



新規蛍光体酸化物の実用化に向けた 励起・発光特性向上の取り組み

安藤将太, 亀山海, 中野裕美
豊橋技術科学大学

キーワード：蛍光体, 水素還元炉, XAFS, 価数変化

1. 背景と研究目的

新規蛍光体材料の母体材料として、我々は独自の材料をデザインし、研究を進めてきた。中でも、Li-Ta-Ti-O (LTT) 系固溶体を母体材料とし、賦活剤として Eu^{3+} を添加した赤色蛍光体は、内部量子効率 98% を達成した^[1]。これらの材料を固相法により合成する際、均質材料合成には何度も粉砕・混合・焼成を繰り返す必要があり、より簡便で低温・短時間で材料を合成するため、多様な焼成炉の開発が進んでいる。

今回の研究目的は、LTT を母体材料とし、 Eu^{3+} と Ce^{3+} を共添加した新規蛍光体を、汎用電気炉や加圧ガス雰囲気炉、水素還元炉を用いて合成し、発光特性、結晶構造、Ce 価数について比較する。

2. 実験内容

$\text{Li}_{1.11}\text{Ta}_{0.89}\text{Ti}_{0.11}\text{O}_3$ の組成式に基づき秤量し、十分に粉砕・混合した後、プレス成型し、仮焼後に汎用電気炉や加圧ガス雰囲気炉、水素還元炉を用いて焼成した。得られた蛍光体は、X 線回折 (RINT-2500, Rigaku)、分光蛍光光度計 (F-7000, HITACHI)、シンクロトロン放射光 (BL11S2, あいちシンクロトロン光センター) を用いて結晶構造、発光特性、Ce 価数について評価・解析を行った。Ce の XANES 測定は、蛍光法で測定し、Ce 価数を評価するための標準試料は、 Ce^{3+} として $\text{Ce}_2(\text{CO}_3)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ を、 Ce^{4+} として CeO_2 を使用した。また、線形結合フィッティングには、Athena を用いた。

3. 結果および考察

電気炉で合成した $\text{LTT}:\text{Eu}^{3+}$, Ce^{3+} 蛍光体は、空气中焼成により 82.0% が Ce^{4+} に酸化され^[2]、 Ce^{3+} による励起・発光スペクトルは得られなかった。そこで、 Ce^{3+} 率を向上させるため、水素還元炉を用いて 97% Ar-3% H_2 雰囲気下で、1373K で 1 時間焼成することにより $\text{LTT}:\text{Eu}^{3+}$, Ce^{3+} 蛍光体を合成した。Fig. 1 に、Ce の XANES 測定結果を示す。Athena による解析の結果、還元炉を用いた蛍光体の Ce^{3+} 率が 86.6%、 Ce^{4+} 率が 13.4% となり、電気炉で合成した蛍光体に比べ、 Ce^{3+} 率の高い蛍光体の合成に成功した。

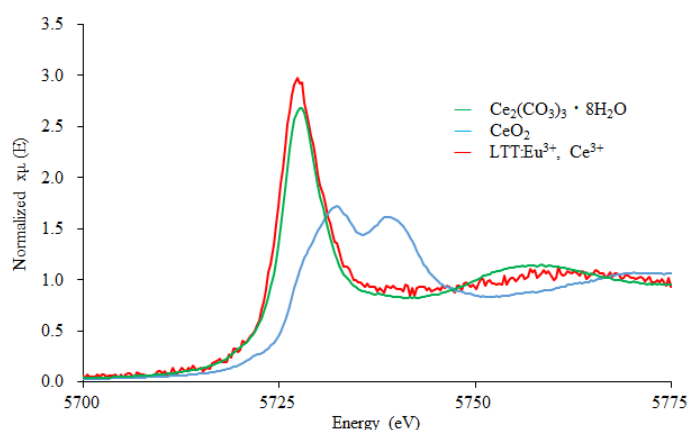


Fig.1 Ce^{3+} および Ce^{4+} の標準試料と $\text{LTT}:\text{Eu}^{3+}$, Ce^{3+} 蛍光体の Ce L_3 -edge XANES スペクトル

4. 参考文献

- [1] H. Nakano, S. Furuya, K. Fukuda, S. Yamada, *Mate. Res. Bull.* 60, (2014) 766-770.
[2] K. Konatsu, M. Maeda, H. Nakano, あいちシンクロトロンセンター, 2019 年度公共等利用成果報告書.