

## Tb ドープ繊維状アルミナフィルム中の Tb, Al の XAFS 観察 XAFS Analysis of Tb Doped Alumina Film

阪東恭子<sup>1\*</sup>, 小林英一<sup>2</sup>, 岡島敏浩<sup>2</sup>, 小平哲也<sup>1</sup>, 伯田幸也<sup>1</sup>, 高島 浩<sup>1</sup>, 永井直文<sup>3</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>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、〒350-1151 埼玉県川越市今福 2835 番地

K.K. Bando<sup>1</sup>, E. Kobayashi<sup>2</sup>, T. Okajima<sup>2</sup>, T. Kodaira<sup>1</sup>, Y. Hakuta<sup>1</sup>, H. Takashima<sup>1</sup>, N. Nagai<sup>3</sup>,  
and F. Mizukami<sup>1,3</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、化学的に安定で、耐熱性、絶縁性等に優れ、各種部材や触媒担体など多様な用途にすでに利用されてきている。このような中で、近年、永井らは、繊維状のアルミナ前駆体ナノ粒子(ベーマイトナノファイバー)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を見出し、現行の有機 EL に比べ、耐久性、耐熱性、耐気候性に優れた新素材開発につながる可能性が期待されている[2]。本研究課題では、EL 発光の活性点の構造を正確に捉えるとともに、発光点構造形成に関わるメカニズムを解明することを目指して、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, Al K-edge XAFS を測定し検討した。

### 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た。このゾルを用いて室温で膜成形した後、空气中で 6 時間焼成したものを測定に用いた。焼成温度 773K から 1273 K の間の温度に設定した。Tb L<sub>III</sub>-edge に関しては焼成したサンプルを BL9C で室温大気下で XAFS 測定し、Al K-edge に関しては、PF BL11A および UVSOR BL2 において、焼成済みサンプルを真空チャンバーにセットし、全電子収量により行った。EXAFS 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<sub>III</sub>-edge EXAFS から得られた、Tb-O の配位数を示す。おおよその傾向として、焼成温度が高くなると、配位数が減少することが分かる。

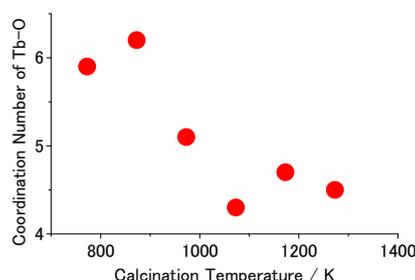


Fig.1 Coordination number of Tb-O for Tb doped Alumina film calcinated at various temperature.

XRD 測定からは 473 K – 1173 K の処理条件では  $\gamma$  であることが確認されたが、Al K-edge XANES に関しては、773 K から 1173 K に処理温度が上がるにつれ、1566.5 eV のピーク強度が増すことが分かった。これはレファレンスとして測定したサファイア ( $\alpha$ -アルミナ) ピークの値(1567 eV)から考えると、ちょうど 6 配位のピークと 4 配位のピークの間であり、標準的な  $\gamma$ -アルミナにおける XANES[3]と比べ、全く異なる吸収端構造を示すことが分かった。Tb のドープによる Al K-edge への影響は認められなかった。以上の事から、Tb はアルミナ粒子の外表面の特異なサイトに固定化されている可能性が示唆されるが、Tb-O の配位数の変化とアルミナの構造変化の対応について等、今後検討を進める計画である。

### 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).
- [2] 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
- [3] K. Shimizu et al., Chem. Comm., 1618 (1999).

\* kk.bando@aist.go.jp