

# 新規蛍光体酸化物の低温・短時間合成のための電気炉の改良と発光特性向上に向けた取り組み

前田真志<sup>1</sup>, 紙本小夏<sup>1</sup>, 古田吉雄<sup>2</sup>, 中野裕美<sup>1</sup>

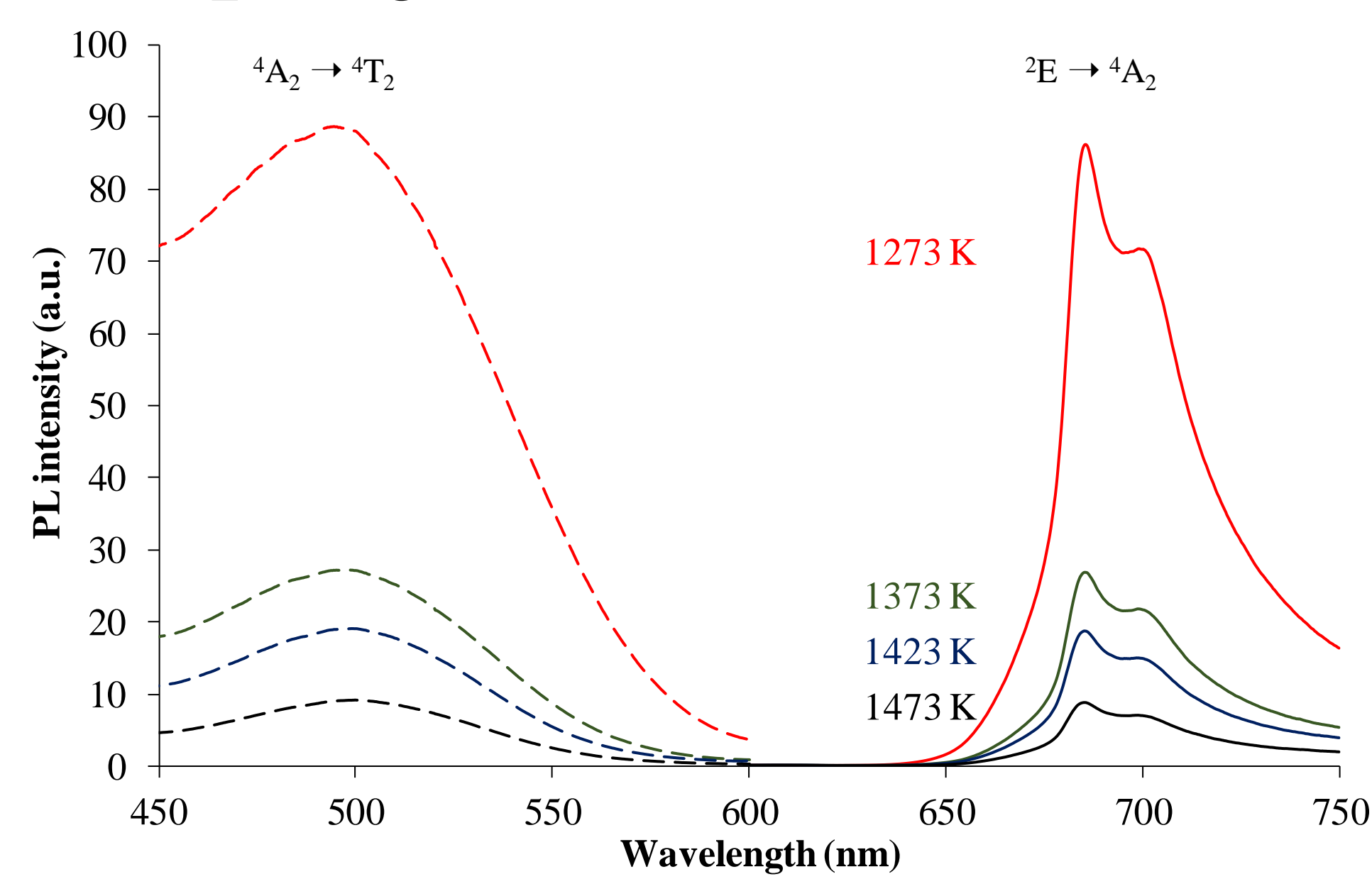
<sup>1</sup>豊橋技術科学大学, <sup>2</sup>フルテック(株)

**背景:** 近年、様々な低温・短時間合成のために、多様な焼成炉の開発が進んでいる。著者らは、フルテック(株)との共同研究により、比較的低い加圧により反応場を変化させることのできる電気炉(加圧ガス雰囲気炉)を改良し、蛍光体合成に及ぼす酸素分圧の影響、圧力場による短時間合成を検討した。この電気炉の性能を最大限引出し、反応メカニズムを明確にすることにより、より多くの材料に展開でき、社会的にも需要が高いと考えている。

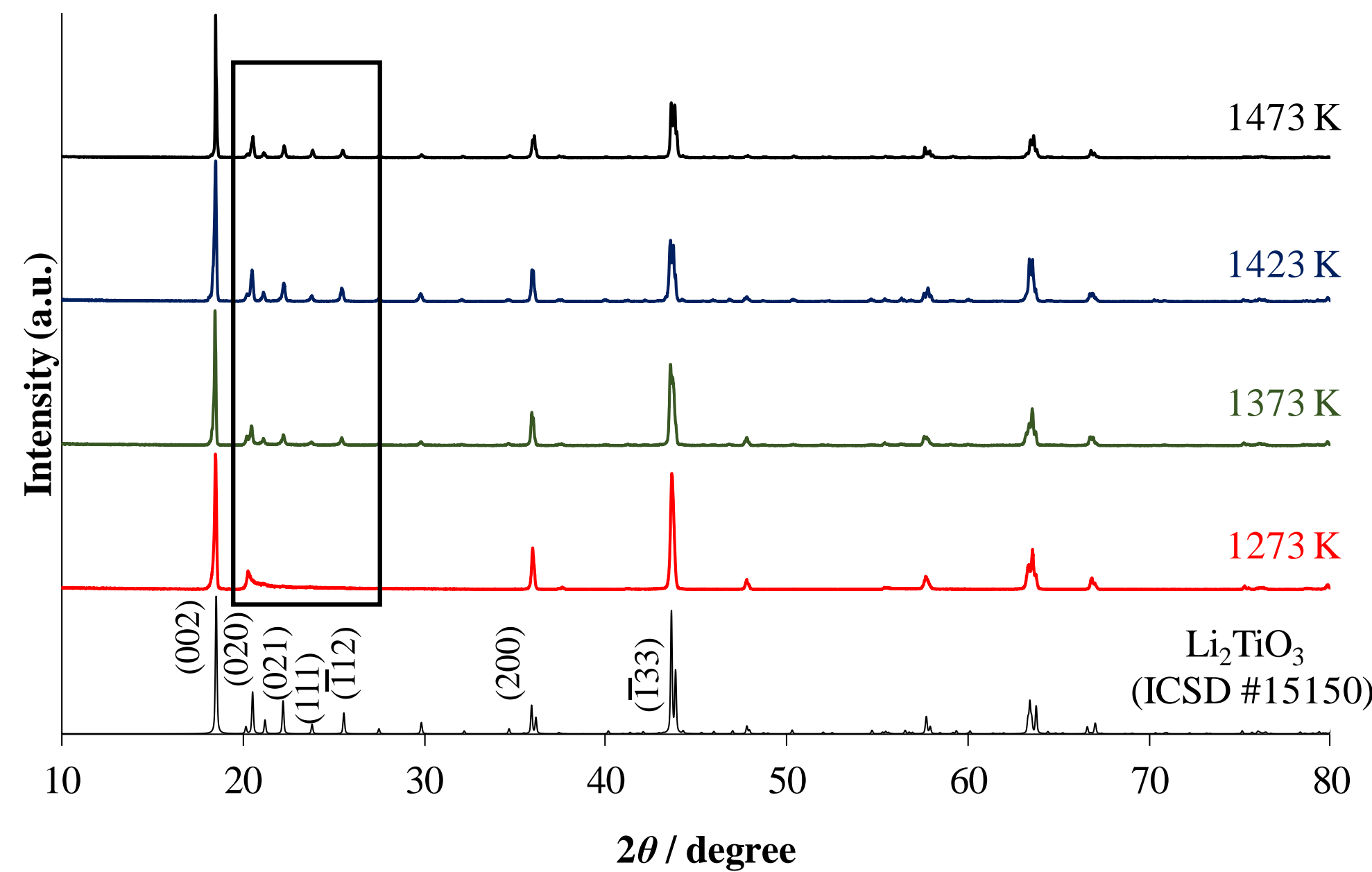
**結果:** Mn系蛍光体は、Mn<sup>2+</sup>とMn<sup>4+</sup>が発光する報告がある。今回、Mn<sup>4+</sup>を賦活剤として用いた新規蛍光体材料の発光特性を向上させるため、組成や合成条件を変え、実験を行った。Mn<sup>4+</sup>蛍光体はMn<sup>3+</sup>になりやすく、Mn<sup>3+</sup>は発光を示さない。そこで、報告例のあるLi<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>:Mn蛍光体については、結晶性と発光特性の関係を調べるため、MnのXAFS測定を行った。その結果、焼成温度の違いにより、Mn周りの酸素量に違いがあり、焼成温度が高いほど、Mn<sup>4+</sup>/Mn<sup>3+</sup>率は低い値を示した。これは、高温では酸素分圧が低くなったことに由来する。したがって、発光特性の向上には、Mn<sup>4+</sup>/Mn<sup>3+</sup>率を上げるための合成条件が必要である。そこで、Li-Ta-Ti-O(LTT):Mn新規蛍光体については、Mn<sup>4+</sup>/Mn<sup>3+</sup>率を上げるため、最適組成で加圧ガス雰囲気炉を用いた合成を行い、発光強度とMn<sup>4+</sup>/Mn<sup>3+</sup>率を汎用電気炉と比較した。その結果、加圧ガス雰囲気炉で酸素分圧を0.40 MPaとすることにより、汎用電気炉に比べて1.6倍高い発光強度を得ることに成功し、これは、Mn<sup>4+</sup>/Mn<sup>3+</sup>率が上がったためであることがXAFS測定により明らかになった。

**期待される効果:** 蛍光体材料分析は多くの研究者がいる分野であり、シンクロtron光の成果報告により、広く事例が紹介されることで、SR光センターの有効活用ならびに産業界に貢献できる。また、加圧ガス雰囲気炉の応用技術が確立すれば、蛍光体分野、窯業分野、合成プロセスへの応用・展開も広がり、中小企業でもSR光による利用者が増える可能性が期待できる。

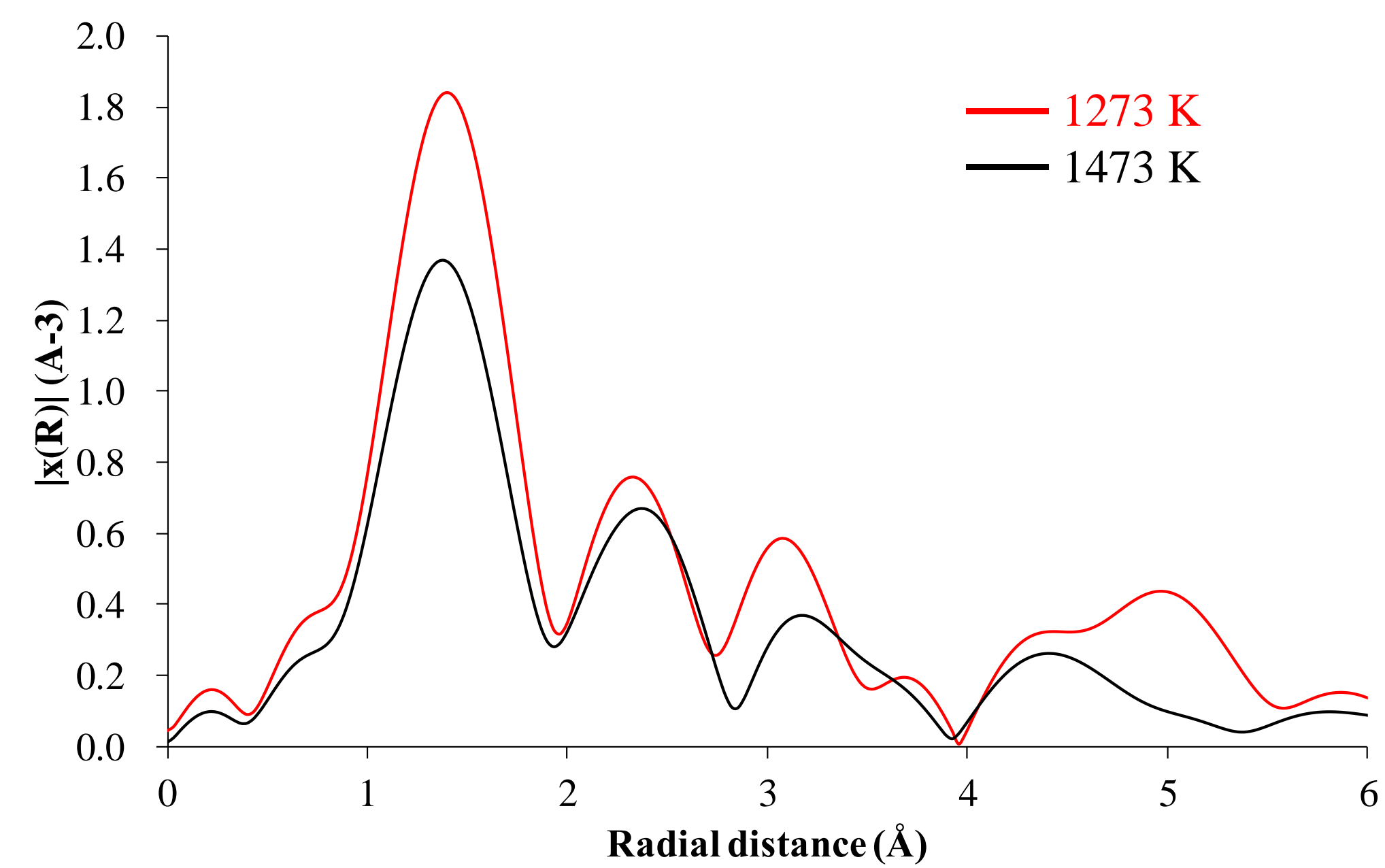
## <Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>:Mn蛍光体>



1273~1473 Kで15 h合成した Li<sub>2</sub>(Ti<sub>0.98</sub>Mn<sub>0.02</sub>)O<sub>3</sub> 蛍光体の励起・発光スペクトル

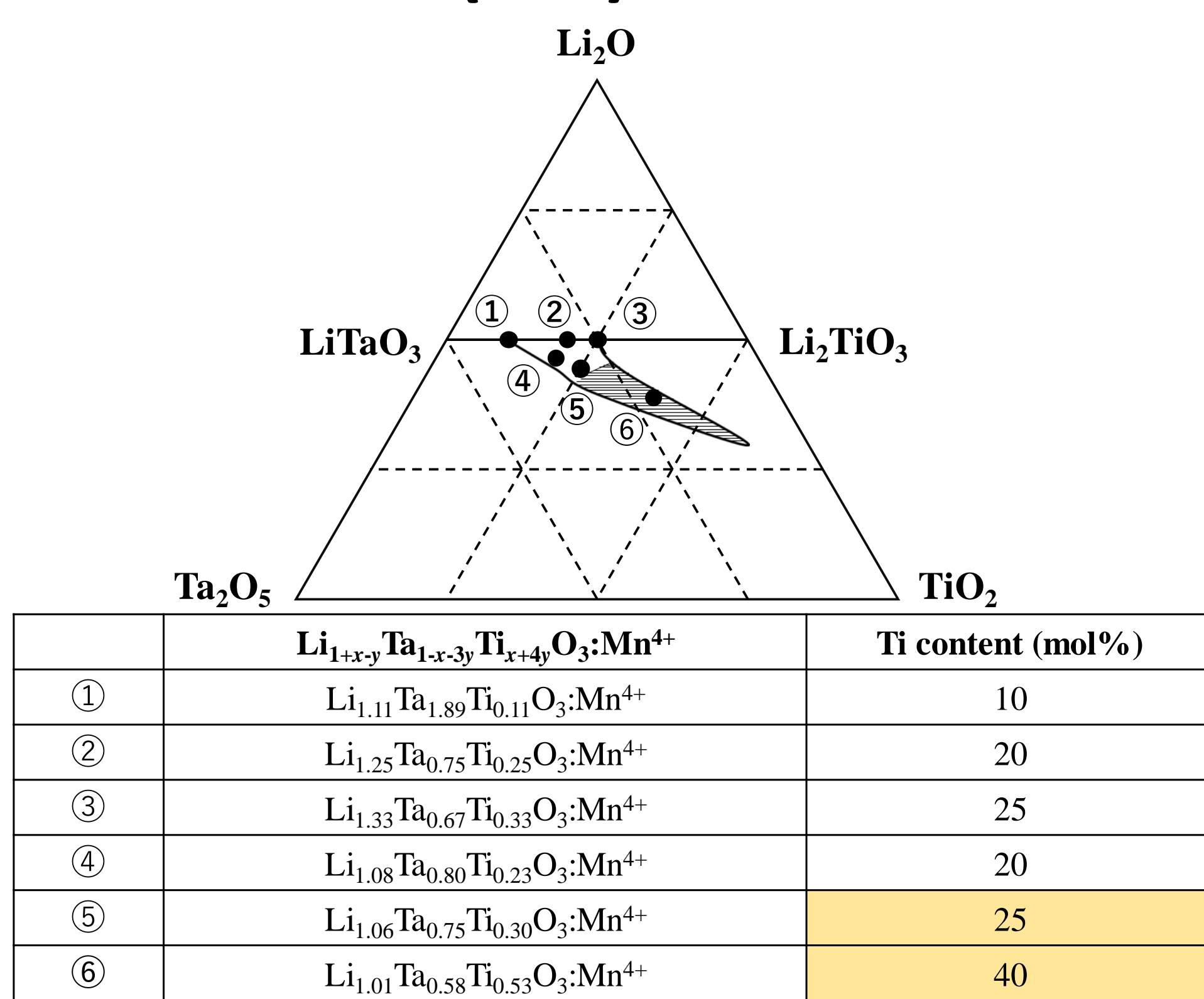


1273~1473 Kで15 h合成した Li<sub>2</sub>(Ti<sub>0.98</sub>Mn<sub>0.02</sub>)O<sub>3</sub> 蛍光体の結晶構造

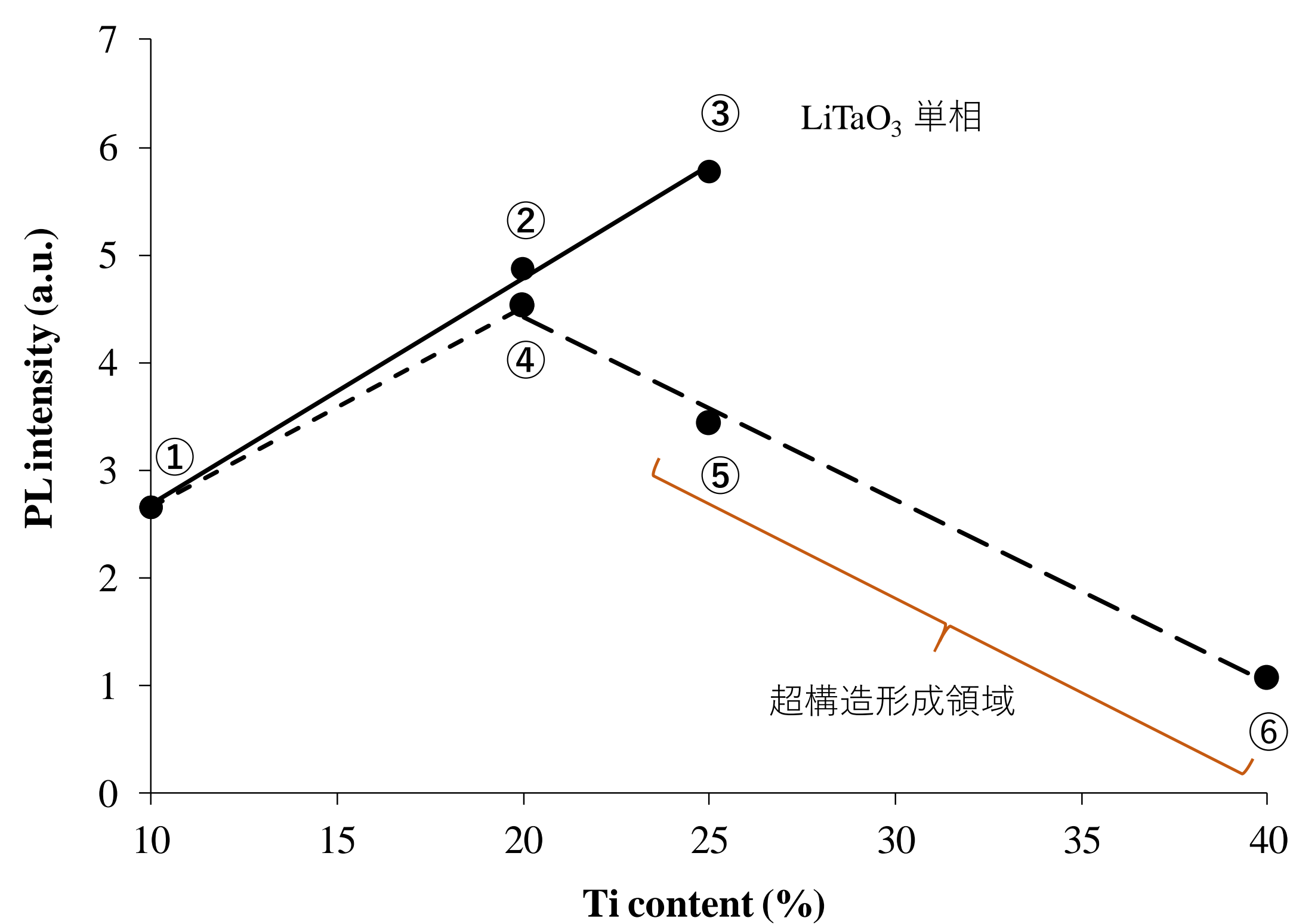


1273~1473 Kで15 h合成した Li<sub>2</sub>(Ti<sub>0.98</sub>Mn<sub>0.02</sub>)O<sub>3</sub> 蛍光体のMn-K XAFS スペクトル

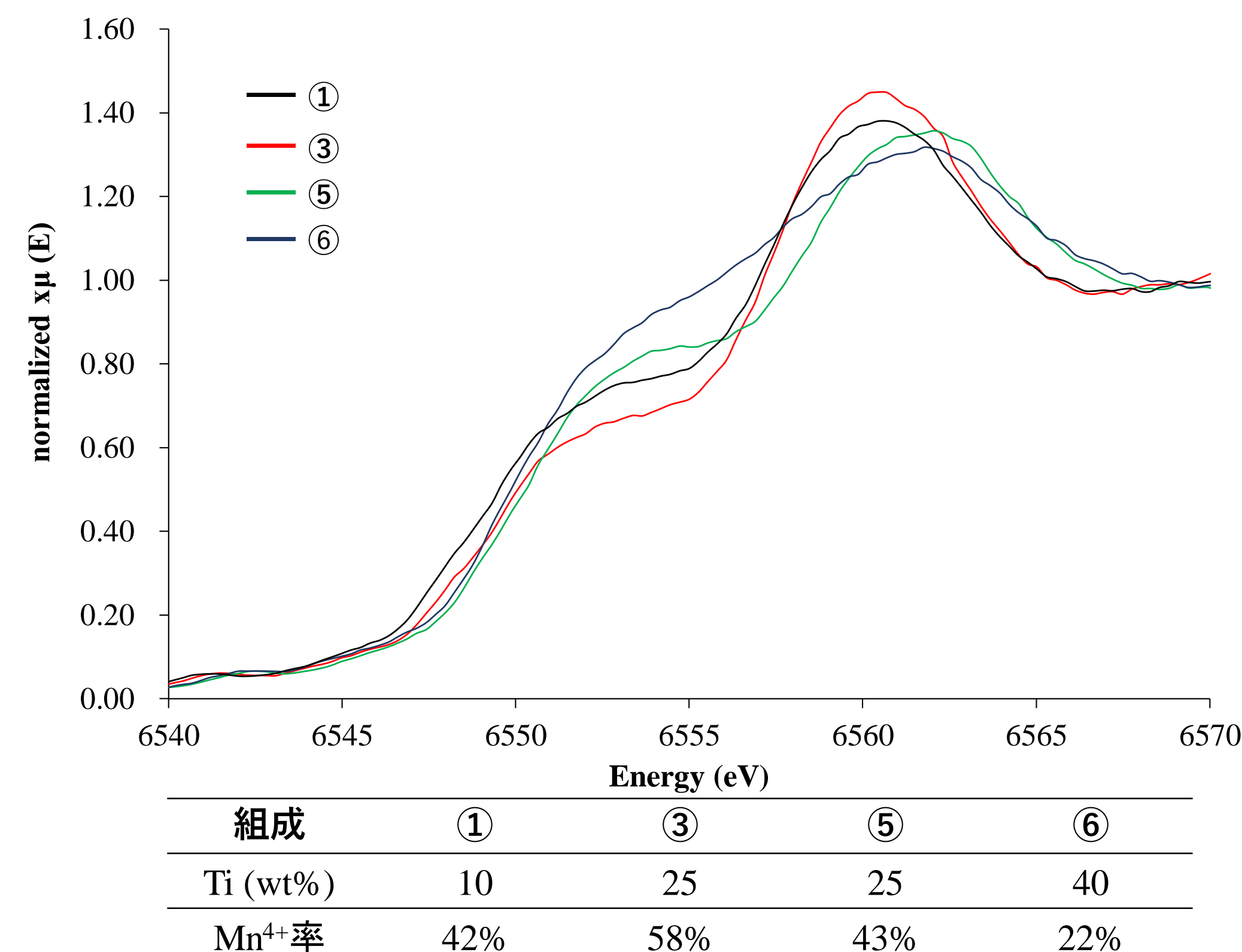
## <Li-Ta-Ti-O(LTT):Mn蛍光体>



LTT:Mn蛍光体の組成



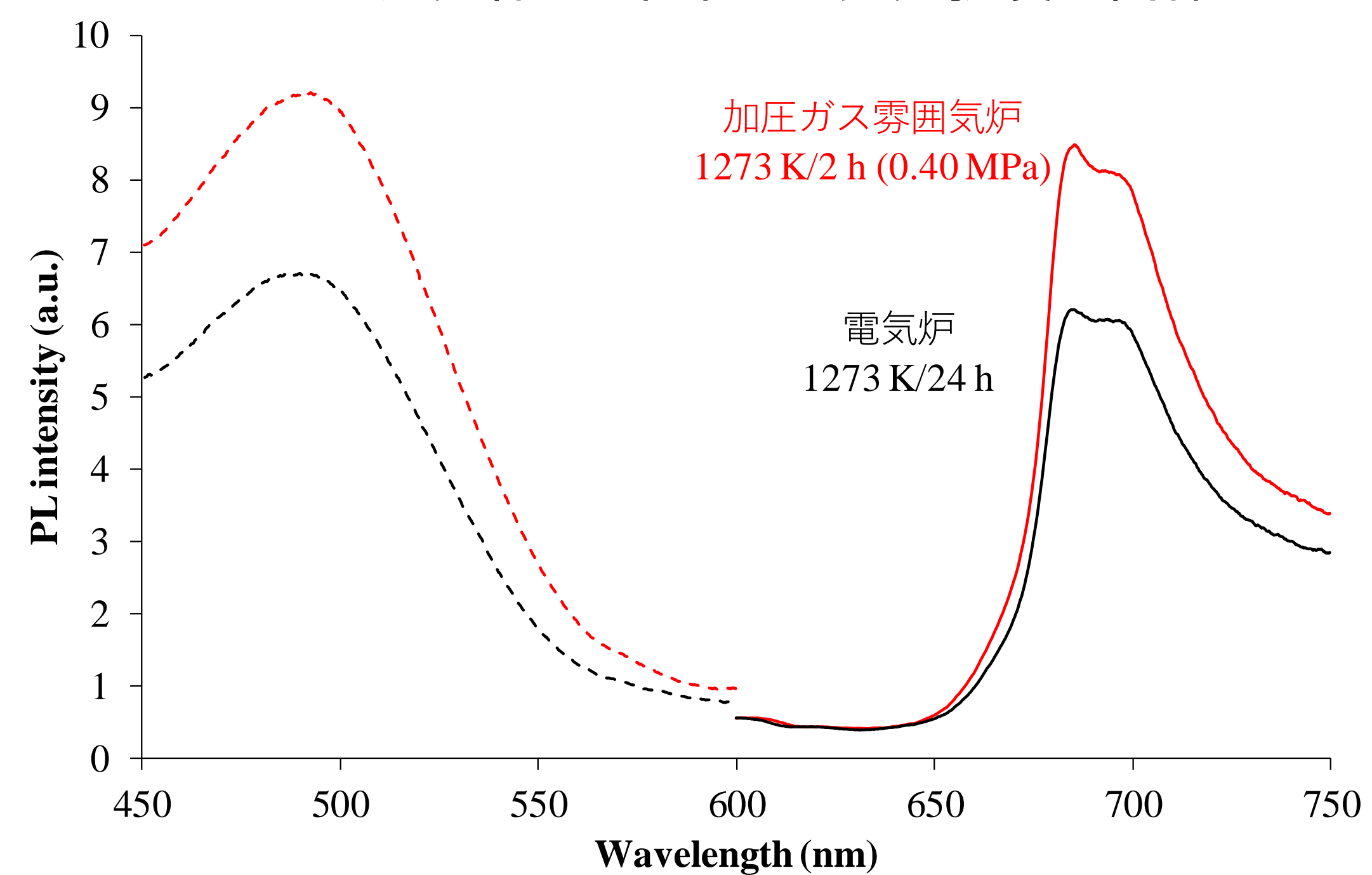
LTT:Mn蛍光体のTi含有量と発光強度の関係



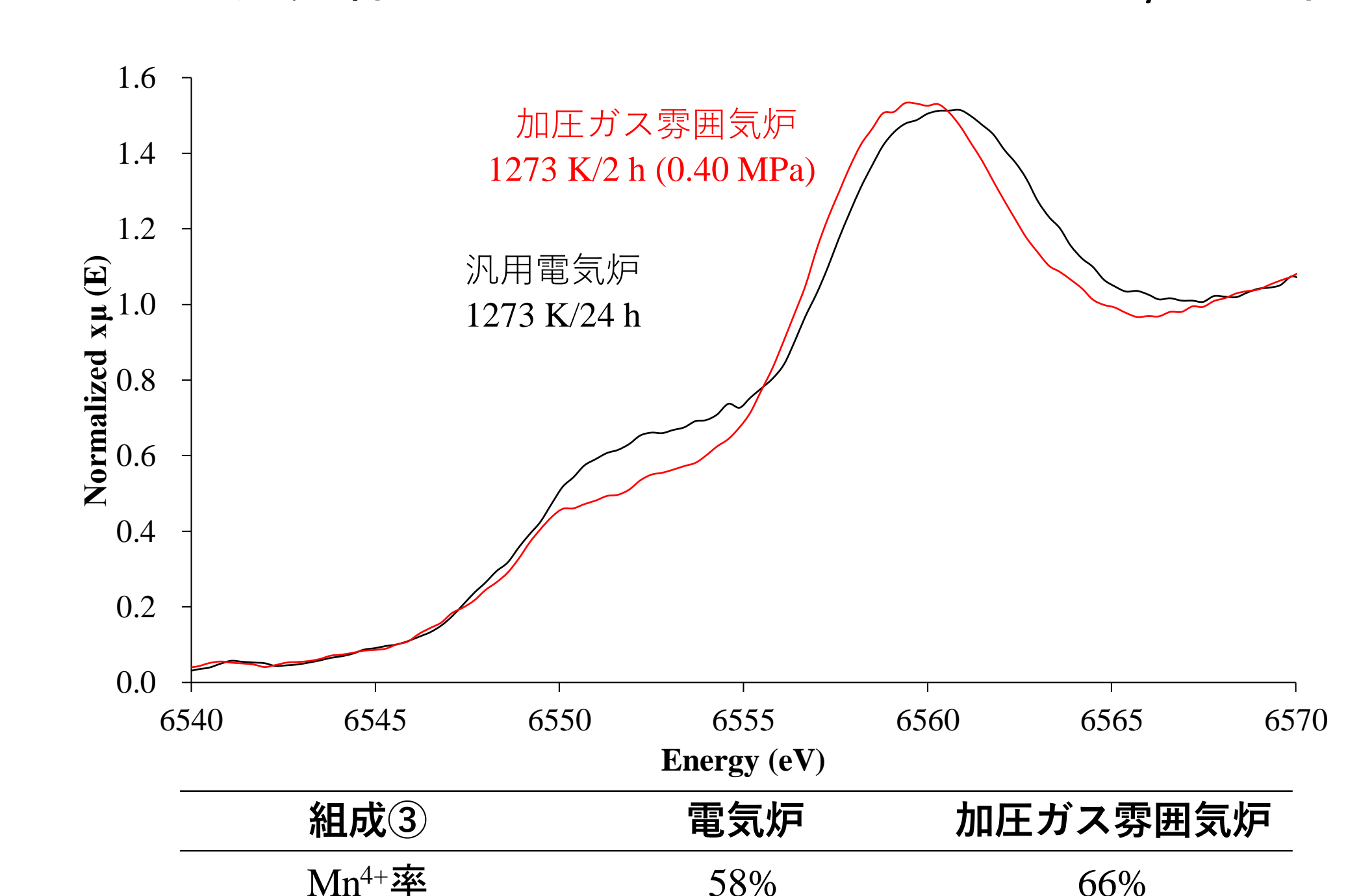
LTT:Mn蛍光体のMn-K XANES スペクトルとMn<sup>4+</sup>/Mn<sup>3+</sup>率



加圧ガス雰囲気炉(改良版)  
(左: 焼成炉, 右: コンプレッサー)



加圧ガス雰囲気炉と汎用電気炉による  
LTT:Mn(組成③)蛍光体の励起・発光スペクトル



加圧ガス雰囲気炉と汎用電気炉によるLTT:Mn(組成③)  
蛍光体のMn-K XANES スペクトルとMn<sup>4+</sup>/Mn<sup>3+</sup>率