



アルミナ中に含まれる副成分の同定

杉山 信之¹，野本 豊和¹，村井 崇章¹，徳田 篤史²
1 あいち産業科学技術総合センター，2 株式会社 NIWASHO

キーワード：アルミナ，ムライト，RIR

1. 背景と研究目的

アルミナを主体とするセラミックスに含まれる副成分、具体的に、ムライトおよびチタン化合物の同定を行いたい。通常の XRD では、それらの含有量が微量で同定が困難である。その為、シンクロトロン光を用いキャピラリーを用いた粉末 XRD で、それらの解析を行うことを目的として実験を行った。

2. 実験内容

煅焼(1000°C,3hr.)カオリンとアルミナから、ムライト化を行った。実験は BL5S2 にて、波長 1Å、検出器 4 連装 PILATUS 100K、露光時間 10 分の条件で行った。カオリンとアルミナの比率を変えた場合のムライト化率を、RIR より概算した。また、チタニアを 0.5wt%前後添加したサンプルについて、チタンを含む化合物の解析を行った。スペクトルのデータ解析は、瀬戸窯業試験場の PDXL1.8 で行った。

3. 結果および考察

サンプル KP-921 について、瀬戸窯業試験場の Rigaku MiniFlex の結果と比較した (Fig.1)。なお、測定波長が異なるため、BL5S2 のデータは MiniFlex と同じ波長となるように変換を行った。さらに、比較しやすいように MiniFlex のデータを 30 倍して表示した。比較した結果、MiniFlex ではノイズにしか見えない小さなピークも、BL5S2 ではきれいに表示されており、BL5S2 の感度が著しく高いことが示された。今回の試料の場合、アルミナ中の副成分であるムライトのピークが小さく、そのためにノイズの影響が強くなるものと考えられる。実際に、RIR 法で試料の簡易定量を行ったところ、ムライトの濃度は MiniFlex での結果は 11%であったのに対し、BL5S2 での結果は 6%と、約 2 倍の差がみられた。MiniFlex のデータではノイズの影響により、ムライトが過大評価されたものと推察できる。

チタンを含むサンプル (XD16.2, XD18, XD19) の結果を Fig.2 に示す。チタン化合物の同定はできなかった。含有量が少ないためと思われる。また、チタニア添加によるムライト化率の影響を RIR で調べた結果、今回の添加量では、ムライト生成への影響は見られなかった。

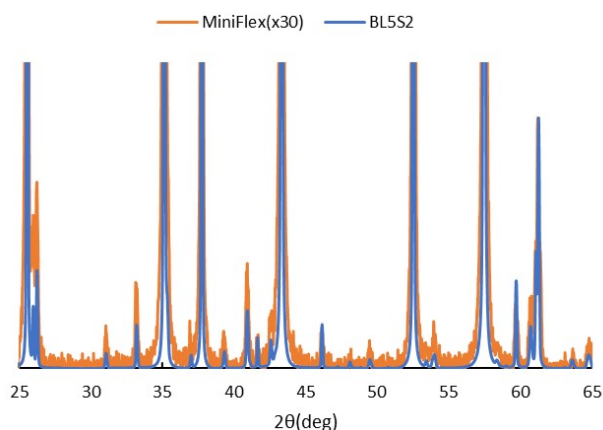


Fig.1 KP-921 の測定装置による XRD パターンの違い

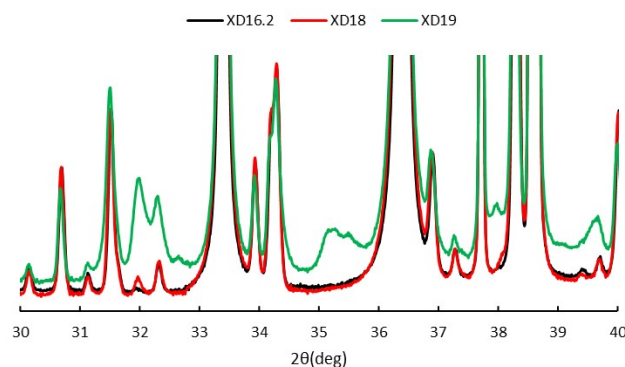


Fig.2 チタン化合物の同定