

インクジェット法による無機薄膜 EL 素子の作製
- ZnS:Mn ナノ粒子の溶液合成における界面活性剤の検討 -

TFEL devices prepared by ink-jet printing
- Investigation of surfactants for liquid-phase synthesis of ZnS:Mn nanoparticles -

鳥取大学大学院 工学研究科¹, TEDREC²

○土井 直紀¹, 福田 尚哉¹, 大観 光徳^{1,2}

Tottori Univ.¹, TEDREC²

○Naoki Doi¹, Naoya Fukuta¹, 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用いインクジェット法で塗布することで、低温プロセスによる無機薄膜 EL デバイスの作製を検討している。これまでの研究から、反応条件を一定に保ち、pH 値を調整し、水熱法により合成温度を変えることで、均一なナノ粒子蛍光体を合成することを確認している。[1] しかし粒子同士の凝集により、インクジェット用インクとして使用するには改善が必要であった。

本報告では、界面活性剤 3-メルカプトプロピオン酸(3-MPA)を加えることで凝集を抑制する手法[2]に着目し、共沈法を用いた分散性の良い ZnS:Mn ナノ粒子の作製を試みた。

【実験方法】

Zn(CH₃COO)₂·2H₂O、Mn(CH₃COO)₂·4H₂O を H₂O に溶解させ、界面活性剤 3-MPA を適量加えた。この混合液に NaOH を加えて pH が 10 になるように調整し、70 °C に保ちながら攪拌した(溶液 A)。また別の容器に Na₂S·9H₂O を H₂O に溶解させ、緩衝液を加えて pH が 10 になるように調整し、70 °C で攪拌した(溶液 B)。そして溶液 B 中に溶液 A を滴下し、前駆体溶液を得た。この前駆体溶液の温度を 90°C に保持したまま 16 時間攪拌した。合成後、得られた分散溶液にエタノールを加えて遠心分離を行い、不要な溶液と沈殿物とに分離した。その後、沈殿物を 12 時間凍結乾燥し、目的とする ZnS:Mn ナノ粒子蛍光体試料を得た。

【実験結果と考察】

Figure 1 にフォトルミネッセンス(PL)スペクトルの 3-MPA 添加量 x (g) 依存性を示す。全ての試料において、600 nm 付近にピークを持つブロードな赤橙色発光が見られる。これらは、一般的な ZnS:Mn パルク蛍光体に比べ、約 20 nm 長波長側にシフトしている。x = 1.28 g の試料において発光強度が最大となり、室温、励起波長 340 nm において内部量子効率 41 %を得た。

Figure 2 に同試料の PL 励起スペクトルを示す。ZnS 母体のバンド端遷移に起因するブロードな励起帯が見られる。励起帯のピーク波長は 320-340 nm であり、いずれもバルク蛍光体(348 nm)に比べ短波長側に位置している。これは量子サイズ効果によるものと思われる。

Figure 3 に x = 1.28 g の試料における粒度分布測定結果を示す。粒径 10 nm 程度のナノ粒子が形成されていることが分かる。長時間放置しても沈降することなく分散が維持されており、インクジェット用のインクに使用可能なナノ粒子が得られた。

発表当日は、別の界面活性剤を用いたアルコール中への分散、更にはインクジェット法により作製した EL 素子についても報告する予定である。

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 29p-G5-1(2013)。

[2] P. D. Angelo, et al., J. Lumin., **136**, (2013) 100.

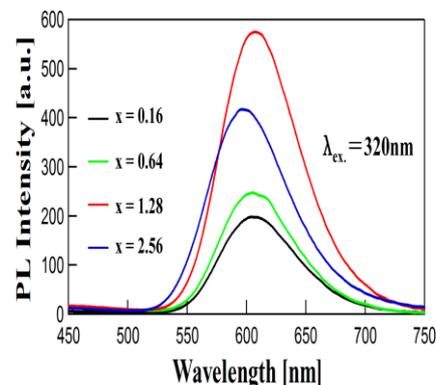


Fig. 1 PL spectra of synthesized phosphor samples.

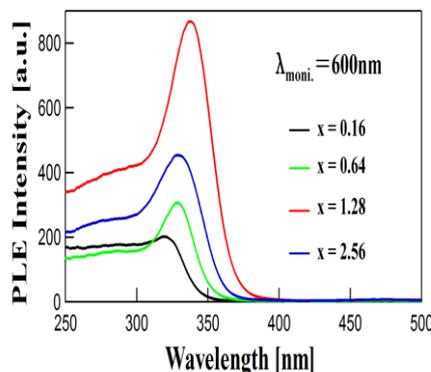


Fig. 2 PLE spectra of synthesized phosphor samples.

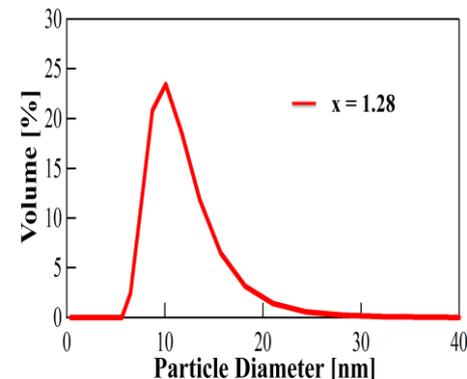


Fig. 3 Distribution of particle size.