

WASSR 法によるナノ蛍光体の低温合成

Low Temperature Synthesis of Nano-Phosphors using Novel WASSR Method

新潟大院¹, N-ルミネセンス (株)² °戸田 健司^{1,2}

Niigata Univ.¹, N-Luminescence Corp.², °Kenji Toda^{1,2}

E-mail: oubutsu@jsap.or.jp

我々は、酸化物同士、あるいは酸化物と炭酸塩や水酸化物に微量の水を加え、室温で混合、または密閉容器の中で 200°C以下の低温で保持するだけで、ナノスケールの粒子サイズを持つ球状の機能性セラミックス材料を合成することに成功した。これらの合成法について、微量の水により固相反応が加速することから、Water-assisted solid state reaction 法 (WASSR 法) と名付けた。本講演では、我々が考案した新規低温合成法である WASSR 法により合成したナノ蛍光体の特性について報告する。

例として、フッ化物蛍光体 $\text{CsCaCl}_3:\text{Eu}^{2+}$ の合成法を述べる。目的物が 0.5 g となるように原料である CsCl 、 CaCl_2 、 $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ をモル比で 1 : 0.99 : 0.01 になるように秤量し、メノウ乳鉢で 1 分間乾式混合した。その後、イオン交換水を 0.01 ml 加え、室温においてメノウ乳鉢で 1 分間混合を行った。その後、0.03 ml のヒドラジーン水和物とともに水熱容器中にて 220°Cで 12 時間加熱し Eu イオンの二価への還元を行った。粉末 X 線回折(XRD)測定、走査型電子顕微鏡(SEM)観察および蛍光スペクトル測定により得られた試料の特性評価を行なった。

XRD 測定の結果、室温で混合のみの WASSR 法で合成した CsCaCl_3 および $\text{CsCaCl}_3:\text{Eu}$ の試料は単一相であった。発光スペクトル測定より、 Eu は三価の状態であった。Fig. 1 にヒドラジーン水和物とともに水熱容器中にて 220°Cで 12 時間加熱した後の試料の励起発光スペクトルを示す。本蛍光体は、紫外領域で励起され、強い青色発光を示した。その発光強度は、市販の $\text{BaMgAl}_{10}\text{O}_{17}:\text{Eu}$ 蛍光体と同等であり、100 nm 以下のナノサイズであるにもかかわらず強い発光を示している。

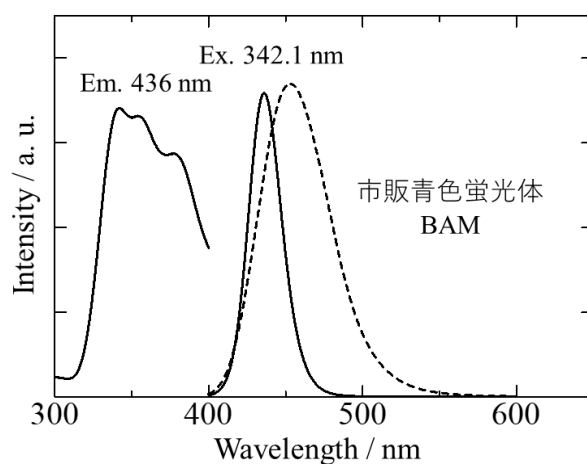


Fig. 1 Excitation and emission spectra of $\text{CsCaCl}_3:\text{Eu}^{2+}$ sample synthesized by the WASSR method at 220°C for 12 h.