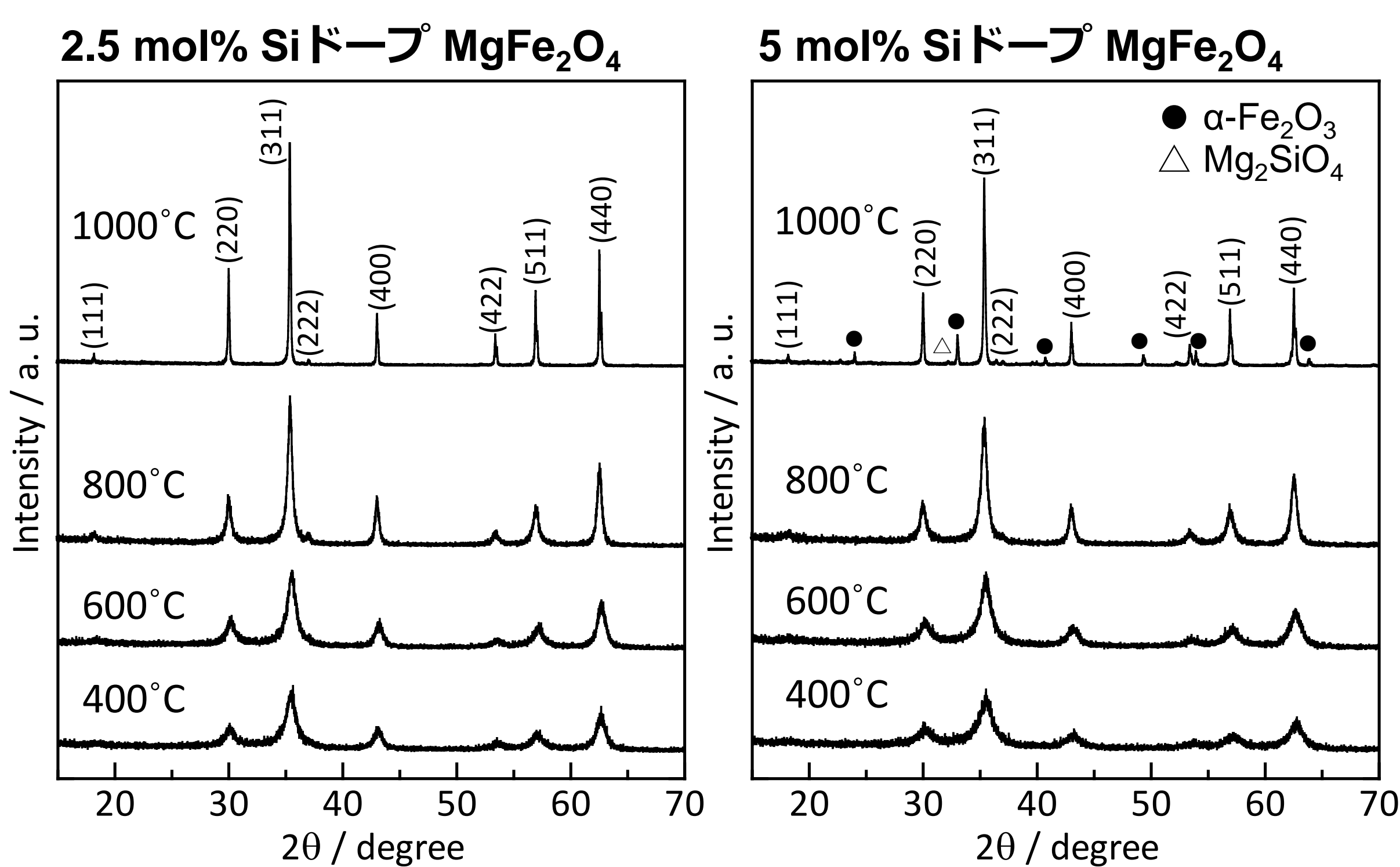
土居 茜\*・西堀麻衣子

九州大学大学院総合理工学府・\*日本学術振興会特別研究員DC

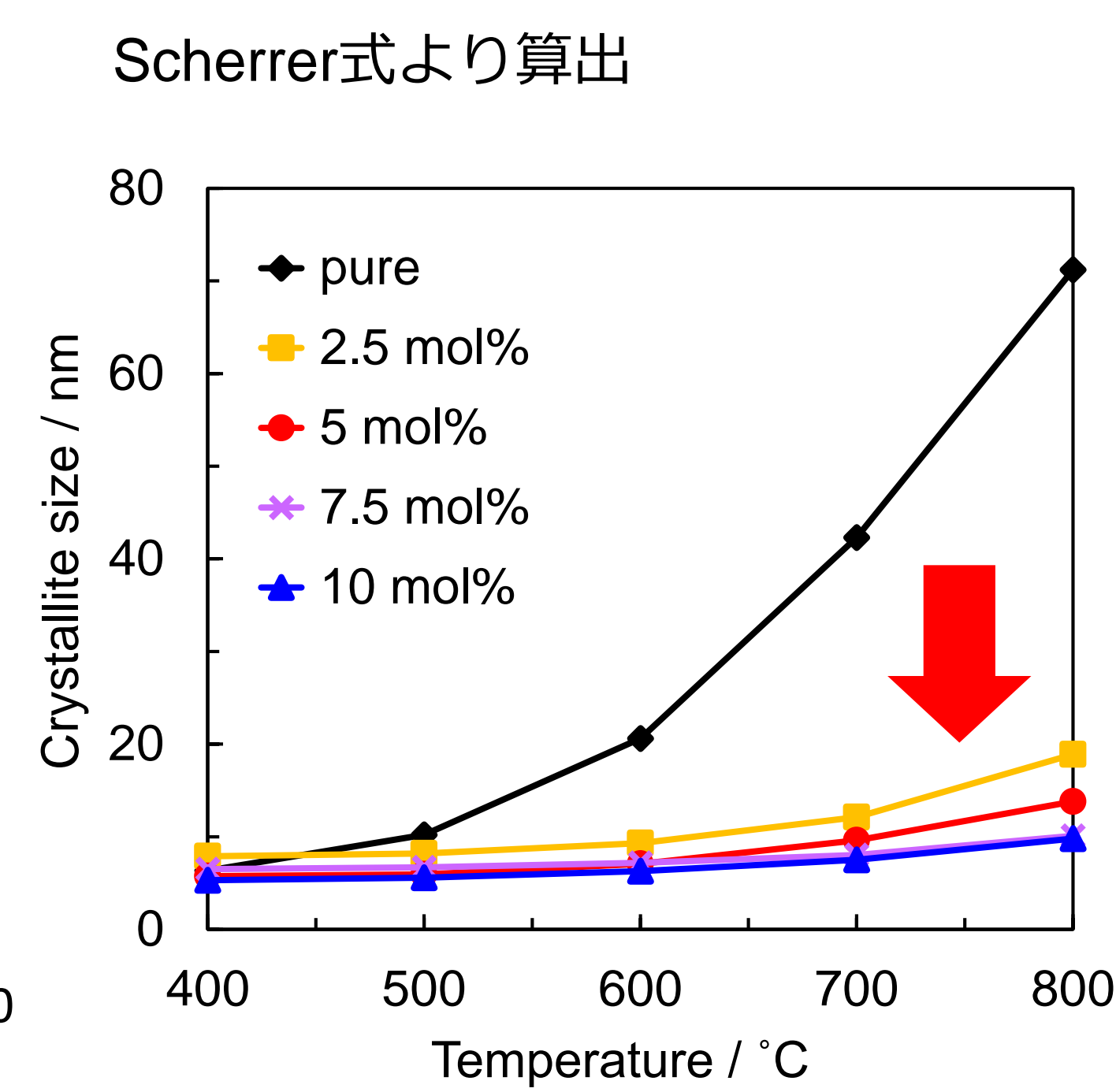
## 背景・経緯



## XRD



## 結晶子サイズの変化



- Siドーピングにより粒成長が抑制された
- 粒成長抑制効果はドーピング量と焼成温度に依存

SiドーピングによるMgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>粒成長抑制メカニズムを解明する

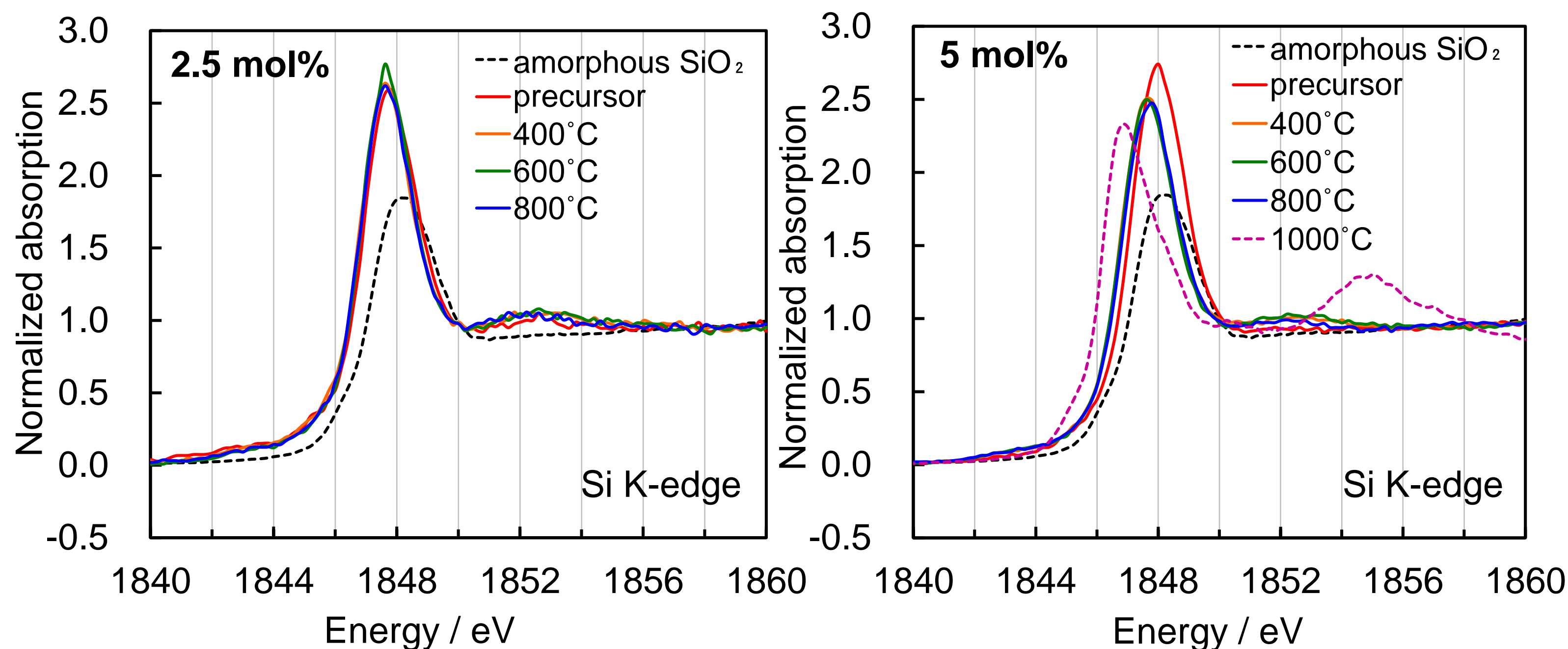
↓  
X線吸収分光(XAS)法によりSiに着目し、プロセス中の局所構造変化を追跡

## 結果

測定BL：BL6N1 測定吸収端：Si-K (1.839 keV)  
測定試料：SiドーピングMgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (Mg(Fe<sub>1-x</sub>Si<sub>x</sub>)<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, x=0.025, 0.05)  
参照試料：amorphous SiO<sub>2</sub> (日本触媒, シーホスター-KE-E10, 粒径130 nm)

## XANES

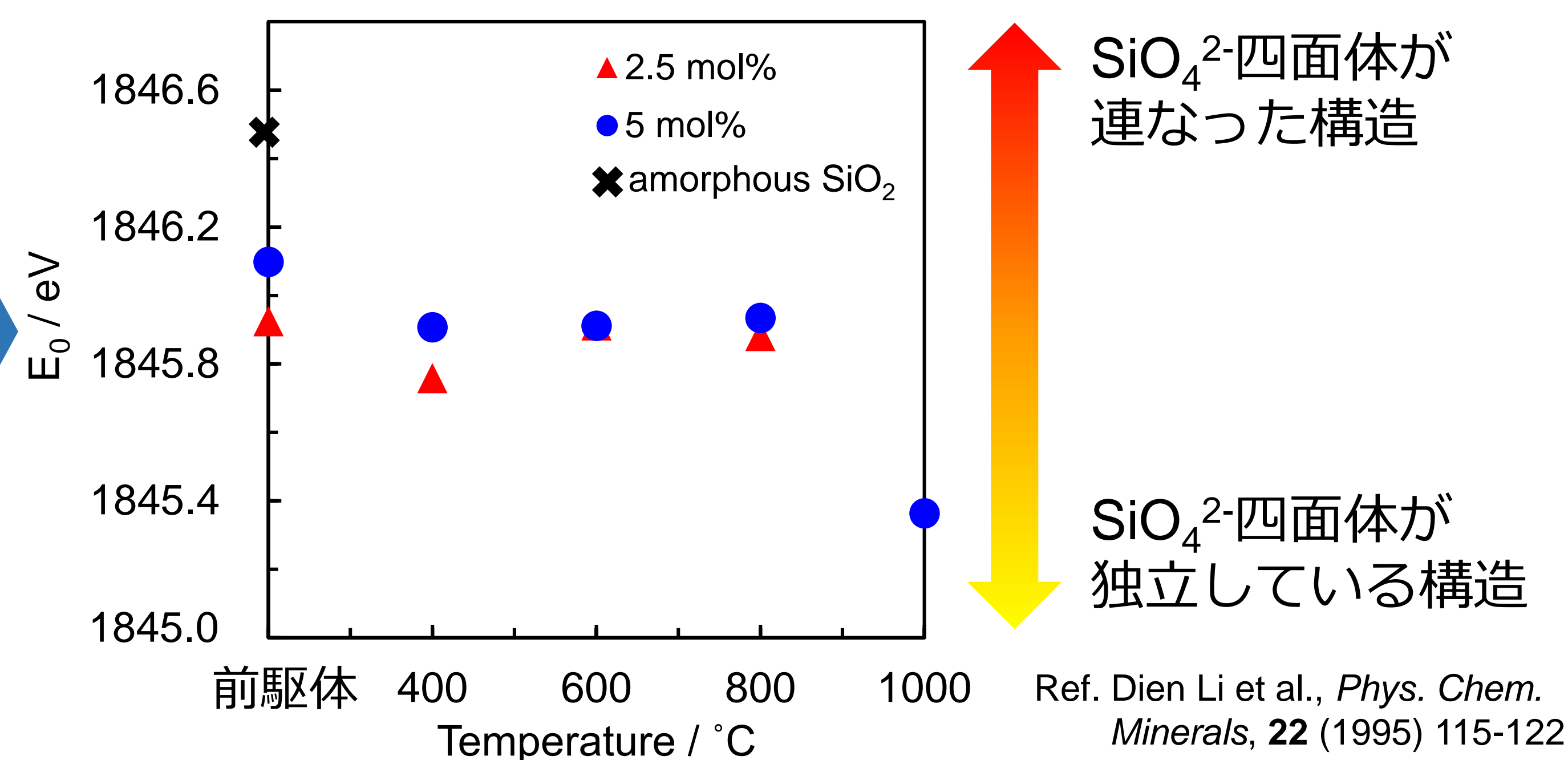
測定条件：step scan, 室温, He雰囲気, 蛍光法  
測定時間：10分 (1820 - 1890 eV)



- 2.5 mol%：焼成温度による変化はほとんどない
- 5 mol%：焼成温度によりスペクトルが変化し、1000°Cでは大きく異なる (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>の生成に起因)
- ドーピング量によって前駆体のスペクトルが異なる →ドーピング量により前駆体が異なる可能性を示唆

## E<sub>0</sub>の比較

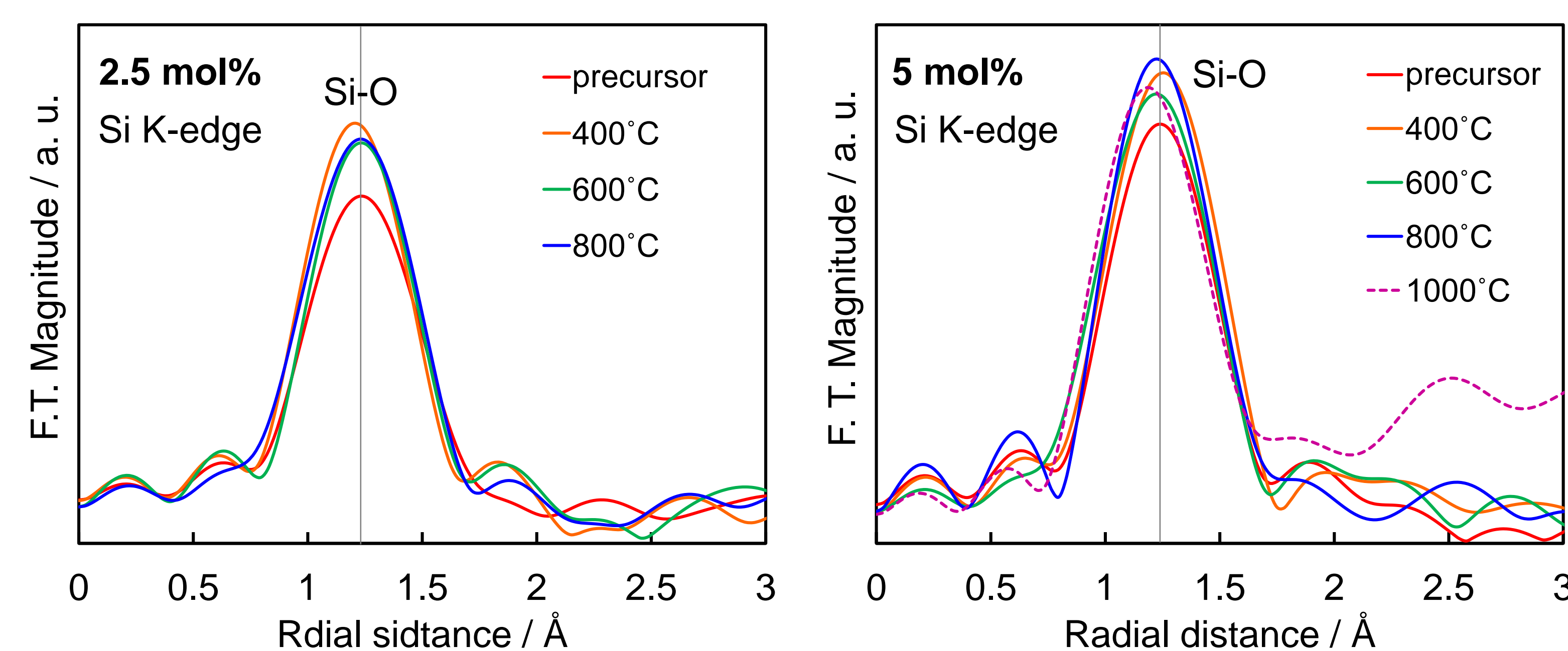
## ケイ酸塩におけるE<sub>0</sub>の傾向



- ①焼成温度によりE<sub>0</sub>の値が変化 →SiO<sub>4</sub><sup>2-</sup>四面体のネットワークが崩壊している可能性を示唆
- ②1000°Cで大きく変化 →複合酸化物の生成を示唆

## EXAFS

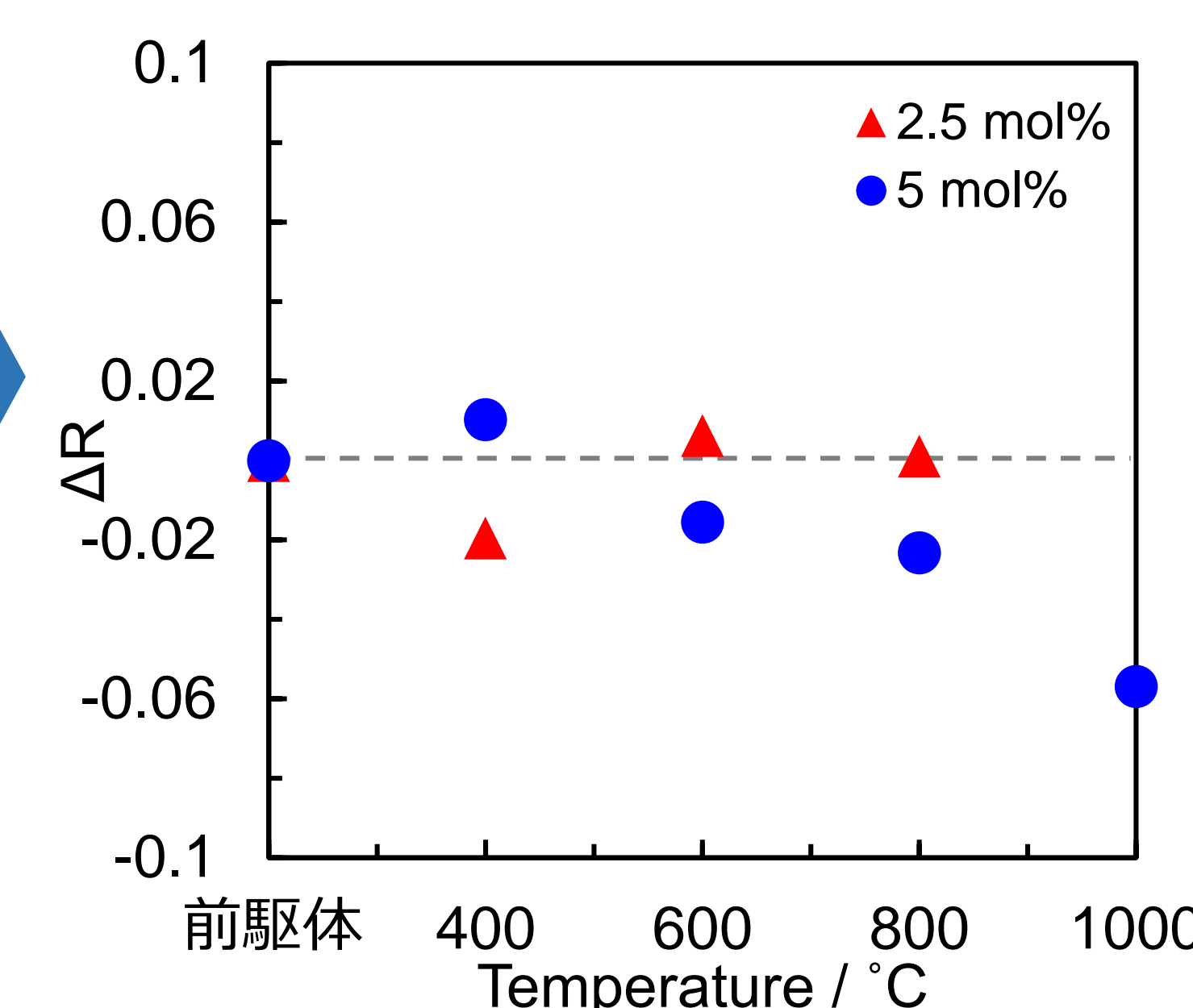
測定条件：step scan, 室温, He雰囲気, 蛍光法  
測定時間：40分 (1820 - 2387 eV) k-range：3 - 10.3 Å<sup>-1</sup>



- 焼成温度により、Si-Oの結合距離と配位数が変化する

## Rの変化量の比較

各前駆体を基準に変化量を算出



- 2.5 mol%：400°Cで収縮した後、600°Cで膨張
- 5 mol%：焼成温度とともに収縮する

→ドーピング量により形成メカニズムが異なる可能性を示唆

今後、精密構造解析およびTEM観察を相補的に実施

## 期待される効果・社会的インパクト

SiによるMgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>の粒成長抑制効果と微細構造変化のメカニズムに関する知見が得られれば、Siに限らず異種元素添加を用いた微細構造の改質手法の確立につながると期待される。これにより、階層構造を制御したMgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>の作製が可能になれば、機能材料としての性能が更に向上し、環境浄化材料やエネルギー材料への応用へと繋がる

謝辞：本研究は、JSPS特別研究員奨励費 16J05048の助成を受けたものです。