第68回応用物理学会春季学術講演会 講演予稿集 (2021 オンライン開催)

亜鉛形ゼオライトにおける PL の置換温度依存性

Ion-exchange temperature dependence of zinc type zeolite PL

弘前大院理工　○大川内雅斗　　宮永崇史　鈴木裕史

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

○Masato Ookawauchi , Takafumi Miyanaga , Yushi Suzuki

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。我々は様々な測定方法を用いて PL 発現機構の解明を試みてきた。そして、X 線吸収端微細構造分析(XAFS)により加熱等の処理中 Ag クラスターが形成され、PL が観測される大気共存下・室温において形成されたクラスターが崩壊していることを解明した[2]。このことから、ゼオライトの PL の原因は Ag クラスターによるものではない事が明らかになった。そこで、銀以外の添加元素について PL 発現の有無を探索し、亜鉛をドープすることでも PL が発現することを確認した。さらに、エレクトロンプローブマイクロアナライザ(EPMA)により、置換する条件によって亜鉛の置換量が異なっている事が分かった。本実験では、最適な置換条件を解明するために、置換時の温度を変化させる。また、EPMA 測定と PL 測定を比較し最適な置換条件を解明する。

[実験方法]

Zn 形ゼオライト粉末試料は市販の Na-X 型ゼオライト[東ソー株式会社製、合成ゼオライト]を用い、イオン交換法の条件として酢酸亜鉛水溶液を用い、濃度を 0.1M、温度を 25℃、浸漬する時間を 24h、大気中で風乾する時間を 24h として作成した。

PL 測定は、試料を 300℃で 3h 加熱し、加熱終了後 30 分経過した後に分光蛍光光度計(F-2700 形 分光蛍光光度計 日立ハイテクサイエンス社製)を用い行った。

EPMA 測定は、室温で硬化するエポキシ樹脂で封入し、研磨することで粒子断面を露出させエネルギー分散型 EPMA(EDS)で測定を行った。

[結果]

Fig.1 に 40℃,50℃,60℃,70℃の酢酸亜鉛水溶(0.1M)に 24h 浸漬することにより作成し、300℃で 3h 加熱した後 30 分経過した Zn 形 X 型試料の 3D-PL スペクトルを示す。今回測定された PL の強度は、置換するときの温度が上がるにつれて強くなった。これは、温度を上げることで亜鉛の置換率が大きくなっているため、であると予想される。また、40,50℃では励起波長が 270nm 付近にピーク(蛍光波長:450nm 付近)が見られる。それに対して、60,70℃では励起波長が 255nm 付近にピーク(蛍光波長:410nm 付近)が見られる。PL のピークは酸化亜鉛のナノ粒子による PL (EX:320 nm で EM: 380 nm) [4] とは一致せず、亜鉛形ゼオライト固有の PL であると考えられる。また、EPMA による亜鉛の置換量の変化は現在測定中である。EPMA と PL のデータを比較することで最適な PL 条件を解明できると予想される。詳細は発表当日に報告する。

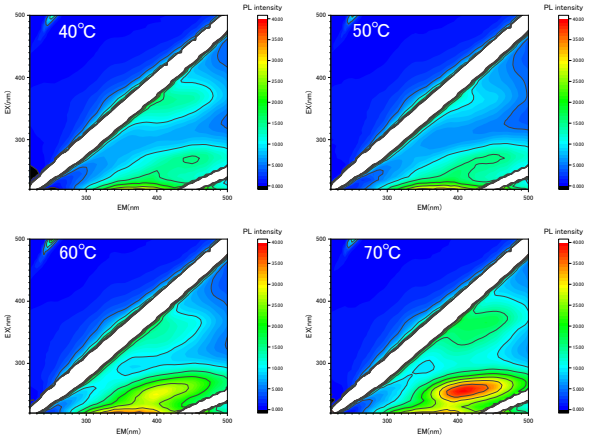

Fig.1 3D-PL spectrum of Zn type zeolite X. ion-exchange concentration is 0.1 M and ion-exchange temperature is 40℃,50℃,60℃,70℃ and heating temperature is 300℃ and heating time is 3h

[1] H. Hoshino, Y. Sannnohe, 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]大川内 雅斗 等 ,14a-D215-6, 2020 年 第 67 回 応用物理学会春期学術講演会

[4] M.E. Koleva, A.Og. Dikovska, N.N. Nedyalkov, P.A.Atanasov, I.A. Bliznakova Applied Surface Science Volume 258, Issue 23, 15 September 2012, Pages 9181-9185

© 2021年 応用物理学会