

# Electro Luminescence 特性を持つ Tb ドープ繊維状アルミナナノ粒子ゾルの XAFS 解析

## XAFS Analysis of Electro Luminescent Tb Doped Alumina Nanofiber Sol

阪東恭子<sup>1\*</sup>, 鈴木洋平<sup>2</sup>, 井原和昭<sup>2</sup>, 永井直文<sup>2</sup>, 高島 浩<sup>1</sup>, 小平哲也<sup>1</sup>, 伯田幸也<sup>1</sup>, 水上富士夫<sup>1</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>川研ファインケミカル、〒350-1151 埼玉県川越市今福 2835 番地

### 1 はじめに

無機 Electroluminescence (EL) 材料は、化学的な安定性が高い長寿命なデバイスを低価格で構成することが可能であるが、有機 EL に比べ、成形性に乏しく、膜成形が困難であった。これに対して、永井らは、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)からなるゾルから、自己組織化により、均一で透明な自立膜を作成することに成功した[1]。更にこのゾルに Tb を分散させて成膜した自立膜では、交流電圧を印加することで、膜全体を緑色に面発光する EL 性能を発現させることに成功した(永井ら、セラミクス協会 第 24 回秋季シンポジウム, 札幌, 2011 年 9 月 9 日)。更に輝度を向上させるためには、EL 発光の活性点の構造を正確に捉え、発光点構造形成に関わるメカニズムを解明し、活性構造が発現する条件を明確にとらえることが不可欠となってくる。Tb ドープアルミナ自立膜では、成膜後の加熱処理温度により発光効率が大きく変わることが見出されており、最も発光効率の高い構造を見出すこと、また、その生成過程を明らかにすることは、今後の材料設計に重要な指針を与えるものと期待される。本研究では、各種前処理を行った Tb ドープアルミナ自立膜の Tb L<sub>III</sub>-edge XAFS を測定し、Tb 周りの構造について検討した。

### 2 実験

繊維状アルミナナノ粒子ゾルは、文献に従い調整した[1]。Tb は硝酸塩を用いて、アルミナナノ粒子ゾルに Al に対し、Tb が 5 mol% になるように添加し、膜成形した。この自立膜を焼成温度 773, 1073, 1173, 1273 K で 6 時間焼成したものを、EL 性能の評価したのち、粉碎しペレット状に成形して、室温大気下で XAFS 測定を行った。XAFS 測定は Si(111)モノクロメータを用いた BL7C, 9C, 12C を利用し、ステップスキニングで測定した。データの解析には REX2000(理学)を用い、解析パラメーターは feff(ワシントン大学)を利用した。

### 3 結果および考察

Tb ドープアルミナナノ粒子ゾルの自立膜の EL 性能評価を行ったところ、膜形成後の焼成処理温度で

EL 性能が変化することが分かった。4 種類の焼成温度の中で、1073 K で処理したものが最も高い輝度を示すことが分かった。この時各サンプルについて測定した Tb L<sub>III</sub>-edge XANES を比較すると、エッジ位置、ホワイトライン強度ともほとんど差が見られず、Tb は 3 価で存在することが確認できた。更に EXAFS ( $k^3\chi(k)$  のフーリエ変換) を図 1 に示す。焼成温度の上昇とともに、Tb-O に帰属されるメインピークの強度は減少し、カーブフィット解析を行うと、配位数、Tb-O 距離共に減少していることが分かった。今後、Tb 周りの配位構造の変化とアルミナ側の構造変化を対応させた解析を行い、より詳細な情報を得ることを目指す予定である。

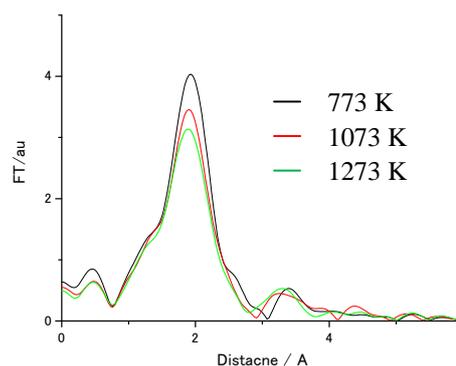


図 1 : 各焼成温度で処理した Tb ドープアルミナナノ粒子ゾルの Tb L<sub>III</sub>-edge EXAFS のフーリエ変換

### 謝辞

本研究は、NEDO ナノテク・先端部材実用化研究開発/形状制御されたアルミナナノ粒子ゾルの実生産のための基盤技術の確立と用途開発の支援を受けて実施された。

### 参考文献

[1] N. Nagai, F. Mizukami, *J. Mater. Chem.*, **21**, 14884-14889 (2011)..

\* kk.bando@aist.go.jp