

Tb ドープアルミナフィルムの Tb ドープ量による構造変化の違いの検討 In situ XAFS analysis of Tb Doped Alumina Film – Effect of Tb Density -

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。繊維状アルミナナノ粒子(ベーマイトナノファイバー)からなるゾルは、水溶液を乾燥させる過程で、繊維状粒子同士が自己組織化により配向し、その構造に由来すると考えられる特異な性質を示すことが分かってきた [1]。特に、希土類元素の Tb をドープして調製した自立膜は、発光 (PL) 特性を持ち、その特性が調製法で制御できる事が分かってきた[2]。本研究では、Tb のドープ量の異なる試料について、加熱処理条件下での in situ Tb L_{III}-edge XAFS を測定し、Tb ドープ量による構造変化の違いについて検討した。

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添加した。Tb は Al に対し原子比で 0.4 mol%と 5 mol%となるように調製した。このゾルをテフロン型枠に流して成膜し、60°Cで 6 時間乾燥したのち、粉碎しペレット状に再成型した。サンプルは in situ XAFS および XRD 同時測定用に新たに作ったチャンバー型セルにセットし[2]、He 流通下で 50°Cずつ階段状に昇温した。Tb L_{III}-edge XAFS 測定は PF BL12C で 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 0.4 mol%Tb ドープアルミナの Tb L_{III}-edge XANES を示す。昇温により吸収端エネルギーは変化しないが、ホワイトラインピークと第 2 ピークが減少していくのが分かる。この第 2 ピークの変化に関して、0.4 mol%Tb ドープアルミナと 5 mol%Tb ドープアルミナを比較したのが Fig.2 である。これを

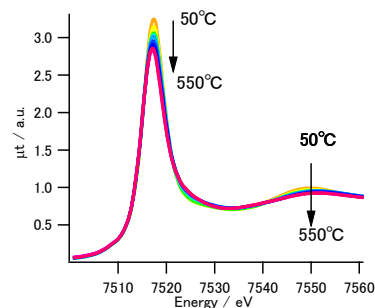


Fig. 1 Tb L_{III}-edge XANES for 0.4 mol% Tb doped alumina

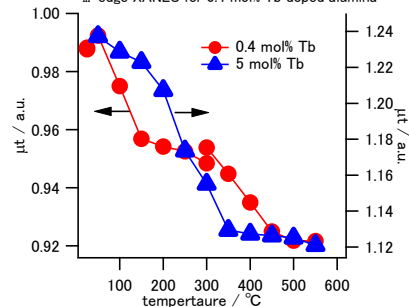


Fig.2 Change in the 2nd peak in XANES

みるとわかるように、5 mol%Tb ドープサンプルでは、350°Cで変化が終わり安定化するのに対し、0.4 mol% Tb ドープサンプルでは 450°Cまで変化が続いていくことが分かる。アルミナのベーマイトからγへの相変化が 350°C - 450°Cで起こることから、5 mol%Tb ドープアルミナでは、Tb はアルミナ内部に取り込まれることなく、表面上でナノクラスターを形成しているのに対し、0.4 mol%Tb ドープアルミナの Tb はアルミナの欠陥等に取り込まれている可能性が示唆された。

参考文献

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

[2] K. K. Bando, et al., ACS Division of Energy & Fuels, Reprints, 61 (2016)

* kk.bando@aist.go.jp