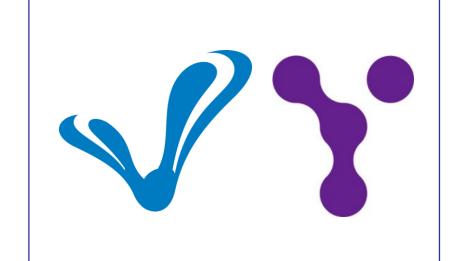
## 山梨大学

(材料)

# 希土類フリーゼオライト蛍光体を用いる 白色LEDの研究開発



久保田恒喜, 宮嶋尚哉, 阪根英人 (山梨大学大学院総合研究部工学域)

【今後の展開:照明産業、蛍光体製造業への応用を目指す】

環境や人体への高い安全性が期待できる蛍光体とそれを用いたLEDが作製できる

#### 【本研究の背景】

#### 既存の無機蛍光体

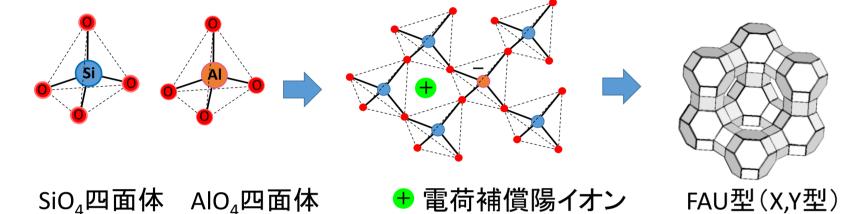
ドーパントの添加が必要 遷移金属元素、希土類元素 ホスト材料は高温で複雑な合成工程が必要で環境負荷が大

#### 求められる蛍光体

高価な希土類元素や遷移金属元素を含まない、 低コストで環境負荷の少ないホスト材料

#### 安価で環境負荷が低い蛍光体への期待が高まっている

#### ホスト材料としてのゼオライト



- ユビキタス元素でだけ構成される
- 低エネルギーコスト
- ・イオン交換で容易に蛍光中心を導入可

<u>蛍光体のホスト材料としてゼオライトは有望である</u>

#### ゼオライト系蛍光体

イオン交換等により蛍光を示す

遷移金属イオン Ag交換ゼオライト<sup>1</sup> 希土類イオン Eu交換ゼオライト<sup>2</sup>

1. E. Johan, Y. Kanda, N. Matsue, Y. Itagaki, H. Aono, J. Lumin., 213 (2019) 482-488. 2. Y. Wada, M. Sato, Y. Tsukahara, Angew. Chem. Int. Ed., 451 (2006) 925-1928.

Ag交換ゼオライトは、強い黄色の発光を示す しかしながら・・・

貴金属元素を含むためコストがかかる 感光性により紫外線や青色光で褐変する

実用化が難しい

#### アンモニウム形Y型ゼオライトの蛍光現象

- ドーパントの添加を必要としない
- 比較的低温の熱処理のみで発光を示す
- 紫外 青色光励起で強い白色光を発生する 希土類フリー蛍光体への応用が期待できる

#### 【本研究が解決する点】

希土類を含まないゼオライト系蛍光体作製

資源活用,コスト削減

白色LED化





## 既製品の代替を目指す

## 【研究内容】

蛍光体作製

データロガー

ガス入口

ピラニー真空計

焼成用電気炉

アルミナボート

分析

フロー

模式図

温度調節器

LED作製

熱拡散防止内蓋

ボート台

石英管

ガス出口

真空ポンプ

焼成条件

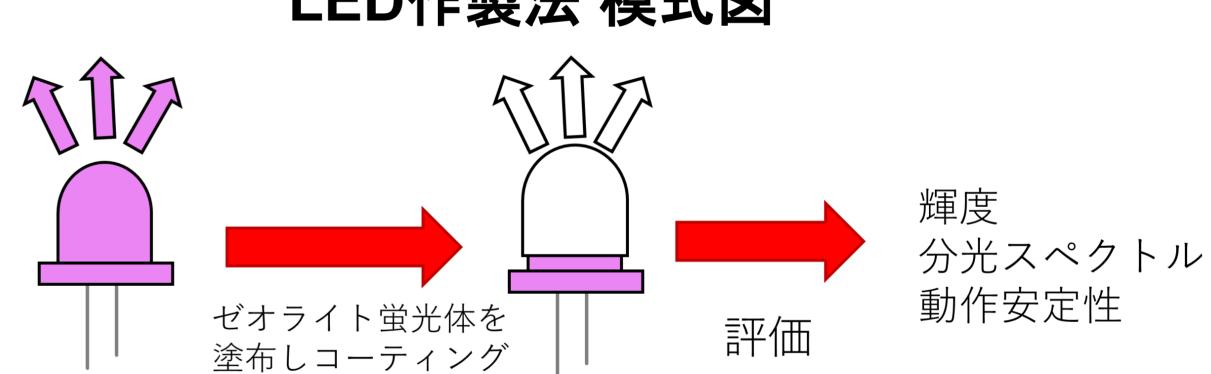
焼成時間 2 h 焼成温度 350°C

焼成ガス流量 0.5 L/min

同じプロセスを追加で2回繰り返す

3回焼成の手順

#### LED作製法 模式図



紫外LED

空気気流下において350 ℃で2 h焼成を行い、焼成ガスを止めずに室温まで徐冷

白色LED

1種類の蛍光体でよく

青色LED+黄色蛍光体と比較して演色性がよい

## 【結果】

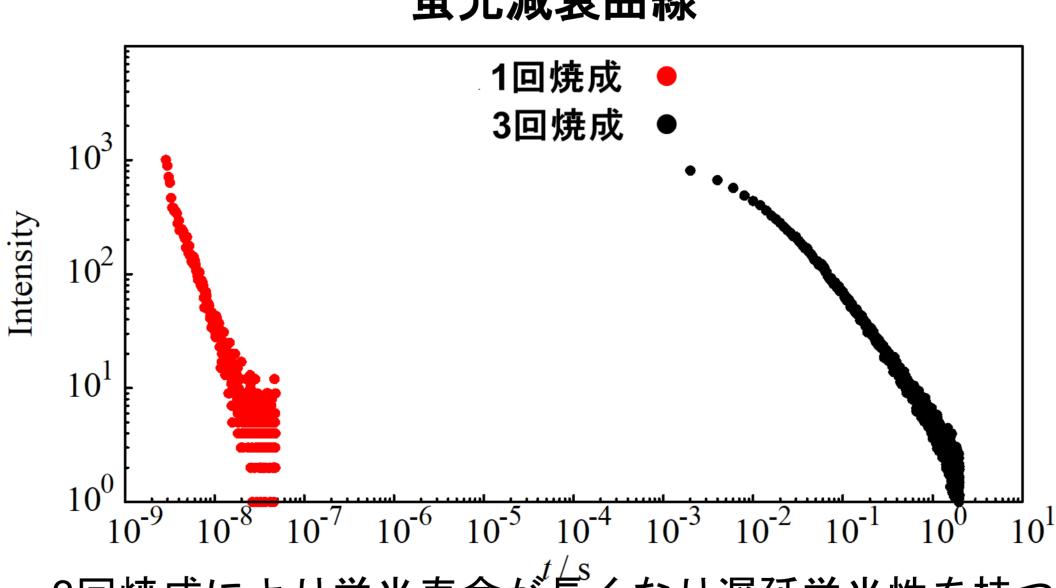
熱電対

#### 蛍光スペクトル

#### 700 3回焼成 1回焼成 600 450 -450 -500 400 nm 300 ₹ 350 200 350 100 300 -300 400 450 500 550 600 650 700 400 450 500 550 600 650 700 $\lambda_{em}$ / nm

空気中で3回焼成することで励起光と蛍光が長波長シフトし強度が増加する

### 蛍光減衰曲線



3回焼成により蛍光寿命が長くなり遅延蛍光性を持つ

#### 内部絶対量子収率 ( $\Phi$ )

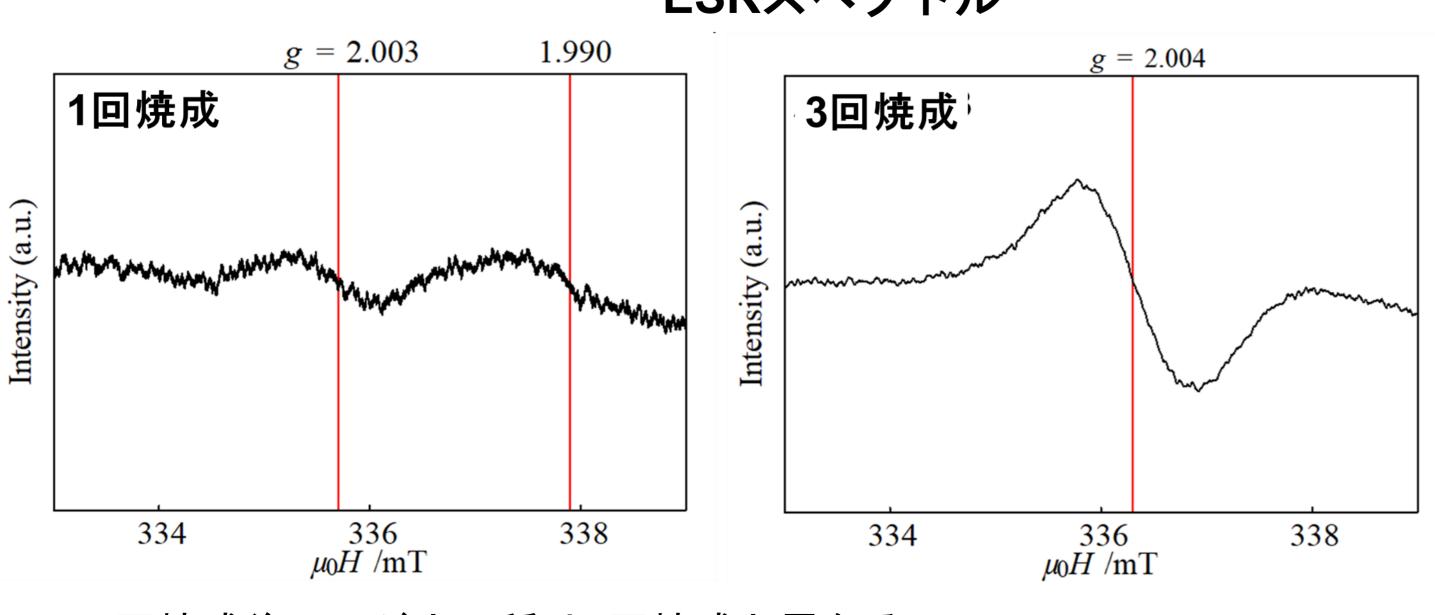
試料名 80.0 1回焼成 3回焼成 0.16

量子収率が2倍になる

白色LEDの色度座標分布

UV-LED:400 nm

### ESRスペクトル



#### 150 1回焼成蛍光体 140 130 照度 /lx 80 20 80 90 点灯時間/h

白色LEDの動作安定性

# 。3回焼成蛍光体 0.2

100時間以上の動作でも安定している

4500 K程度の色温度の白色蛍光

### 3回焼成後のラジカル種は1回焼成と異なる