

ゾル-ゲル $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$ ガラスの熱処理過程における有機残留物の熱分解と Ge^{2+} 中心の生成

(鈴鹿高専¹・立命館大学²・新居浜高専³) ○和田 憲幸¹・岡本 吉晃¹・眞田 智衛²・小島 一男²・朝日 太郎³

Thermal decomposition of organic residues and formation of Ge^{2+} center in heating process on sol-gel derived $\text{GeO}_2\text{-SiO}_2$ glasses (¹National Institute Technology, Suzuka College, ²Ritsumeikan University, ³National Institute Technology, Niihama College) ○Noriyuki Wada¹, Yoshiaki Okamoto¹, Tomoe Sanada², Kazuo Kojima², Taro Asahi³

Ge^{2+} center strongly absorbs ultraviolet light (250 nm) and therefore it is expected to an activating assistance for phosphors. Here, in the heating process of $(100-x)\text{GeO}_2\text{-}x\text{SiO}_2$ gels ($x = 0\text{-}100$ (mol%)) prepared by a sol-gel method, the thermal decomposition of organic residues and the formation of Ge^{2+} center were investigated by thermal analysis, infrared spectroscopy, and fluorescence spectroscopy. For $80\text{GeO}_2\text{-}20\text{SiO}_2$ gel, organic residues easily reformed and remained as a coke in the heating process. In addition, the heat-treatment could be performed at the temperature where the maximum reducing action of the coke could occur avoiding the crystallization of the gel. Consequently, the $80\text{GeO}_2\text{-}20\text{SiO}_2$ glass had the maximum concentration and fluorescence intensity of Ge^{2+} center.

Keywords : Sol-Gel Method; Glass; Oxygen Deficient Defect; Thermal Decomposition; Organic Residue

Ge^{2+} 中心¹⁾は蛍光体の賦活助剤となり、それを高濃度を含むガラスは蛍光体のホスト材料として期待できる。しかし、 Ge^{2+} 中心の生成過程は明らかになっていない。ここでは、ゾル-ゲル法で作製した $(100-x)\text{GeO}_2\text{-}x\text{SiO}_2$ 乾燥ゲル ($x\text{Ge}$, $x = 0\sim 100$ mol%) の熱処理過程における残留有機物の改質・熱分解、 Ge^{2+} 中心の生成および最適ガラス組成を調査した。乾燥ゲルに残留した出発原料のエタノールおよび 1-ブタノールが、熱処理過程の $300\sim 600$ °C においてアルデヒドやケトンに、 $600\sim 700$ °C においてコークスに改質された²⁾。熱処理した 80Ge の蛍光・励起スペクトルを Fig. 1 に示す。 640 °C 以上では、 Ge^{2+} 中心の励起バンド A、B および蛍光バンド a、b が出現し¹⁾、 640 および 712 °C では、炭素置換欠陥に関係したブロードな蛍光バンド c が出現した³⁾。コークスや炭素置換欠陥の生成と共に Ge^{2+} 中

心が生じたことから、コークスの還元作用で Ge^{2+} 中心が生じたと考えられる。本研究では $80\text{GeO}_2\text{-}20\text{SiO}_2$ ガラスが最大の Ge^{2+} 中心の濃度と蛍光強度を有した。

1) H. Hosono *et al.*, *Phys. Rev. B*, **1992**, 46, 11445.; 2) A. D. Michele *et al.* *Int. J. Hydrogen Energy*, **2019**, 44, 952.; 3) W. H. Green *et al.*, *Science*, **1997**, 276, 1826.

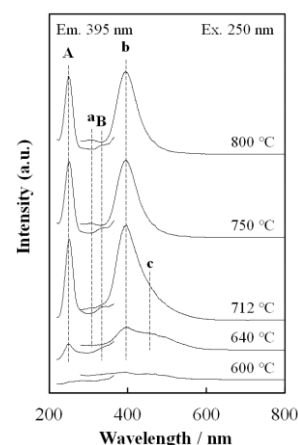


Fig. 1. Excitation and fluorescence spectra of 80Ge heat-treated at various temperatures.