

再沈法を用いた Eu 錯体コロイド含有シリカガラスの耐光性改善

Stable Eu Complex Embedded in Silica Glass by Reprecipitation Method

八巻 建樹、[○]福田 武司、鎌田 憲彦、本多 善太郎 (埼玉大学)

Tatsuki Yamaki, [○]Takeshi Fukuda, Norihiko Kamata, Zentaro Honda (Saitama Univ.)

E-mail: s14mp233@mail.saitama-u.ac.jp

【序論】 これまでに有機錯体の耐久性を改善するために、再沈法によるナノコロイド化とゾル-ゲル法で形成する無機薄膜中への分散などが試みられてきた。再沈法は塩基性条件下でナノ粒子を形成しやすいが、熱処理時に中にクラックが入り、Eu 錯体含有シリカ膜を形成できないという問題がある。本研究では、再沈法で Eu 錯体コロイドを形成後に、水溶液の pH を変化させることで、ナノ粒子化と緻密なゾル-ゲルシリカガラス膜作製による耐光性改善を試みた。

【実験】 アンモニア水溶液で pH を任意に調整した蒸留水を激しく攪拌し、pH を試料 A : 7, B : 10, C : 4 とした。その後、1 mg/mL の Eu(TTA)₃phen の *N,N*-Dimethylformamide 溶液を滴下し、ナノ粒子懸濁液を得た。次にゾル-ゲルガラスの前駆体として Phenyltrimethoxysilane, Diethoxydimethylsilane, 前述のナノ粒子懸濁液を混合し、酢酸を滴下して pH を 4 に調整した後に 200 rpm, 80°C, 2 時間の条件で加熱攪拌した。試薬の比率は PTMS : DEDMS : 蒸留水 = 1 : 0.5 : 15 とした。反応後、ガラス基板に 200 μ L キャストし、電気炉で 130°C、5 時間熱処理することで Eu 錯体のナノ粒子を含有したゾル-ゲルシリカ膜を得た。最後に得られたゾル-ゲル膜の耐光性を UV 照射時間と PL 強度の関係で評価した。

【結果】 Fig. 1 に得られた膜の写真を示す。ゾル-ゲル反応段階で pH を 4 に調整することでクラックのない透明な膜を得ることに成功した。また、試料 A~C に紫外光を連続照射時の蛍光強度の経時変化を Fig. 2 に示す。試料 A や C と比較して試料 B で高い耐光性を得た。これは塩基性条件下で再沈法を行うことで、粒子径の小さい Eu(TTA)₃phen が生成されたためと考えられる。

【結論】 再沈法を塩基性条件下で行い、ゾルゲル反応を酸性条件下で行うことでクラックのない透明な膜を得られ、更に高い耐光性を獲得することができた。

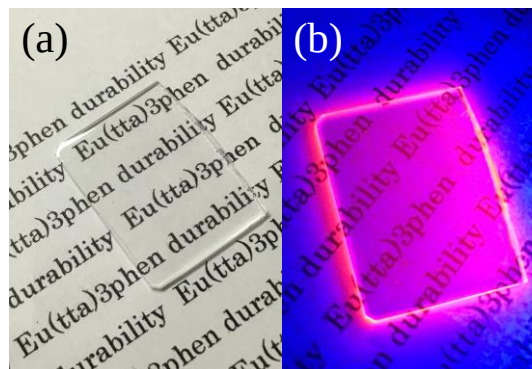


Fig. 1 Eu(TTA)₃phen ゾル-ゲルシリカ膜

(a : 室内光下 b : UV 下)

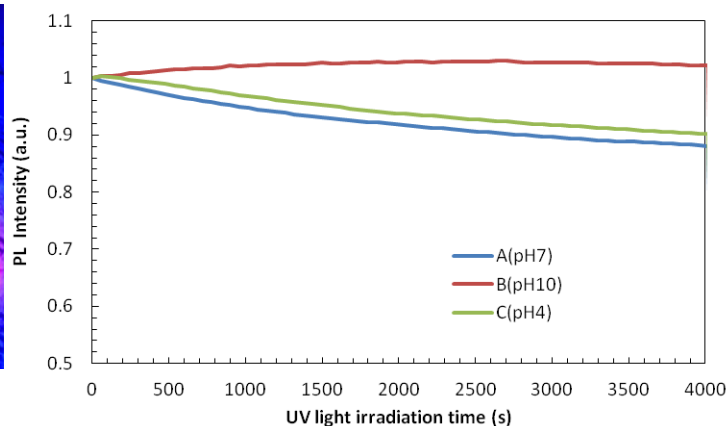


Fig. 2 UV 照射時間と相対 PL 強度