



微量元素ドーピングによるファインセラミックスの着色

Study of colored fine ceramics by microelements addition

立木翔治²⁾、水野恭利¹⁾

Shoji TACHIKI²⁾、Yasutoshi MIZUNO¹⁾

愛知県陶磁器工業協同組合¹⁾

あいち産業科学技術総合センター瀬戸窯業技術センター²⁾

AICHI PREF. POTTERY INDUSTRY COOPERATION¹⁾

Aichi Center for Industry and Science Technology Seto Ceramic Research Center²⁾

1. 測定実施日

2014年5月21日 10時 – 14時 (1シフト), BL6N1
2014年5月27日 10時 – 14時 (1シフト), BL5S1
2014年7月11日 10時 – 14時 (1シフト), BL5S1
2014年8月27日 10時 – 18時30分 (2シフト), BL5S2
2014年8月28日 10時 – 18時30分 (2シフト), BL5S1
2014年9月26日 14時30分 – 18時30分 (1シフト), BL8S1

2. 概要

焼成過程での加熱による焼結セッターの不純物の高温蒸発が及ぼす着色影響について調べた。セッターからの揮発により不純物を表面に付着させたジルコニアセラミックスの構成元素の化学状態について検討した。X線吸収微細構造測定およびX線光電子分光測定を行った結果、ジルコニアの化学状態の変化が見られた。

3. 背景と研究目的

イットリア安定化ジルコニアは高強度、高靱性を示すことから、構造材料や精密機械部品としての利用が期待されている。これらの優れた特性を持つ素材が実用化されるためには、不純物や欠陥による焼結体の着色現象を改善するこ

とが不可欠である。

4. 実験内容

①試料作製方法

単軸プレス成型後に CIP 成形したジルコニア成形体を、あらかじめ空焼きすることで不純物を除いたセッターの上に置いた。意図的に不純物を加えるため、空焼きしていない不純物を含むセッターを支柱を使って斜めに立てかけることで成形体表面とセッターの距離に差異をもうけて焼成したところ、表面が黄化し、その度合いのことなるジルコニア焼結体を作製することができた。

②分析方法

- ・ X線吸収微細構造測定

ビームライン・・・あいち SR BL5S1

吸収端	検出法	使用検出器
Fe-K 吸収端 XANES	蛍光収量法	19 素子半導体検出器
Zr-K 吸収端 XANES	転換電子収量法	転換電子収量検出器 (500V)

- ・ X線光電子分光

使用機器・・・アルバックファイ(株)製 PHI 5000 VersaProbe

5. 結果および考察

Fig. 1 に黄化している試料面の Fe-K 吸収端 XANES スペクトルを示す。黄化の濃淡によって吸収端における縦軸の変化量に違いが観測できた。黄色の濃い試料の方が縦軸の変化量が大きいことから、不純物が多く含まれるほど、着色が強いことが分かった。これらのスペクトルを規格化したものを Fig. 2 に示す。二つのスペクトルの立ち上がりのエネルギーは同じであるため、鉄イオンの価数は同じであると考えられる。

Fig. 3 に黄化している試料面の Zr-K 吸収端 XANES スペクトルを示す。標準物質のスペクトルと比較すると、試料表面のジルコニウムイオンの価数は 4 価のものと 3 価のものが混在していると考えられる。

Fig. 4 に X線光電子分光により測定した O1s 光電子スペクトルを示す。試料面の黄化の濃淡によってピークのエネルギーが変化していることが分かる。

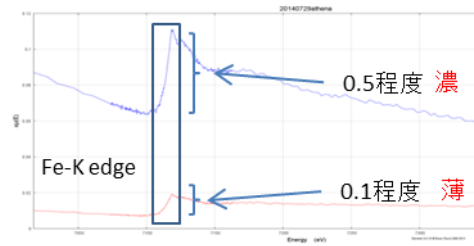


Fig. 1 Fe-K 吸収端 XANES スペクトル

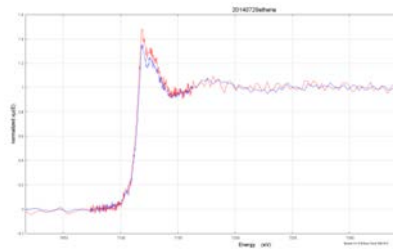


Fig. 2 規格化した Fe-K 吸収端 XANES スペクトル

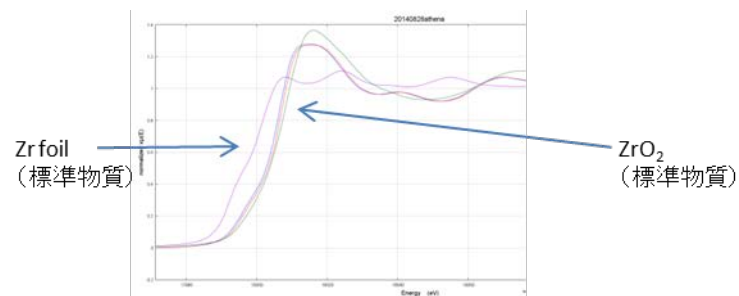


Fig. 3 Zr-K 吸収端 XANES スペクトル

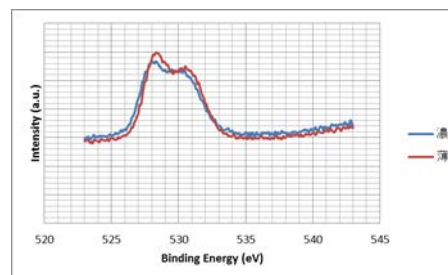


Fig. 4 O1s 光電子スペクトル

6. 今後の課題

セッターからの揮発により不純物を加えたジルコニアセラミックス中の元素

の化学状態について検討するため、X線吸収微細構造測定及びX線光電子分光測定を行った。不純物量の違いにより、Zr-K edge スペクトルの立ち上がりに若干の違いがでることが分かった。酸素の 1s 軌道由来のピークにも違いが見られたことから、一部のジルコニウムイオンに価数の変化が生じているものと考えられる。ジルコニウムイオンの化学状態に違いが生じることで、発色に違いが生じるか調査・研究が必要である。

7. 参考文献

「粉末及び粉末冶金」第 41 巻第 3 号
耐火物中の不純物の高温蒸発がジルコニア焼結体表面の着色に及ぼす影響