

Si 系セラミックスの有機-無機変換過程 の XANES による研究

The polycarbosilane-to-Si_xC_{1-x} conversion studied by XANES spectroscopy

鈴谷賢太郎¹、平尾法恵²、下山 巖²、関口哲弘²、馬場祐治²
岡村清人³、市川 宏⁴、鈴木謙爾⁵

1 JAEA-J-PARC、2 JAEA-量子ビーム、3 (株)超高温材料研究センター
4 (株)日本カーボン、5 (財)特殊無機材料研究所

シリコンと炭素を骨格とする高分子の熱分解によって SiC 繊維など様々な Si 系のセラミックス材料が合成されている。その材料物性は、前駆体高分子と有機-無機の変換過程である熱分解過程によって支配されるので、変換過程における構造変化の同定は極めて重要である。しかしながら、その過程における構造は、有機-無機、非晶質-結晶の入り混じった複雑な多相構造である。そこで、本研究では Si-K 吸収端での XANES スペクトルを測定することにより、その複雑な有機-無機の変換過程の観察を行った。試料は、原料のポリカルボシラン(PCS 信越化学製)を Ar 雰囲気中で 1200°C まで焼成した粉末状である。XANES スペクトルの測定は PF BL-27A において全電子収量法により行った。

右の図は、その熱分解 PCS と β -SiC、SiO₂(シリカガラス)の Si-K XANES スペクトルである。PCS は、600°C から 700°C 焼成の過程でスペクトルが大きく変化し(無機化の始まり)、また 900°C から 1000°C の過程で大きく変化する(無機化の終了)。生成したセラミックスのスペクトル(PCS 1000°C, 1200°C)は、 β -SiC と SiO₂ のスペクトルの和として表せるが、このセラミックス粉を HF 処理して再測定したところ SiO₂ 由来のピーク(1848 eV)は消えたので、表面に酸化層のある SiC が生成されたことが判明した。(余剰 C もあるはずなので、全体では Si_xC_{1-x} の組成)

