

インクジェット法による無機薄膜 EL 素子の作製(Ⅱ) -水熱法による ZnS:Mn ナノ粒子の合成-

TFEL devices prepared by ink-jet printing(Ⅱ)

-ZnS:Mn fine particles synthesized by hydrothermal method-

鳥取大学大学院 工学研究科¹, TEDREC²

○福田 尚哉¹, 土井 直紀¹, 大観 光徳^{1,2}

Tottori Univ.¹, TEDREC²

○Naoya Fukuta¹, Naoki Doi¹, Koutoku Ohmi^{1,2}

Tel : 0857-31-6700 E-mail: ohmi@ele.tottori-u.ac.jp

【背景】

我々は微粒子蛍光体をインクジェット法により塗布することで、無機 EL デバイスの低温作製を検討している。これまでの研究から、インクに使用する蛍光体の粒径制御が必要であった。前回、水熱法を用いて ZnS:Mn 微粒子蛍光体を合成するのに際し、pH 値や合成温度を調整することで均一なナノ粒子が得られることを報告した。[1] しかし粒子同士の凝集により、印刷した蛍光体膜の平坦性が悪く、インクとして使用するにはまだ改善が必要であった。またビーカーを用いた一般的なバッチ法により溶液合成を行うと、ビーカー内での反応が不均一となり、更に一定の pH 値を保ちつつ合成を行うことが困難であった。

本報告では、反応条件を一定に保ち、連続的に反応させることが可能なマイクロリアクター (MR) 法を用いて、pH 値を厳密に調整しながら ZnS:Mn 微粒子の合成を行った。

【実験方法】

$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ に脱イオン水を加え、10 分間攪拌し溶解させた。Mn 濃度は全ての試料とも 5% に固定した。その後、pH 調整のために脱イオン水で希釈したアンモニア水 (希釈濃度 $x = 2.5 \sim 3.33\%$) を作製した。MR を用いて、2 つの溶液を合流させ反応管内を通過させることで前駆体溶液を得た。この前駆体溶液をオートクレーブ中にて 200°C 、2 時間放置し、水熱合成を行った。熟成後、脱イオン水を用いた遠心分離により沈殿物を回収し、 80°C で乾燥させることで微粒子試料を得た。

【実験結果と考察】

Fig.1 に NH_3 濃度を $x = 2.5 \sim 3.33\%$ で変化させた場合の蛍光体試料の X 線回折 (XRD) パターンを示す。全ての試料において ZnS(111)面の回折ピークが確認される。またバッチ法で作製した試料において確認される不純物相 MnCO_3 のピークが、 $x = 2.92, 3.12$ の時に消滅した。

Fig.2 に同試料のフォトルミネッセンス (PL) スペクトルの NH_3 濃度依存性を示す。全ての試料において、 590 nm 付近にピークを持つ橙色発光を示し、 $x = 3.12$ の時に発光強度が最大となった。前回の結果では水熱合成時に一部の Mn しか ZnS 中に取り込まれなかったが、今回は MR 法により最適な pH 値を維持して溶液合成を行うことで、Mn が ZnS 格子内に取り込まれ、発光強度が増加したと考えられる。

本研究の一部は科研費(23560398)の助成を受けて行われた。
[1] 福田他、第 60 回応用物理学会春季学術講演会 29a-G5-1(2013).

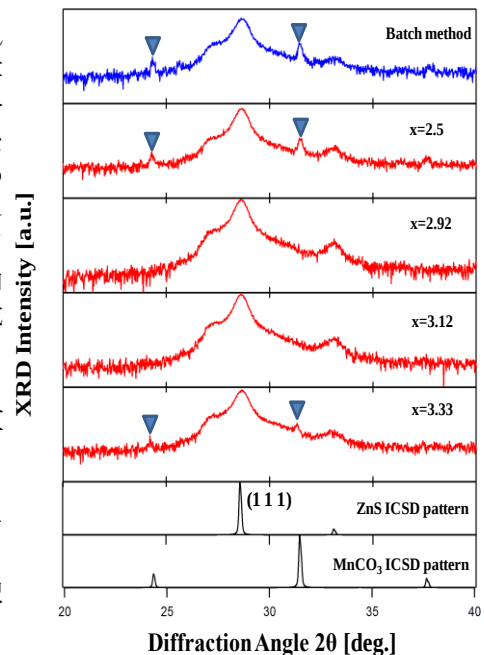


Fig.1 X-ray diffraction patterns of synthesized phosphor samples.

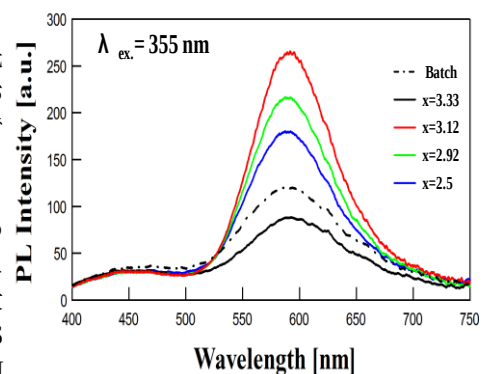


Fig.2 PL spectra of synthesized phosphor samples.