

ゾル-ゲル法による Ti 置換 $\text{BaZrSi}_3\text{O}_9$ の作製と発光挙動の調査

Preparation and luminescence property of $\text{BaZrSi}_3\text{O}_9$ by sol-gel method

東北大院工, [○]山下翔寛, 井原梨恵, 高橋儀宏, 藤原 巧

Tohoku Univ., [○]Shokan Yamashita, Rie Ihara, Yoshihiro Takahashi and Takumi Fujiwara

E-mail: fujiwara@laser.apph.tohoku.ac.jp

諸言 残光材料は光を蓄えることで暗闇でも光り続けることから避難誘導板などに用いられているが、希土類元素を使用しているものが主であり元素戦略的観点からは好ましくない。これまでに、本研究室では青色発光・残光を示す希土類フリー新規蛍光材料として $\text{BaZrSi}_3\text{O}_9$ 結晶を報告している^[1]。また、構成元素である Zr の一部を Ti に置換することで欠陥を利用したさらなる残光特性の向上も報告している^[2]。しかしながら、これらは固相法による高温合成であり合成段階で結晶中に歪みや欠陥が含まれていると考えられる。そこで、本研究では液相合成を利用した低温合成を試み作製方法の違いによる一部 Ti 置換 $\text{BaZrSi}_3\text{O}_9$ 結晶の発光挙動の変化を調べた。

実験 $\text{BaZr}_{0.99}\text{Ti}_{0.01}\text{Si}_3\text{O}_9$ をゾル-ゲル法によって作製した。出発原料を水とエタノールに溶解して攪拌し、重合反応を起こすことでゲルを作製した。ゲルを粉砕・乾燥させ所定の温度で熱処理することで結晶性試料を得た。析出結晶相は粉末 X 線回折 (XRD) によって同定した。また発光特性は蛍光分光光度計を用い励起・蛍光スペクトルを測定し評価した。

結果 Fig. 1 の XRD の結果より 1000°C では $\text{BaZrSi}_3\text{O}_9$ と未知相の析出が認められるが、1100°C の熱処理により、ほぼ単相の $\text{BaZrSi}_3\text{O}_9$ が析出する試料を得ることに成功した。これは従来の固相法よりも約 250°C 低い温度である。次に、励起・蛍光スペクトルについて固相法で作製した試料との比較を Fig. 2 に示す。励起・蛍光スペクトルのどちらもピークの最大値で規格化している。発光挙動には作製法による差異はほとんど見られないが、励起スペクトルにおいては 312 nm 付近の残光に大きく寄与すると考えられているバンドに大きな違いが現れた。当日は、低温合成による $\text{BaZrSi}_3\text{O}_9$ 結晶について、作製プロセスの探索や発光挙動に対する Ti 濃度の最適化、さらには残光特性などについて議論する。

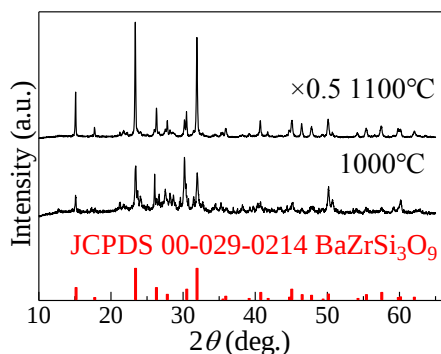


Fig. 1. XRD patterns of the sol-gel derived samples heat-treated at 1000-1100°C for 3h.

^[1] Y. Takahashi et al., *J. Ceram. Soc. Japan*, **116**, 357 (2008).

^[2] K. Iwasaki et al., *Opt. Express*, **17**, 18054 (2009).

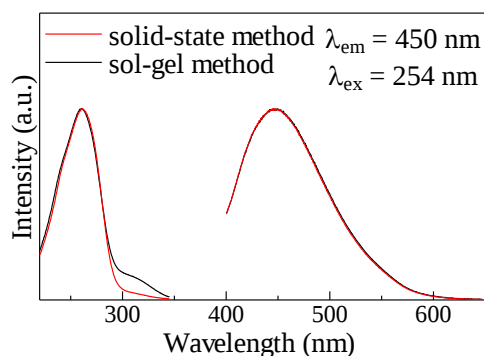


Fig. 2. Photoluminescent and PL excitation spectra of the $\text{BaZr}_{0.99}\text{Ti}_{0.01}\text{Si}_3\text{O}_9$.