

ガラスマトリクス中に溶解及び担持された金属イオンの分析

Analysis of metal ions included in silica glass

福元豊

Fukumoto Yutaka

佐賀県工業技術センター

Industrial Technology Center of SAGA

1. 概要

シリカガラスにマグネシウム化合物が分散した 4 種類の試料について Mg K-edge XANES スペクトルを測定した。焼結による構造変化は確認することができたが、合成法の違いによる構造の差は確認できなかった。

(English)

We prepared four samples which made by different method each other. And we measured Mg K-edge XANES spectra in SAGA-LS (BL12). The results indicated to the structural change by heating with maintaining Mg(II) state. However we could not find any suggestions that coordination structure around Mg(II) ions were different between synthesis methods.

2. 背景と研究目的：

ガラスはとても安定な材料として広い分野で利用されている。ガラスを安定な担体として利用した例として、シリカガラスに希土類元素や半導体を分散させた長寿命な発光体や工業用の導電性材料が知られている。

我々は、水ガラスと金属塩を出発原料にしてシリカガラス中に金属イオンを分散させ、低温（50）で乾燥した時と高温で焼成した時（700）の金属状態の変化を明らかにすることを目的としている。

今回の測定では、シリカガラスにマグネシウム化合物が分散したサンプルと、ガラス表面にマグネシウム化合物を担持させたサンプルを準備した。それぞれのサンプルにおける結果から、マグネシウムイオンの存在場所による配位構造に違いを示す結果が得られることを期待している。

3. 実験内容：

測定には、酸化マグネシウム（MgO）と、MgO/PVA/SiO₂を用いた（PVA:ポリビニルアルコール）、MgO/PVA/SiO₂は、3通りの異なる合成手順で調整した；（1）マグネシウム塩、PVA及びSiO₂を同時に混合する方法、（2）PVAとSiO₂の混合物をマグネシウム塩水溶液に浸漬させる方法、（3）方法（1）で得た化合物をマグネシウ

ム塩水溶液に浸漬させる方法。それぞれの試料について、50 で乾燥させたものを得た。得られた化合物名をそれぞれ、化合物1、2及び3とする。方法（3）については、高温（700）で焼成させたものも得た（化合物4）。

試料はカーボンテープ上にまぶし、サンプルホルダーに貼りつけて測定に用いた。測定は全電子収量法により行い、Mgの電子状態を観察した。

4. 結果、および、考察：

MgO と乾燥体 1、2、3 を比較すると、1 は MgO とよく似たスペクトルだった。一方、2 と 3 はエッジピークはほぼ一致していたが、強度や高エネルギー側のスペクトルの形が大きく異なっていた。BL12 ではサンプルを直接カーボンテープに塗布するため、乗せ方や分散の仕方がスペクトルに大きく影響してくる。MgO、1 と 2、3 のスペクトルの差がそれらに起因するかどうかは定かではないが、今回の測定結果からは 1、2 及び 3 中のマグネシウムは Mg(II) で存在していることが示唆される。

3 の焼結体である 4 をみると、3 のスペクトルから大きく変化していた。エッジピークはほとんど変化していないが、1315 eV にエッジピークと同程度の強度を持つピークが現れた。エッジピークよりも高エネルギー側の領域にはマグネシウム周りの構造が影響している。従って、

焼結により水分や塩素が抜けて、Mg(II)を保持したままマグネシウム周りの構造が変化したと予想される。

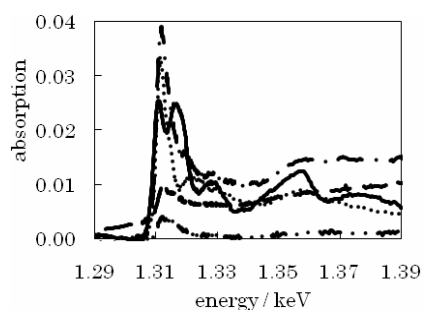


図 7: MgO と化合物 1 - 4 の Mg K-edge XANES スペクトル; 1 (---), 2 (- · -), 3 (· · ·), 4 (—), MgO (- · · -)

化合物 3 と 4 の比較から、焼結しても Mg(II) を保持しており、且つ構造変化が生じていることを明らかにすることができた。しかし、スペクトルからは、構造の違いが認められなかった。

5. 今後の課題:

今回は、BL12 を利用した初めての測定だったので、測定誤差も大きいと思われる。今後は、測定方法の習熟に努め、化合物 1 及び 2 の焼結体についても測定し、詳細を検討していきたい。

6. 論文発表状況・特許状況

特になし

7. 参考文献

特になし

8. キーワード

・ Mg K-edge XANES

