

クロム添加酸化チタンの発光特性に及ぼす原料粉末の影響

Effect of Raw Powder and Atmosphere on Luminescence Properties of Chromium-Doped Titanium Dioxide

松本崇祥¹⁾

指導教員 黒木雄一郎¹⁾

1) サレジオ工業高等専門学校 機械電子工学科 電子セラミック研究室

キーワード：酸化チタン, 赤外発光, クロム添加

1. 緒言

酸化チタン(TiO_2)は、温度や圧力に応じて、ルチル、アナターゼ、ブルッカイトの三種類の結晶構造になることが知られている。ルチル型とアナターゼ型は古くから白色顔料として利用されてきた。また、本多・藤嶋効果[1]が発見されてからは、アナターゼ型酸化チタンの高い光触媒特性が注目され、建築用外装や自動車・浴室におけるコーティング等に幅広く産業展開されている。近年、株式会社信光社の特許において、酸化チタンにクロムを添加することにより赤外発光が得られることが報告された[2]。

セキュリティインクは、偽造防止技術として世界的に注目されている[3]。従来のセキュリティインクは、紫外線を照射し、可視光を発光するため、使用箇所を視認できる。しかし、酸化チタンにクロムを添加した粉末は、目視できない赤外線発光をするため、偽造防止効果の高いセキュリティインクへの応用が期待できる。著者が所属する研究室では、チタンとクロムを金属元素比 $\text{Ti}:\text{Cr} = 99.925:0.075$ で混合し、 1100°C 、2 時間で熱処理を行った粉末から強い赤外発光が得られることを報告してきた。本研究では、クロム添加酸化チタン合成時の、原料粉末の違いによる赤外発光への影響を調査することを目的とする。

2. 方法

原料粉末による赤外発光への影響

(1) 試料の合成

2種類のメーカーの酸化チタン((a)高純度化学研究所株式会社、(b)株式会社東邦チタニウム)を用意し、それぞれ(i)無添加の場合と(ii)クロムを添加した場合の計4種類の試料を用意した。

(i) 無添加の場合

それぞれの粉末を 1100°C 、2 時間、空气中で電气管状炉を用いて熱処理した。

(ii) クロムを添加した場合

それぞれの粉末について、酸化チタンと硝酸クロム(III)九水和物を金属元素比が $99.925:0.075$ となるように秤量した。酸化チタンを、乳鉢を用いて精製水に浸し、精製水に溶解させた硝酸クロム九水和物を加え、2 時間湿式混合を行った。乾燥後、得られた混合粉を電气管状炉で熱処理した。熱処理の条件は、無添加と同様、 1100°C 、2 時間、空气中とした。

(2) 結晶相の同定

得られた試料について X 線回折装置を用いて結晶相の同定を行った。

(3) 赤外発光特性

得られた試料について発光特性をフォトルミネッセンス(PL)測定装置により調査した。励起光として He-Cd レーザー(波長 325nm)を用いた。

3. 結果

生成した粉末試料について結晶相の同定を行った結果、わずかにアナターゼ型が検出されたが、主相はルチル型であることを確認した。図 1 は無添加、熱処理前の試料の PL スペクトルである。570nm 付近にアナターゼによるピークがみられた。高純度科学研究所の酸化チタン粉末のほうがわずかに強い発光強度を示した。430nm 付近にもピークが見られたが、詳細は不明である。図 2 は無添加、熱処理後の試料の PL スペクトルである。熱処理前の 570nm 付近のピークは消失し、830nm 付近に微弱な発光ピークがみられた。図 3 はクロム添加、熱処理後の試料の PL スペクトルである。いずれの試料においても波長 830nm 付近に強い発光ピークが確認された。以上の結果から、異なる 2 つのメーカーの原料粉末を使用しても赤外発光にはほとんど影響ないことがわかった。

4. 結言

クロム添加酸化チタン合成時の原料粉末の違いによる赤外発光への影響を調査した。この結果、異なる 2 つのメーカーの原料粉末を用いて PL スペクトルを測定したが、原料粉末のメーカーの違いは赤外発光にはほとんど影響ないことがわかった。

5. 今後の予定

PL 測定について、露光時間や積算回数を最適化し、ノイズが少ないデータを得る。また、赤外発光の原因として考えられている酸素空孔を増加し発光強度を増加されることを目指す。そのために、炉内の雰囲気還元雰囲気として熱処理を行う。得られた試料について、X 線回折および PL の測定を行い、結晶構造や発光特性について評価する。

参考文献

- [1] A.Fujishima, K. Honda, Nature, 238 (1972) 37.
- [2] 特開 2010-53213 「蛍光発光材料およびその製造方法」(株式会社信光社)
- [3] P. Kumar, J. Dwivedi, and B.K Gupta, J.Master. Chem. C,2(2014) 10468.

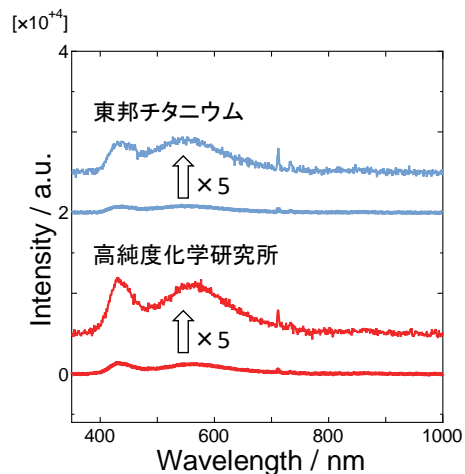


図 1 無添加、熱処理前試料の PL スペクトル

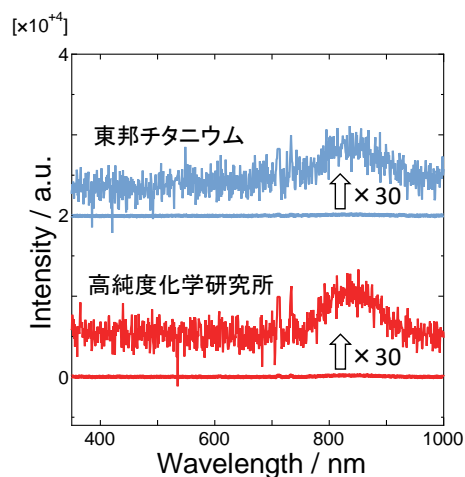


図 2 無添加、熱処理済み試料の PL スペクトル

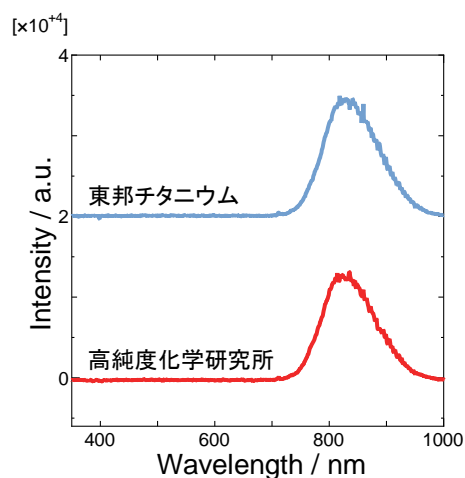


図 3 クロムを添加、熱処理済み試料の PL スペクトル