



Al₂O₃ 前駆体水溶液から得た粉末の加熱に伴う XANES スペクトルの形状変化

加藤雄太¹, 吉田道之¹, 尾畑成造², 櫻田修¹

¹ 岐阜大学 工学部 化学・生命工学科

² 岐阜県セラミックス研究所

1. 背景と研究目的

耐熱性、耐食性、耐摩耗性および絶縁性に優れる α -Al₂O₃は、最も広く利用されているセラミックスの1つである。一般的に、アルミナ水酸化物等の前駆体化合物から α -Al₂O₃を合成する場合、中間生成物として遷移アルミナが生成し、 α -Al₂O₃を得るには1200 以上の高温を要することが知られている。

当研究室が開発したギ酸で安定化させたアルミナ前駆体水溶液 (AlFo₃) を乾燥させた粉末を加熱すると、従来の手法よりも200 低い1000 で α -Al₂O₃単相を得ることができる。本研究は、従来よりも低温で α -Al₂O₃が生成するメカニズムを検討するための基礎的知見を得ることを目的とする。乾燥粉末が熱分解して α -Al₂O₃を生成するときの XANES スペクトルの形状変化を検討した。

2. 実験内容

AlFo₃を所定量分取し423 Kに設定した恒温乾燥器中で一晚乾燥させ、得られた粉末をCDAIFo₃とする。CDAIFo₃をそれぞれ昇温速度10 K/minで673~1323 Kまで昇温し、目的温度で5分加熱した後ドライアイスを用いて急冷した。CDAIFo₃と、それを673 Kおよび1323 Kで加熱した粉末をケッチェンブラックと混合したものをXANESのサンプルとした。測定はBL1N2にて行い、全電子収量法により1540から1640 [eV]の範囲を測定した。

3. 結果および考察

Figure 1に(A)CDAIFo₃と(B)673 K急冷粉末の測定結果を示す。CDAIFo₃は1571.8 [eV]付近で強い吸収を示した。673 Kで熱分解し非晶質化した粉末はCDAIFo₃と比べてピークがブロードになったが、高エネルギー側のスペクトル形状に顕著な変化は見られなかった。Fig. 2に(B)673 K急冷粉末と(C)1323 K急冷粉末の測定結果を示す。XRD測定では1323 K急冷粉末は γ 、 α -Al₂O₃混相となったが、文献¹⁾よりこのXANES測定結果は γ -Al₂O₃に関連するスペクトルと類似していることが分かった。673 K急冷粉末と1323 K急冷粉末の測定結果を比較すると、吸収端付近の形状は類似しているが1580 [eV]以上の形状は異なった。

これらの結果から、673 K急冷粉末で得られたスペクトルはCDAIFo₃から γ -Al₂O₃への遷移状態におけるAlの局所構造に起因することが示唆される。今後は、CDAIFo₃の加熱に伴うAlの局所構造変化と α -Al₂O₃の生成メカニズムの関連性を検討していきたい。

4. 参考文献

1. Yuko Kato, et al., *Phys. Chem. Chem. Phys.*, 2001, **3**, 1925-1929.

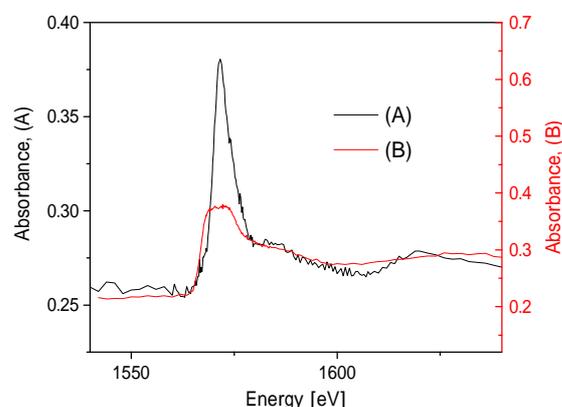


Fig. 1 Al *K*-edge XANES spectra for (A) CDAIFo₃ and (B) the sample calcined at 673 K.

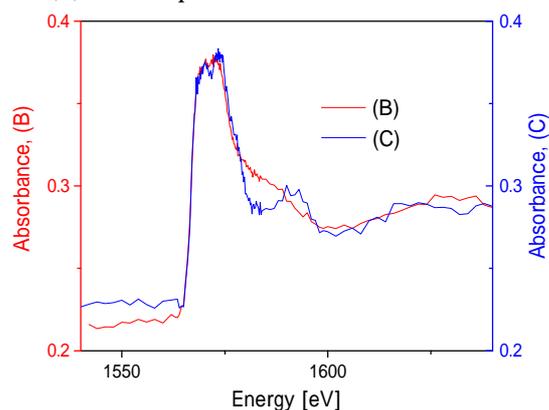


Fig. 2 Al *K*-edge XANES spectra for samples calcined at (B) 673 K and (C) 1323 K.