

高圧相 SrO:Ce 紫外蛍光体のアニール試験

Annealing tests on high pressure-phase of ultraviolet SrO:Ce phosphor

長岡技科大¹, 中部キレスト² ○小松啓志¹, 中村淳^{1,2}, 大塩茂夫¹, 戸田育民¹, 村松寛之¹, 齋藤秀俊¹Nagaoka Univ. Tech.¹, Chubu Chelest Co., Ltd. ²,○K. Komatsu¹, A. Nakamura^{1,2}, S. Ohshio¹, I. Toda¹, H. Muramatsu¹, and H. Saitoh¹

E-mail : Keiji_Komatsu@mst.nagaokaut.ac.jp

【緒言】蛍光材料は、加熱による母体材料の劣化や発光中心イオンの酸化、吸着水分との反応による劣化が生じる為、高耐熱性や化学的安定性が求められる¹⁾。我々は、高い化学的安定性を有する酸素 8 配位構造を有する高圧相 SrO:Eu²⁺青色蛍光体を開発した^{2),3)}。更に、Eu²⁺と同様に f-d 遷移をする Ce³⁺イオンに注目し、高圧相 SrO:Ce 紫外蛍光体の開発に成功した⁴⁾。得られた高圧相 SrO:Ce 紫外蛍光体は、高圧相 SrO:Eu²⁺青色蛍光体と同様に高い構造安定性を有していると考えられる。本報では、得られた高圧相 SrO:Ce 紫外蛍光体についてアニール試験を実施し、蛍光材料としての熱的安定性を調査した。

【実験方法】ストロンチウムおよびセリウムを担持したエチレンジアミン四酢酸(EDTA)金属錯体を原料として混合準備した。この混合粉体を大気中で焼成して得られる粉体をマグネシア単結晶基板の上に塗布し、管状炉中で H₂ と Ar の混合ガスを流しながら高温還元雰囲気中で焼成した。結晶構造を X 線回折(XRD)装置により調査し、得られた XRD パターンの回折角から面間隔を求めて、得られた強度から結晶構造を解析した。フォトルミネッセンス(PL)特性を蛍光分光光度計を用いて測定した。更に、得られた蛍光材料に対して、Ar ガス雰囲気および H₂+Ar の混合ガス雰囲気でのアニール試験を行った。アニール試験前後の結晶構造と PL 特性の変化を調査した。また、得られた蛍光体の断面観察を走査型電子顕微鏡(SEM)、試料中の発光相分布および各元素分布をカソードルミネッセンス(CL)顕微鏡とエネルギー分散型 X 線分析(EDX)により調査した。

【実験結果と考察】Figure 1 に単結晶マグネシア基板の上に得られた蛍光材料の励起波長 325 nm における発光スペクトルをそれぞれ示す。得られた試料は、393 nm に発光ピークを有する紫外発光を示した。次に得られた紫外蛍光体を Ar 雰囲気下 1000°C でアニールすると、発光ピーク波長が 393 nm 一定で発光強度が低下した。更に、3% H₂+Ar 雰囲気下 1000°C で再アニール処理すると、発光ピーク波長が 393 nm 一定で発光強度が再び上昇した。Figure 2 に得られた XRD プロファイルを示す。得られた蛍光材料は、立方晶系の通常相 SrO 結晶(ICDD card no.00-006-0520)等の既存の ICDD カードと完全に一致せず、結晶構造解析の結果より、斜方晶系の酸素 8 配位構造を有する高圧相 SrO を有し、各アニール試験による XRD パターンの変化は確認されなかった。PL 発光強度の増減は、アニール雰囲気の影響であると推察された。以上より、高圧相 SrO:Ce 紫外蛍光体は、高い熱的安定性を持つことがわかった。

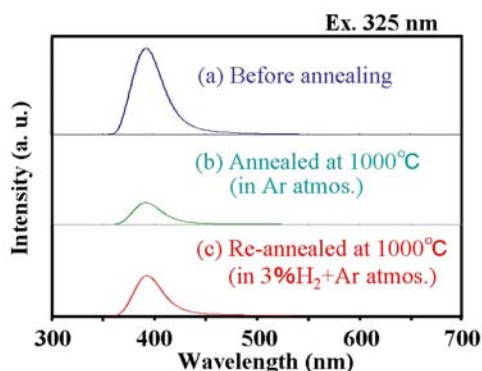


Fig.1. PL spectra of obtained phosphor before annealing (a), annealed in Ar atmosphere (b) and re-annealed in 3% H₂+Ar atmosphere (c).

1) 日本セラミックス協会編 発光・照明材料(環境調和型新材料シリーズ) p7.
3) K. Komatsu et al, J. Solid State Chem. **204** (2013)186-189.

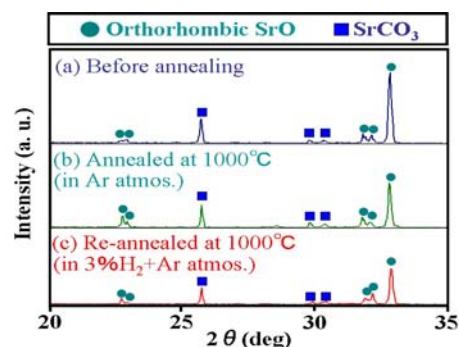


Fig.2. XRD profiles of obtained phosphor before annealing (a), annealed in Ar atmosphere (b) and re-annealed in 3% H₂+Ar atmosphere (c).

2) K. Komatsu et al, Ceram. Inter., **39** (2013) 7115-7118.
4) 小松ら, 第74回応用物理学会学術講演会 17p-D7-16 (2013).