

19p-E11-2

マイクロリアクター法により合成した $\text{YVO}_4\text{:Bi,Eu}$ ナノ蛍光体 $\text{YVO}_4\text{:Bi,Eu}$ nanophosphor synthesized by microreaction method

鳥取大¹, TEDREC², メルク(株)³○坂田 陵輔¹, 山科 憲司¹, 大倉 央³, 小宮山 凌平¹, 宮下 英俊¹, 李 相錫¹, 大舘 光徳^{1,2}Tottori Univ.¹, TEDREC², Merck Ltd.³○R. Sakai¹, K. Yamashina¹, H. Okura³, R. Komiyama¹, H. Miyashita¹, S-S. Lee¹, K. Ohmi^{1,2}

Tel : 0857-31-6700

E-mail: ohmi@ele.tottori-u.ac.jp

【はじめに】

我々は、溶液合成法の一つであり合成中で適切な pH 値や温度を制御することが可能であるマイクロリアクター(MR)に着目している[1]。本研究では、反応部位の直後に pH センサーを組み込むことで、酸・アルカリ溶液の混合直後の反応状況を pH 測定により直接確認した。合成対象物質として赤色蛍光体 $\text{YVO}_4\text{:Bi,Eu}$ [2]を選び、合成ならびに発光特性の評価を行った。

【実験方法】

酸性原料 (pH =5.0) として酢酸イットリウム四水和物 (40.36 mmol)、酢酸ユーロピウム四水和物 (9.68 mmol)、硝酸ビスマス五水和物 (2.21 mmol)、クエン酸ナトリウム二水和物 (15.49 mmol)、エチレングリコール (0.15 mmol) の混合液を、塩基性原料 (pH=12.4) としてバナジウム酸ナトリウム (58.90 mmol)、水酸化ナトリウム (14.00 mmol) の混合液を用いた。これら二つの溶液を流量比 1.5 : 0.9 (酸 : 塩基) とし、クエン酸ゲル法により混合した後、超音波高温浴槽を通過させることで前駆体を得た。得られた前駆体をオートクレーブにて 130℃で 6 時間、熟成させた。その後、12000 rpm、1 時間の遠心分離を 3 回行い、凍結乾燥させる事で目的試料を得た。

【実験結果】

Figure 1 に合成した試料の粒度分布を示す。粒径は 20~30 nm であることが分かる。挿入図の SEM 写真からも、20~50 nm 程度の球状粒子が観察される。Figure 2 に作製試料のフォトルミネッセンス(PL)、PL 励起(PLE)スペクトルを示す。618nm 付近にメインピークを有する赤色発光が確認される。また PLE スペクトルでは、紫外線波長領域にブロードな励起帯が見られる。約 330nm 以下は母体結晶の V-O、Y-O 結合間の電荷移動遷移、また 350nm より長波長は Bi-V 電荷移動遷移による励起帯である。Figure 3 に作製試料の内部量子効率の励起波長依存性を示す。励起波長 250~360nm において効率は 30% を上回った。最大値は 280 nm 励起において約 40%であり、これまで報告されている値よりも高い。

[1] Yamashina, et al., Proc. IDW'13, p. 797 (2013).

[2] S. Takeshita, et al., J. Lumin., 129, p. 1067 (2009).

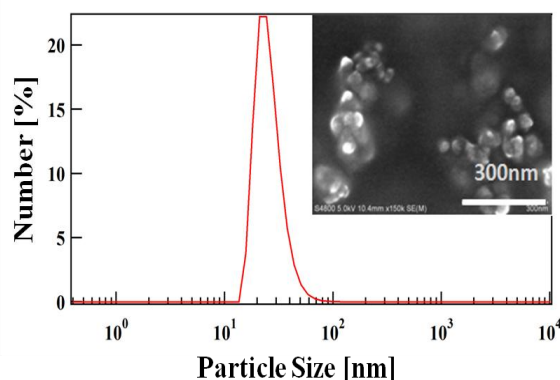


Fig.1 Particle Size Distribution of YVO:Bi,Eu phosphor

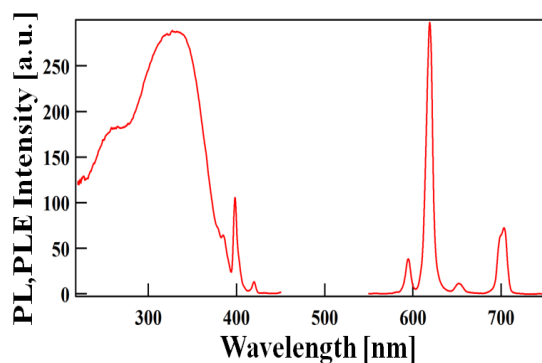


Fig.2 PL, PLE spectra of YVO:Bi,Eu phosphor

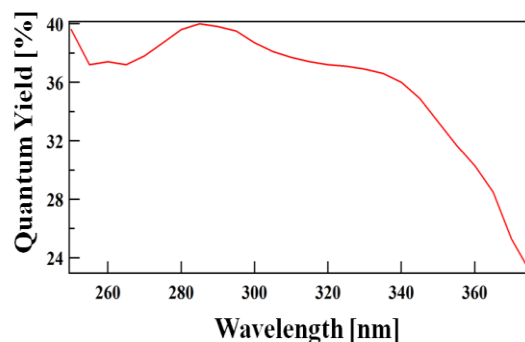


Fig.3 Quantum Yield of YVO:Bi,Eu phosphor