

# Tb ドープアルミナ蛍光材料の性能・構造へのアルミナ形状の影響の検討 In situ XAFS analysis of Tb Doped Alumina Film – Effect of Alumina Particle Shape

阪東恭子<sup>1\*</sup>, 小平哲也<sup>1</sup>, 小林英一<sup>2</sup>, 岡島敏浩<sup>2</sup>, 永井直文<sup>3</sup>

<sup>1</sup>産業技術総合研究所、〒305-8565 つくば市東 1-1-1

<sup>2</sup>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

<sup>3</sup>川研ファインケミカル、〒103-0012 東京都中央区日本橋堀留町 2 丁目 3 番 3 号

K.K. Bando<sup>1</sup>, T. Kodaira<sup>1</sup>, E. Kobayashi<sup>2</sup>, T. Okajima<sup>2</sup>, N. Nagai<sup>3</sup>

<sup>1</sup>National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Tsukuba, Ibaraki, Japan

<sup>2</sup>Kyushu Synchrotron Light Research Center, Tosu, Saga 841-0005, Japan

<sup>3</sup>Kawaken 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。近年、開発された形状制御されたアルミナナノ粒子からなるゾルは [1]、Tb 等の希土類元素をドーブし、乾燥焼成すると、高い発光 (PL) 性能を持つ素材になることが分かってきた[2]。本課題では、これまで主に繊維状の形状をもつアルミナを用いて、発光性能におよぼす調製条件の影響、及び発光活性点形成過程を in situ XAFS および XRD による観察を通して検討してきた[3]。本レポートでは、アルミナ源として、棒状のナノ粒子からなるゾルを用いて調製した Tb ドープアルミナに関して検討したのでその結果を報告する。

## 2 実験

棒状アルミナナノ粒子ゾル (川研ファインケミカル 10A) は、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>濃度が 2.5 wt%になるように希釈した水溶液を原液とし、これに、Tb の硝酸塩を前駆体として用いて、Tb が Al に対し原子比で 0.4 mol% となるように調製した。このゾルを 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ながら Tb L<sub>III</sub>-edge XAFS および XRD の同時測定を PF BL9A で行った。モノクロメーターは 2 結晶 Si(111)を用い、XAFS はイオンチャンバー-I<sub>0</sub> と I (I<sub>0</sub> は 100% N<sub>2</sub>, I は 15% Ar+85%N<sub>2</sub> を流す) を用いた透過法により測定した。XRD は、透過 X 線に対して 2θ = 32° に取り付けられたセルの窓から散乱される X 線を MSSD を用いて測定することで得た。データの解析には REX2000(リガク)を用いた。

## 3 結果および考察

XAFS および XRD の同時測定に先だち、調製したサンプルの PL 測定を行った (JASCO FP-8500)。

励起光には 241 nm の UV 光を用いて、Tb の f-f 遷移により放出される 534 nm の PL 光の強度で比較すると、以前検討した繊維状アルミナゾル (川研ファインケミカル F1000) に 0.4mol% Tb をドーブしたサンプルに比べ[3]、高い発光性能を示した。図 1 には、各温度で測定した Tb L<sub>III</sub>-edge XANES の 7552.3 eV の吸光度の強度変化と、XRD の 11928 eV (d = 0.188 nm)の散乱 X 線の強度変化を示す。アルミナのベーマイトから γ への変化は、400°C でほぼ完了しているのに対して、Tb の局所構造変化に由来する XANES の変化は 500°C まで観測された。繊維状アルミナを母材としたときは、Tb の局所構造変化はより低温(450°C 程度)で完了していたことから[3]、アルミナ形状の違いが、Tb の活性な構造の形成過程に影響を与えていることが示唆された。

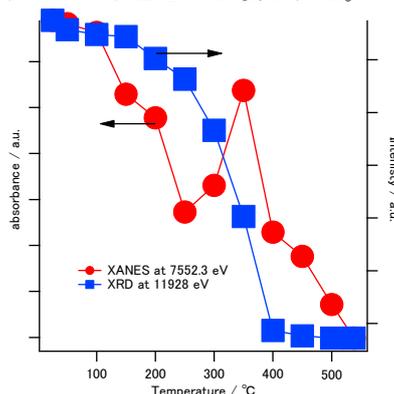


図 1 Tb L<sub>III</sub>-edge XANES の第 2 ピーク (7552.3 eV) と XRD (11928 eV) の強度変化。

## 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**, 77 (2016)
  - [3] 阪東恭子, 他, *PF Activity Report 2015*, **33**, 34 (2016)
- \* kk.bando@aist.go.jp