

第 64 回応用物理学会
春季学術講演会に参加して

伊藤 誠治
Yoshiharu ITOH
電子情報学科 4年

1. はじめに

私は 2017 年 3 月 14 日から 17 日に行われた第 64 回応用物理学会春季学術講演会に参加し、「MOD 法による La_2O_3 を用いたアップコンバージョン蛍光体の作製・評価」という題目でポスター講演を行った。

2. 背景

近年、様々な発光デバイスが登場し、日常生活で多くの活躍の場を得ている。これらの主な発光原理は、励起光よりもエネルギーの小さい光に変換するダウンコンバージョンが一般的である。一方、我々は低いエネルギーを多段階励起によって、励起エネルギーよりも高いエネルギーに変換することが可能で、省エネルギー化に繋がるアップコンバージョン（以下：UC）に着目した。作製法として安価且つ大気焼成が可能な有機金属塗布熱分解法（MOD：Metal Organic Decomposition Method）を用いた。本研究では、母体結晶成分（ La_2O_3 ）・感光成分（ Yb^{3+} ）・活性化成分（ Er^{3+} , Tm^{3+} ）を用いた UC 蛍光体を作製し評価することを目的とした。

3. 実験方法と結果

まず、 $\text{Yb}/\text{Er}/\text{Tm}$ を用いた UC 発光のメカニズムを Fig. 1 に示す。 Yb^{3+} の励起単位が $^2\text{F}_{7/2} \rightarrow ^3\text{F}_{5/2}$ 遷移の 1 種類のみという特徴を利用し、発光する成分である Er^{3+} ・ Tm^{3+} それぞれにエネルギーを転移する。そして受け取ったエネルギーから、[赤色発光] $^4\text{F}_9 \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$ 遷移、[緑色発光] $^4\text{S}_{3/2}$, $^2\text{H}_{11/2} \rightarrow ^4\text{I}_{15/2}$ 遷移、[青色発光] $^1\text{G}_4 \rightarrow ^3\text{H}_6$ 遷移を経る事によって発光する仕組みである。

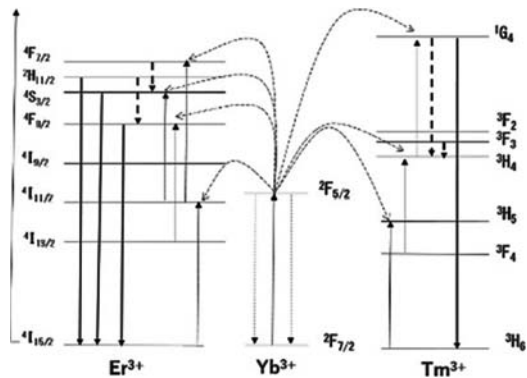


Fig. 1 アップコンバージョン発光メカニズム

3.1 $\text{La}/\text{Yb}/\text{Er}$ 赤・緑色 UC 蛍光体

作製の工程を Fig. 2 に示す。 $\text{La}:\text{Yb}:\text{Er}=\text{X}:0.01:0.01$ ($\text{X}=1.0, 0.1$) の mol 比で混合させた UC 溶液 2 種類を紫外線（以下：UV）照射により表面洗浄を行った Si 基板上に塗布し、 1100°C -3 時間で焼成し結晶化を行った。

これらの試料に波長 980 nm の赤外線レーザーを励起光として照射し、発光させる事で Photo Luminescence（以下：PL）評価を行った。また、X-Ray Diffracted（以下：XRD）測定にて結晶性を測定した。PL 評価による結果と発光図を Fig. 3 に示す。

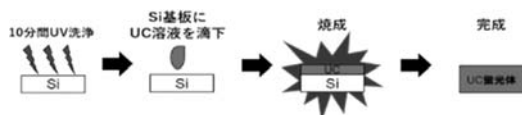


Fig. 2 作製手順

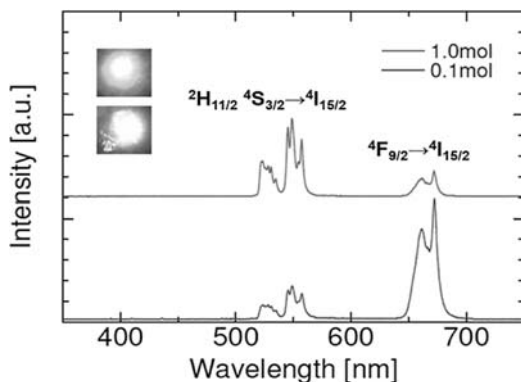


Fig. 3 La の mol 濃度を変更した時の発光図

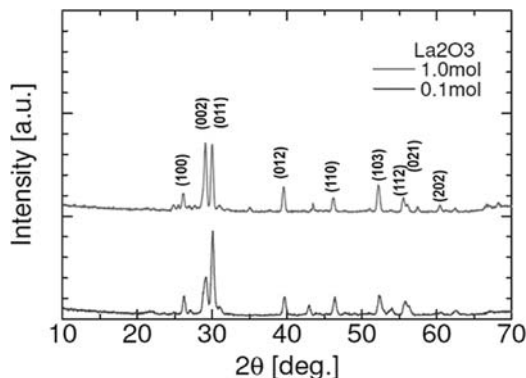


Fig. 4 XRD による結晶性比較

母体の mol 濃度が大きい場合 (1.0 mol) は 550 nm 付近に $^4S_{3/2}, ^2I_{11/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ 遷移が強く現れ, mol 濃度が小さい場合 (0.1 mol) には 650 nm 付近に $^4F_{9/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ 遷移が強く見られる. よって, それぞれ緑色・赤色の発光を確認する事が出来た.

次に XRD 測定の結果を Fig. 4 に示す. 母体成分 La_2O_3 (Hexagonal) のピークが見られた. また, 2 種類のグラフを比較すると母体の mol 比が大きい 1.0 mol の方に強いピークを確認出来た.

3.2 La/Yb/Er/Tm 白色 UC 蛍光体

試料の作製は Fig. 2 と同様の工程で行った. UC 溶液は, La : Tm : Yb $2O_3$: Er $2O_3$ = 96.5 : 3.0 : 0.3 : 0.2 の mol 比で混合した. また, 焼成時間を 1100°C で固定し, 焼成時間を 1~5 時間に変更し, 最も良い条件を探った. 発光図を Fig. 5 に示す. 全ての条件で白色発光を確認することが出来た.

次に, PL 評価結果を Fig. 6 に示す. 450 nm 付近に $^1G_4 \rightarrow ^3H_6$ 遷移, 550 nm 付近に $^4S_{3/2}, ^2I_{11/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ 遷移, 650 nm 付近に $^4F_{9/2} \rightarrow ^4I_{15/2}$ 遷移が現れている事が確認出来る. よって, 光の三元色によって白色を示していると考えられる. また, 3 時間で焼成を行った時に最も強いピークが見られた.

Fig. 7 に XRD による結晶性ピークを示す. La_2O_3 (Hexagonal) のピークが全てのピークに見られる.

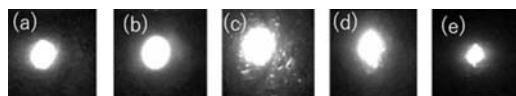


Fig. 5 白色 UC 蛍光体の発光図

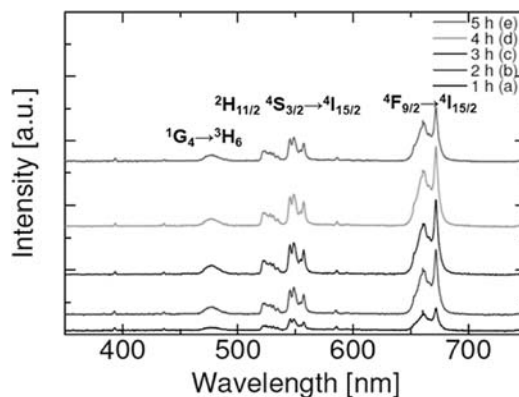


Fig. 6 白色 UC 蛍光体の PL 評価比較

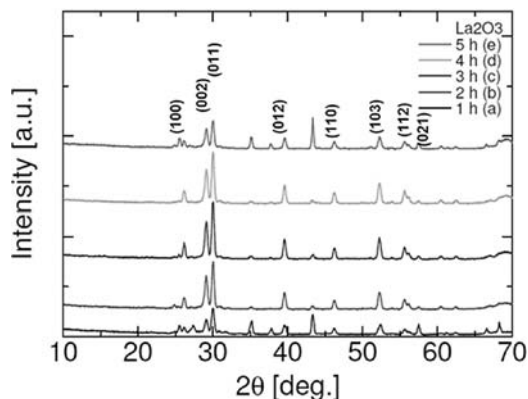


Fig. 7 XRD による結晶性比較

また, 3 時間で焼成を行ったときに最も強いピークが現れた.

4. まとめ・今後の課題

以上の様に, 母体の mol 比を変更させた場合, 発光色の変化を確認. また, 白色の UC 蛍光体の作製に成功し, 3 時間で焼成した場合に最も良い結果を得られた. 今後は, 様々なデバイスに UC 蛍光体を搭載できる様に薄膜化を狙って行きたい.