

Tb ドープ繊維状アルミナフィルムの PL 特性と Tb 配位構造の観察 XAFS Analysis of PL Efficient Tb Doped Alumina Film

阪東恭子^{1*}, 小平哲也¹, 小林英一², 岡島敏浩², 永井直文³, 水上富士夫¹

¹産業技術総合研究所、〒305-8565 つくば市東 1-1-1

²九州シンクロトロン光研究センター 〒841-0005 佐賀県鳥栖市弥生が丘八丁目 7 番地

³川研ファインケミカル、〒350-1151 埼玉県川越市今福 2835 番地

K.K. Bando¹, T. Kodaira¹, E. Kobayashi², T. Okajima², N. Nagai³, and F. Mizukami^{1,3}

¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Tsukuba, Ibaraki, Japan

²Kyushu Synchrotron Light Research Center, Tosu, Saga 841-0005, Japan

³Kawaken Fine Chemicals Co., Ltd., Chuoku, Tokyo 103-0012, Japan

1 はじめに

アルミナは、各種部材や触媒担体などに広く使われている、化学的に安定な優れた素材である。永井らが開発した、繊維状のアルミナ前駆体ナノ粒子(ペーメイドナノファイバー)からなるゾルは、自己組織化により、均一で透明な自立膜を作成することが可能で[1]、この特性を利用した用途開発に取り組んできている。本研究では、発光中心となるイオンとして Tb をドープさせた photoluminescence (PL) 特性を持つ自立膜について、PL 性能と Tb の添加量について XAFS による Tb 周りの構造解析と合わせて検討したので報告する。

2 実験

繊維状アルミナナノ粒子ゾルは、文献に従い調製した[1]。Tb は硝酸塩を前駆体として用いて、アルミナナノ粒子ゾルに Al に対し、Tb が 0.4, 5, 8 mol% になるように添加したもの 3 種類を調製した。このゾルを Al₂O₃ 濃度が 2.5 wt% になるように水で希釈したものをテフロン型に流して成膜し、60°C で 6 時間乾燥し、更に 650°C で 4 時間焼成した。PL 測定は成膜したサンプルをそのままホルダーに保持して、JASCO Spectrofluorometer FP-8500 を使い 241 nm で励起した時の蛍光強度として、測定した。Tb L_{III}-edge XAFS 測定も焼成したサンプルをビニールバッグに入れたものをそのままビームラインに持ち込み測定した。入射 X 線は Si(111) モノクロメーターにより分光し、イオンチャンバー-I₀ と I (I₀ は 100% N₂, I は 15% Ar+85% N₂ を流す) を用いて透過法により XAFS 測定した。XAFS のデータの解析には REX2000(リガク)を用いた。

3 結果および考察

Fig. 1 に Tb L_{III}-edge EXAFS($k^3\chi(k)$)のフーリエ変換を示す。Tb のドープ量が高い (Tb/Al = 5/95, 8/92) では、2 Å に強いメインピークが見られ、Tb/Al = 5/95 のサンプルではカーブフィッティング解析より Tb-O で配位数は約 6 であることが分かった。これに対

して、Tb のドープ量が低いサンプル (Tb/Al = 0.4/99.6) では、2.1 Å、2.8 Å に 2 本のピークが観測された。Tb-O に帰属されるものと推定されているが、高ドープ量の Tb に比べ、Tb-O 距離が長くなっていることが分かる。これらのサンプルについて PL 強度を比較した。241nm の励起光で励起した時 543 nm にもっとも強い発光が見られる。そこで、この 534 nm の強度をモニターしながら発光強度を測定した時、最大強度の比は Tb/Al = 0.4/99.6, 5/95, 8/92 のサンプルに対して、0.4 : 1 : 0.6 になる。これを、XAFS のエッジジャンプ強度でノーマライズすると、単位 Tb あたりの発光強度の比は 13 : 3 : 1 となり、最もドープ量の少ないサンプルが最も発光強度が強いことが分かり、Tb/Al = 0.4/99.6 の時の Tb の配位構造が高い発光性能を示す構造になっていることが分かった。今後、この活性な構造の解析を進めていく計画である。

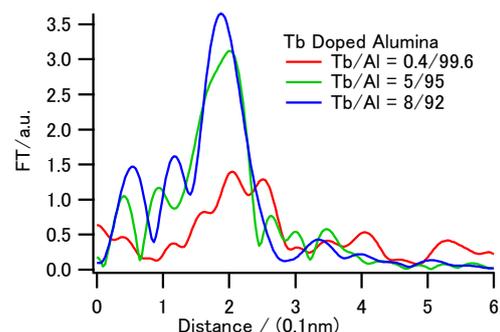


Fig.1 FT of Tb L_{III}-edge EXAFS $k^3\chi(k)$ of Tb doped alumina film.

謝辞

本研究は科研費基盤(C)(課題番号 24510162)の助成を受けて実施された。

参考文献

[1] N. Nagai, F. Mizukami, J. Mater. Chem., 21, 14884 (2011).

* kk.bando@aist.go.jp