

流通式水熱合成法で合成した酸化物ナノ結晶を用いた分散型 EL 素子の発光特性 Electroluminescence Property of a Powder-Type Device Based on Pr-Doped Titanate Nanocrystals Synthesized Hydrothermally Using a Flow-Type Microreaction System

産総研 青木 光子, °池上 敬一, 伯田 幸也, 高島 浩

Nat. Inst. Adv. Indus. Sci. Tech., Mitsuko Aoki, °Keiichi Ikegami, Yukiya Hakuta, Hiroshi Takashima

E-mail: k.ikegami@aist.go.jp

【諸言】希土類金属をドーピングした金属酸化物は、熱的・化学的に安定な発光材料として着目されている。ペロブスカイト型酸化物の結晶性ナノ粒子を用いて分散型 EL 素子を試作したところ、50Hz 正弦波電圧印加下での EL 現象を観測した。

【実験】マイクロ化学システムを用い、水熱合成法でペロブスカイト型酸化物 $\text{Ca}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3$ に Pr をドーピングしたナノ結晶を合成した¹⁾。酸化物または硝酸塩として Ca:Pr:Ti:Pr を 3:2:5:0.01 で仕込み、反応温度は 400°C とした。生成物をメンブレンフィルター（孔径 25nm）で回収し、60°C で 24 時間乾燥した後、大気中 1000°C で 5 時間焼成処理したところ、一辺 10~20nm の立方体状粒子を得た。STEM 像（図 1）では結晶格子を観察でき、個々の粒子は単結晶であることが分る²⁾。これに直径 50 μm のセラミックスビーズを混ぜ、アルミ電極と ITO 電極とで挟んで分散型 EL 素子を試作した。この素子を光電子増倍管の直近に設置し、正弦波電圧を印加した。素子の両端に生じた電位差 V と素子に流れた電流 I 、並びに、光電子増倍管に流れた電流 L を記録した。

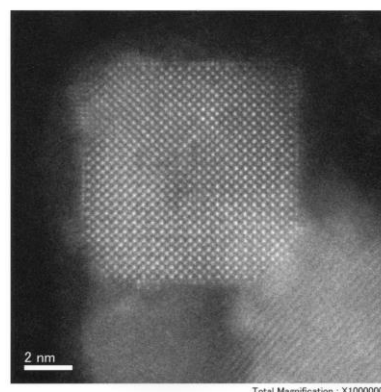


図 1 $\text{Ca}_x\text{Sr}_{1-x}\text{TiO}_3$:Pr のナノ粒子

【結果と考察】図 2(a)は 500V_{pp}, 1kHz の正弦波を印加した場合、(b)は同 50Hz を印加した場合の結果である。この間、500,200,100Hz と周波数を減じた際の変化は連続的であった。1kHz では変位電流が優勢だが、50Hz では I と V の位相差が減少している。これに呼応して、 I の振幅には周波数比ほどの差はない。また、 I の波形は歪んでおり、非線形的な現象の生じていることを示している。 L は 1kHz 時よりも寧ろ 50Hz 時の方が大きく、 I との位相差は前者では顕著だが後者では小さい。これらは、電流が直接発光中心を励起しているのではない可能性を示唆する。なお、この粒子を用いて試作された別の素子では、より低電圧 (1kHz) での発光が目視確認されている³⁾。

References: 1) Y. Hakuta et al., 19th Int. Display Workshop (2012) Kyoto; 2) 青木ら、日本セラミックス協会第 25 回秋季シンポジウム (2012); 3) 中川ら、日本セラミックス協会第 26 回秋季シンポジウム (2013)

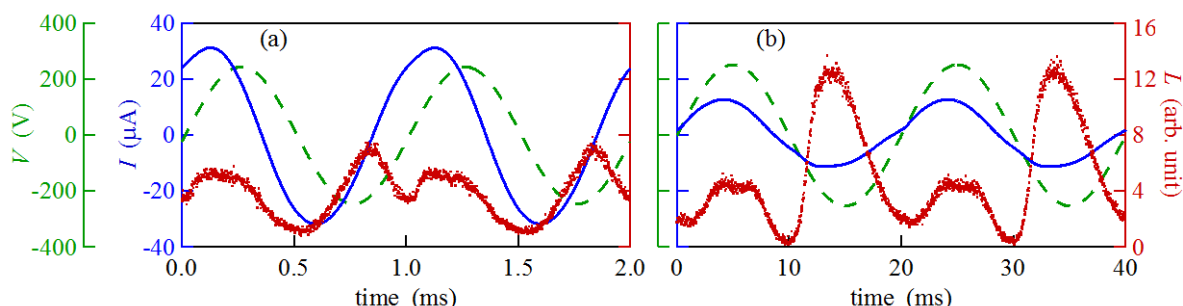


図 2 分散型 EL 素子の $I/V/L$ 波形 (I : 青実線、 V : 緑破線、 L : 赤点)。約 1000 回平均。(a) 1kHz、(b) 50Hz。