ナノ粒子を出発材料とした ZnS:Cu EL 用蛍光体

- Cu 溶液中への含浸による PL，EL 特性の改善-

ZnS:Cu EL phosphors prepared by using nanoparticles

- Improvement of PL and EL characteristics by impregnation in Cu solutions -

鳥取大学，　○(M1)猿田 航己，(M2)田中 聡士，石垣 雅，大観 光徳

Tottori Univ., °K. Saruta, S. Tanaka, T. Ishigaki, K. Ohmi

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

【研究背景】市販の分散型無機エレクトロルミネセンス(EL)の発光材料として ZnS:Cu 蛍光体が用いられている．我々は，ZnS:Cu ナノ粒子を出発材料に用いることで，ZnS の界面に発光起点(Cu_xS)を高密度析出させた ZnS:Cu 蛍光体の作製を目指している．これまでに液相合成により ZnS:Cu ナノ粒子を作製し[1]，ナノ粒子に 2 段階の焼成（高温＋低温）を施すことで PL 強度の増加を確認しているが，EL 発光は微弱であった [2]．本稿では，Cu 付活を促進させるために二次焼成前に Cu 源溶液への含浸を試みた．またナノ粒子の液相合成や含浸に Cu^+，Cu^{2+} の溶液を用い，溶液の違いによる PL 特性や EL 特性への影響を調査した．

【実験方法】作製した ZnS:Cu 蛍光体試料の内訳を Table I に示す．液相合成法によるナノ蛍光体作製において，試料 A, B は Cu^+水溶液（$CuSO_4$）を，また試料 C, D は Cu^{2+}水溶液（$CuCl_2$）を用いた．全てのナノ蛍光体試料に対し 1000℃の一次焼成を施した後，試料 B, D のみ Cu^{2+}水溶液($CuCl_2$ + HCl)中に含浸し二次焼成(1000℃)を施した．得られた蛍光体粉末を用い，バーコート法により分散型 EL 素子を作製した．

【実験結果】Figure. 1 に各試料の X 線回折(XRD)の測定結果を示す．図中には ZnS および ZnO の ICSD パターンも示す．各試料とも ZnS の生成が確認できる．C のみ六方晶(Wurtzite)のピークが見られるが，その他の試料は立方晶(Zincblende)のみが確認される．Scherrer の式より，各試料の結晶子径はそれぞれ 87 nm (A), 91 nm (B), 74 nm (C), 99 nm (D)と見積もられた．この結果から，含浸・二次焼成により結晶子径が増大することが分かる．

Figure. 2 に各試料のフォトルミネセンス(PL)及び PL 励起(PLE)スペクトルを示す．図より，各試料から 450 nm 及び 510 nm 付近にピークを有するブロードな緑白色発光が確認される．また PLE スペクトルでは，330nm 付近に ZnS 母体，また 360~400 nm 付近に Cu^+による励起ピークが確認できる．試料 B, D の結果より，含浸・二次焼成により PL 強度が大幅に増加することが分かる．ZnS 母体励起帯に対する Cu^+励起帯の割合が増加していることから，含浸処理が ZnS 母体中への Cu^+付活を促進していると考えられる．

Figure. 3 に作製した EL 素子の輝度-印加電圧(L-V)特性を示す．素子の駆動は周波数 1 kHz の正弦波電源を用いた．試料 A に対し試料 B を用いた素子は大幅に輝度が向上し，含浸の効果が確認される．一方で，試料 C, D の差は殆んど見られない．詳細は当日報告する予定である．

【参考文献】

[1] 上田他，第 64 回応物春季学術講演会 13p-A35-12 (2017).

[2] 田中他，第 65 回応物春季学術講演会 20a-G204-5 (2018).

Table I　Cu sources used for nano-phosphor synthesis and impregnation

	Synthe.	Impreg.
A	Cu^+	-
B	Cu^+	Cu^{2+}
C	Cu^{2+}	-
D	Cu^{2+}	Cu^{2+}

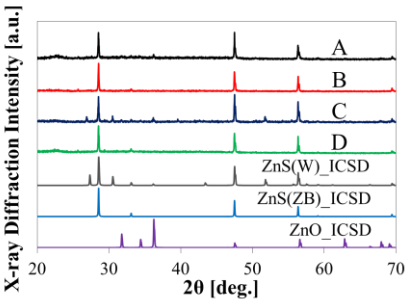

Fig. 1 XRD patterns

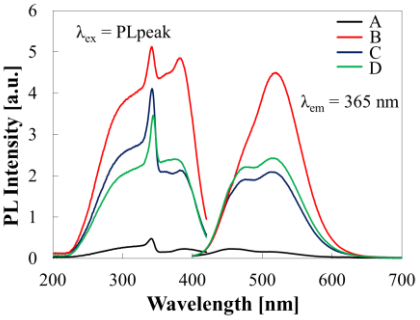

Fig. 2 PL and PLE spectra

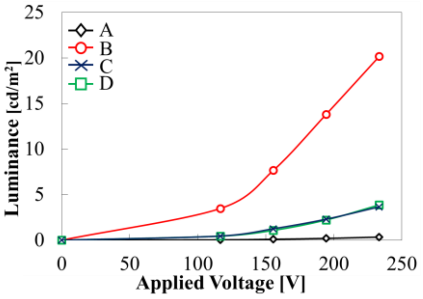

Fig. 3 L-V characteristics

© 2019年 応用物理学会