



XANES 測定によるホウケイ酸ゲル および C-BN 混合物の構造について

梶並 昭彦¹、渡部 創²、栗飯原 はるか²
1 神戸大学, 2 日本原子力開発機構

キーワード：ホウケイ酸ガラス、炭素、窒化ホウ素、混合物、粉砕

1. 背景と研究目的

溶液から合成したホウケイ酸ゲルおよび炭素-窒化ホウ素 (C-BN) 混合物のホウ素および窒素の K 吸収端測定を行った。全電子収量 (TEY) 法および部分蛍光収量 (PFY) 法により ホウケイ酸ゲルについては セリウムイオン添加による構造変化について ホウ素 K 吸収端の XANES 測定により調べた。また C-BN 混合物については、振動ミルにて長時間粉砕するとアモルファス状態になり、物性が変化することがわかった。そこで、C-BN 混合物の粉砕による構造変化についてホウ素および窒素の K 吸収端の XANES 測定によって調べた。

2. 実験内容

所定組成のセリウム含有ホウケイ酸塩水溶液を減圧濃縮することでセリウム含有ホウケイ酸ゲルを作成した。ゲル試料は TEY 法にて XANES 測定を行った。C-BN 混合物は、黒鉛と六方晶窒化ホウ素 (h-BN) を所定の割合で混合し、ジルコニア製振動ミルで所定時間粉砕をアルゴン雰囲気で行った。粉砕試料も TEY 法にてホウ素および窒素の K 吸収端の XANES 測定を行った。構造解析は ATHENA および REX2000 (リガク製)を用いた。

3. 結果および考察

セリウム含有ホウケイ酸ゲルについては、188-190 eV 付近にホウ素の吸収端が現れるが、本測定では明確な吸収端が観測されなかった。試料のチャージアップによる雑音が多かったためではないかと思われる。PFY 測定も行ったが明確な XANES が得られなかった。

一方、C-BN 混合物については、Fig.1 にホウ素 K 吸収端 XANES の粉砕による変化を示した。未粉砕試料については、h-BN と同じ 193 eV 付近にピークがみられた。2 時間粉砕すると、h-BN より高エネルギー側に新たなピークが 3 本現れることが明らかとなった。また、197 eV の吸収端もブロードになることがわかった。それぞれのピーク、吸収端の詳細な帰属については明らかではないが、8 時間粉砕するとピークが増大することが分かった。これは、粉砕後 大気中の酸素により試料表面が酸化し、酸化ホウ素が生成したためではないかと思われる。

また、Fig.2 には窒素の K 吸収端の XANES を示した。未粉砕の XANES は h-BN と同じであるが、粉砕時間とともにそれぞれのピークがブロードになることが明らかとなった。各ピークの帰属については明らかではないが、粉砕により h-BN 構造が崩れ、窒素の電子状態に微細なゆらぎが生じたためであると思われる。

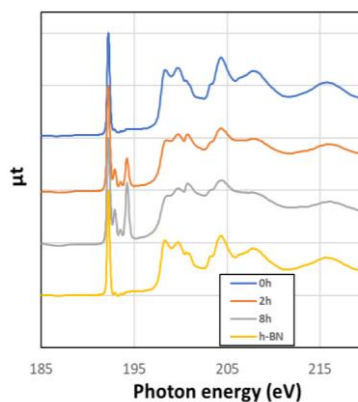


Fig.1 Variation of B K-edge XANES spectra of C-BN mixture with milling.

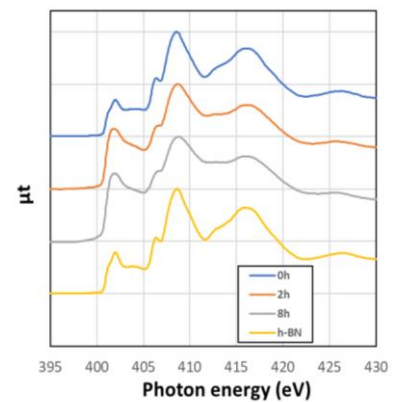


Fig.2 Variation of N K-edge XANES spectra of C-BN mixture with milling.