

Ag 形ゼオライトの冷却過程における PL と XAFS のその場同時測定

In-situ Photoluminescence & XAFS study of Ag-type zeolite at cooling process

弘前大院理工 [○]山内一真, 鈴木裕史, 米谷陸杜, 宮永崇史

Grad. Sch. of Sci. & Technol., Hirosaki Univ.

[○]Kazuma Yamauchi, Yushi Suzuki, Rikuto Yoneya, Takafumi Miyanaga

E-mail: uc@hirosaki-u.ac.jp

【緒言】 銀をゼオライトにドープした銀形ゼオライトは、加熱等の処理により強いフォトルミネッセンス (PL) を発現する[1]。この材料はレアアースを使用しないため、様々な応用が期待されている。我々はX線吸収端微細構造測定(XAFS)と赤外吸収測定(IR)を用いてPL発現機構の解明を試みてきた。その結果、加熱により銀クラスターが形成されることを確認し、またPLが観測される条件ではクラスターが完全に崩壊していることを解明した[2]。さらに、この時ゼオライト骨格振動に変化が現れていることをIRスペクトルから確認した[3]。また、XAFSの測定条件と対応させるためにAg形ゼオライトをNa形ゼオライトで希釈した試料でPL測定を行った。その結果、希釈していないAg形ゼオライトと同様にAgイオンの動きを観測することができた。PLの強度は冷却直後の時間変化とともに強くなり、その過程はXAFSの変化とよく対応していた[4]。そこで、今回は冷却直後のAg⁺イオンの動きをより正確に観測するために紫外線とX線の二つの光を同時に照射し、PLとXAFSをその場同時測定した。また、PLのメインピークに最適な波長として313 nmの励起光を採用した。

【実験方法】 Ag形ゼオライト試料はNa形ゼオライト[東ソー株式会社製]A, X, Yの3種類を使い、それぞれイオン交換法(0.1M硝酸銀水溶液, 25°C, 24時間浸漬)により作成された。Ag形とNa形ゼオライトを質量比1:9で混合希釈したものを試料とした。試料を400, 600°Cで3~24h加熱し、冷却開始直後からのPLとXAFSを同時測定した。PL測定は、励起光源に低圧水銀灯(SAN-EI ELECTRIC社製 UVF-203S)と313 nmバンドパスフィルターを用い、マルチチャンネル分光器(Photon Control, KLV社製)にて観測した。XAFS測定は高エネルギー加速器研究機構(KEK)放射光研究施設(PF-AR)のNW10Aにて蛍光法で行った(測定吸収端はAg-K: 25.5keV)。 XAFSスペクトルの解析はAthenaとArtemis [5]を用いた。

【結果】 Na形で希釈したAg形X型ゼオライトを400°C・24h加熱し、冷却開始2分後からのPL[Fig.1]と $\chi(k)$ [Fig.2]スペクトルを下図に示す。PLは冷却開始12分後までエネルギーを変えずに強度が増え続けている(Fig.1)。 $\chi(k)$ スペクトルの3~4.5 k/Å⁻¹付近を見ると、冷却開始2分後ではクラスターが存在しており、13分後には崩壊していることが確認できる。さらに、その間連続的に変化していることも確認できる(Fig.2)。PL強度変化と $\chi(k)$ の変化を比較すると、クラスターの崩壊とPL強度が対応していることが明らかである。この結果はXAFSとPLの同時測定により、冷却直後のAg⁺イオンの動きを観測することができたことを示す。詳しくは当日報告する。

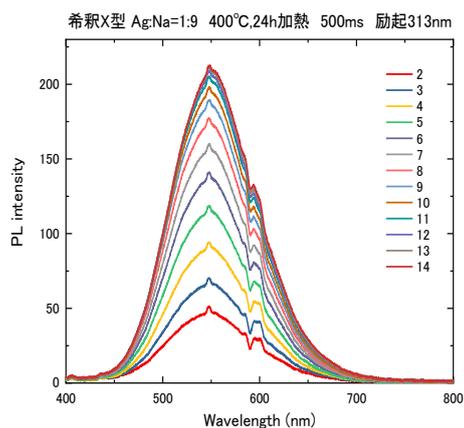


Fig.2 希釈した Ag-X 型ゼオライトによる

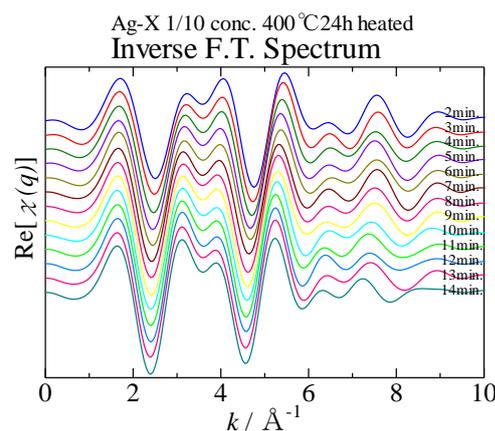


Fig.1 希釈した Ag-X 型ゼオライトによる $k^2\chi(k)$ スペクトル

[1] H. Hoshino, Y. Sannohe, Y. Suzuki, T. Azuhata, T. Miyanaga, K. Yaginuma, M. Itho, T. Shigeno, Y. Osawa, Y. Kimura, J. Phys. Soc. Jpn., Vol. 77, No. 6, 2008, 064712-1 - 064712-7.

[2]: A. Nakamura, M. Narita, S. Narita, Y. Suzuki, T. Miyanaga, Journal of Physics: Conference Series 502 (2014), Apr. 2014, 012033-1 - 012033-4.

[3]: S. Narita, T. Miyanaga, and Y. Suzuki, Adv. Appl. Phys., Vol. 4, 2016, no. 1, 13-22.

[4]: K. Yamauchi et al. 第44回応用物理学会春季学術講演 17p-F202-6

[5] <http://bruceravel.github.io/demeter/>