

## 発光ガラス薄膜の製造方法

京都大学化学研究所

助教 正井 博和

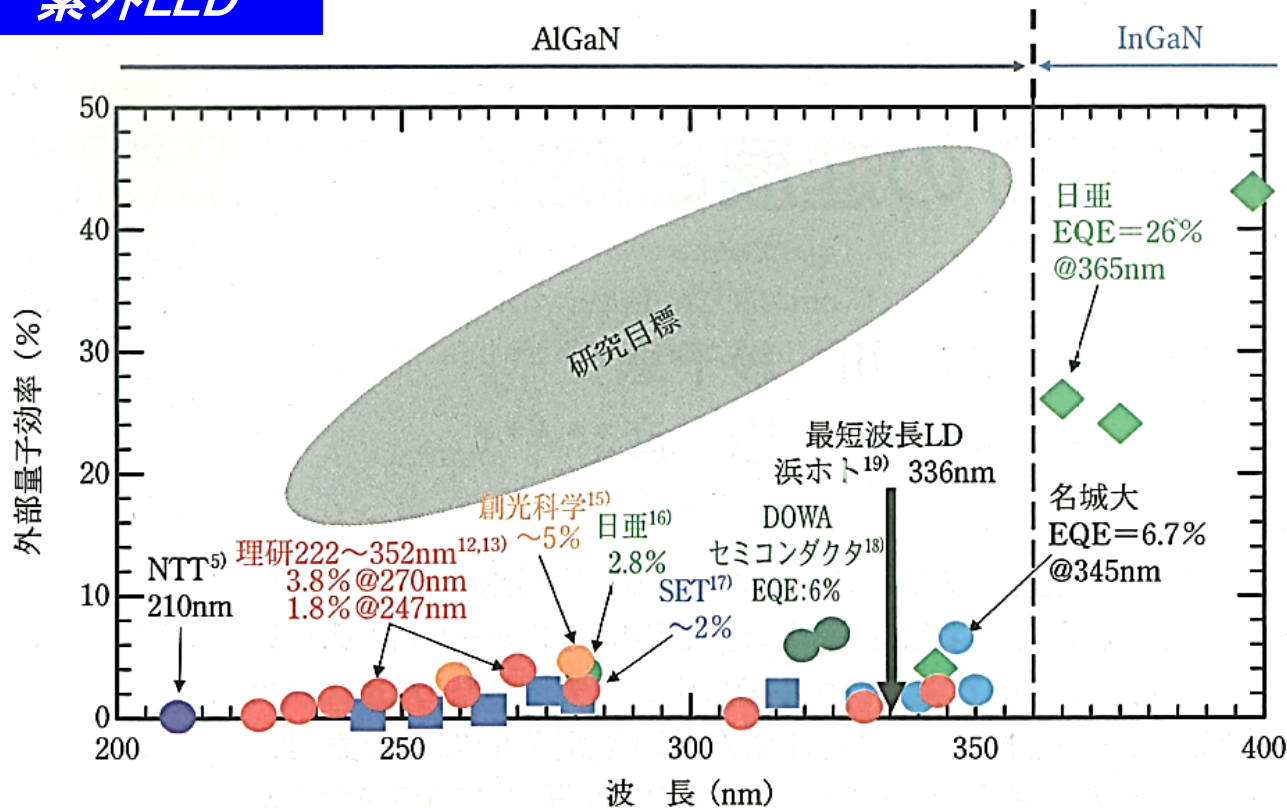
教授 横尾 俊信

# 背景

蛍光体・・・基盤材料として重要 (レーザー、LEDなど)

高効率 & 多様な発光特性を有する蛍光体の創製に関する研究開発が活発

## 紫外LED

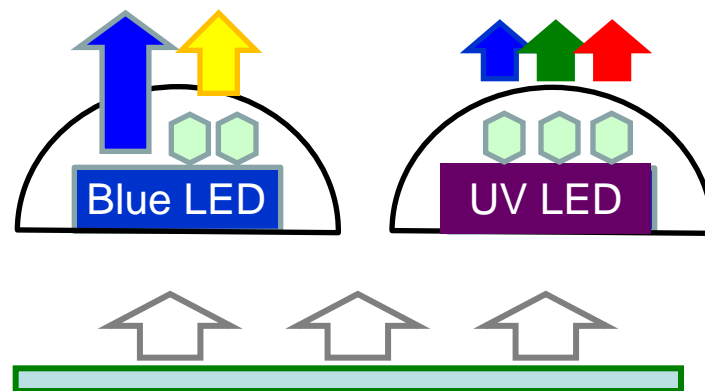


短波長化  
・  
高強度化

報告されているAlGaIn系深紫外LEDの外部量子効率 平山ら、「応用物理」vol.80, p.319-324. (2011)

## 従来の素子構造

結晶蛍光体を **バインダ(有機樹脂)** に分散させて使用



## 課題

- ▲ 将来の高強度光源に対する化学的耐久性が低い
- ▲ 透明性・熱安定性が不十分
- ▲ 希土類元素を含有(安定供給に対する懸念)
- ▲ 歩留りの問題が不可避

## 解決法

- 成形が容易な無機酸化物ベースの材料・・・ガラス
- 可能ならば、希土類フリー

# 結晶蛍光体とガラス蛍光体の比較

	従来の結晶蛍光体	ガラス蛍光体
形状	結晶微粉末	バルクあるいは ファイバ
バインダ	必要	不要
高強度光源に 対する耐性	高い耐久性 しかし バインダが劣化	高い耐久性
透明性	△	◎
希土類元素	大部分の材料で必要	不要？
発光効率	◎	？

結晶に匹敵する発光効率を示すガラス蛍光体は作製可能か？

# 従来技術(バルクガラス蛍光体)

## 高い発光効率を有するガラス蛍光体 (SnO-ZnO-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>系)

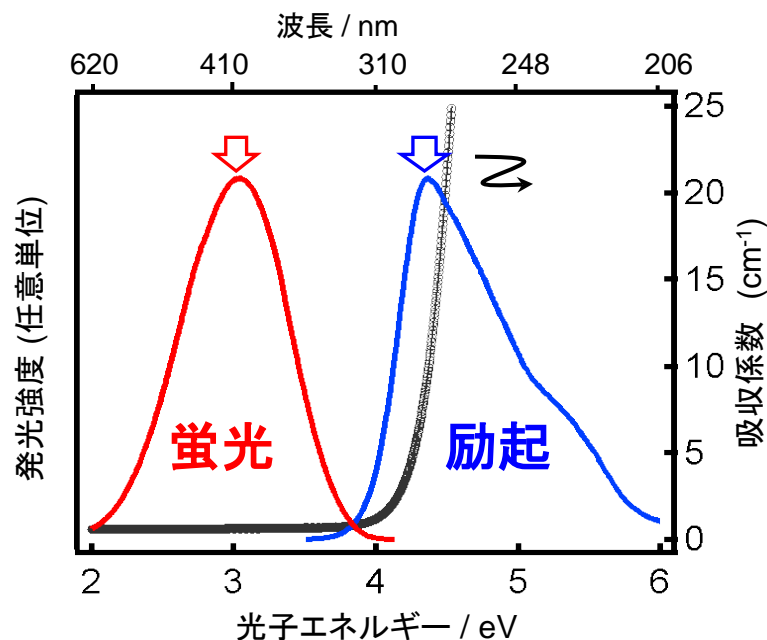
- 特許文献:

発光ガラス、ガラス被覆発光素子及び発光装置(特許公開2011-213569)

- 非特許文献:

H. Masai *et al.*, *Applied Physics Express*, **3** (2010) 082102.

### Sn<sup>2+</sup>の発光



# 従来技術とその課題

ガラス蛍光体の発光効率(内部量子収率) ~ 80%

## ◆ 透明性と賦形性を兼ね備えた新規蛍光体

- ・ ガラスの賦形性(大面積にも展開可能)
- ・ 希土類フリー、安価で毒性の少ない元素(元素戦略的観点)
- ・ LED個体間の色調のばらつきがない
- ・ 高い演色性の実現・高耐久性
- ・ 高屈折率・散乱によるロスを低減 (高効率発光が可能)
- ・ 透明性の制御
- ・ **試料表面近傍の波長変換**



## 課題

大面積に適応可能な薄膜形態にできないか？

(酸化物ガラスは1000°C以上で溶融するため、新規作製法が必要)

# これまでの技術

## 蛍光体薄膜作成(溶媒:エタノール)

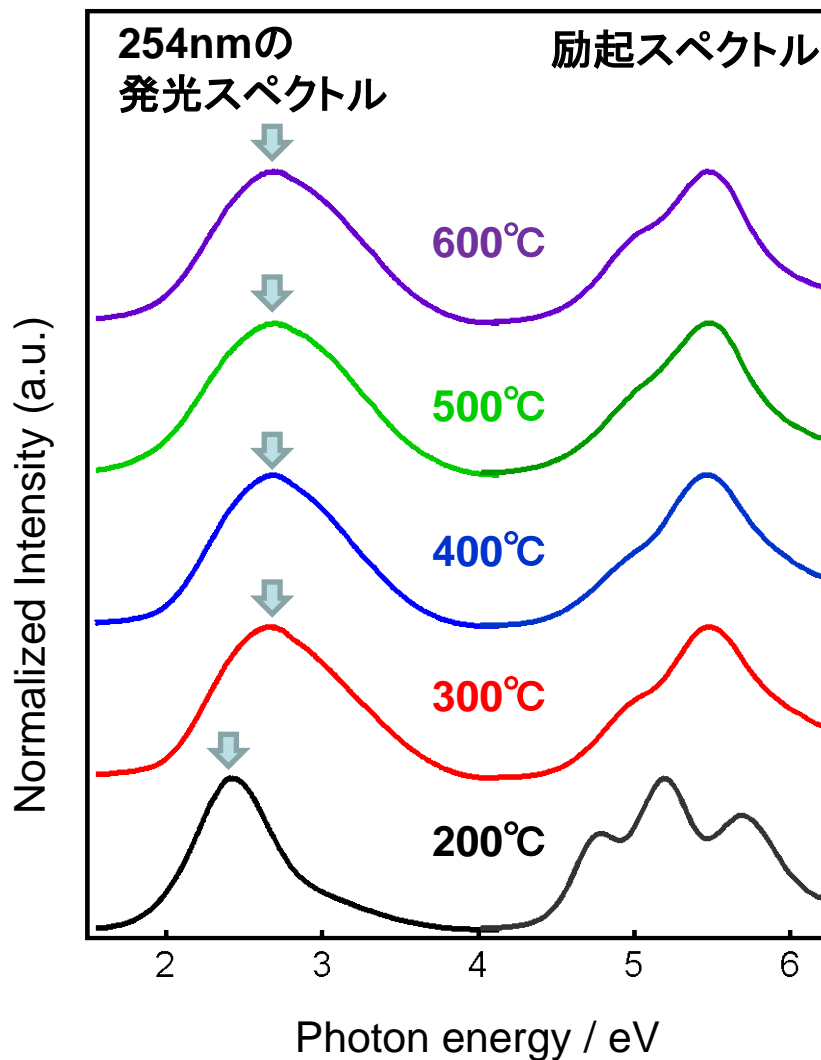
希土類フリー  
ガラス蛍光体薄膜の  
成功に成功

宮田ら 日本セラミックス協会2012年  
年会

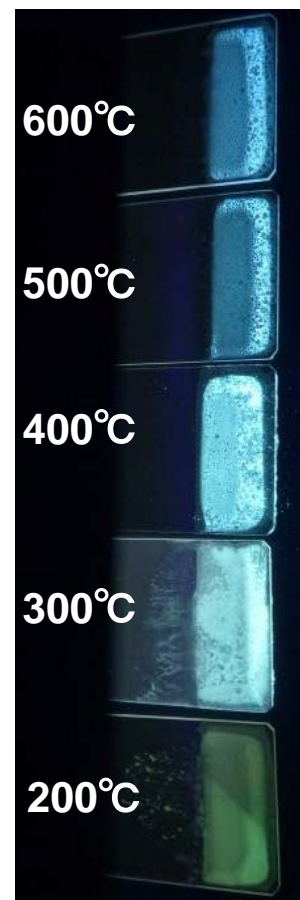
○発光波長の制御



透明で均一な蛍光体  
薄膜の作製法の開発  
が必要



254nm照射時



# 解決のアプローチ

発泡・クラック・・・溶媒の揮発が主原因

## 薄膜前駆体溶液

- 溶媒の揮発に伴う発泡・クラックの生成
- 粘度の制御が困難  
→厚膜化が困難
- 溶媒系

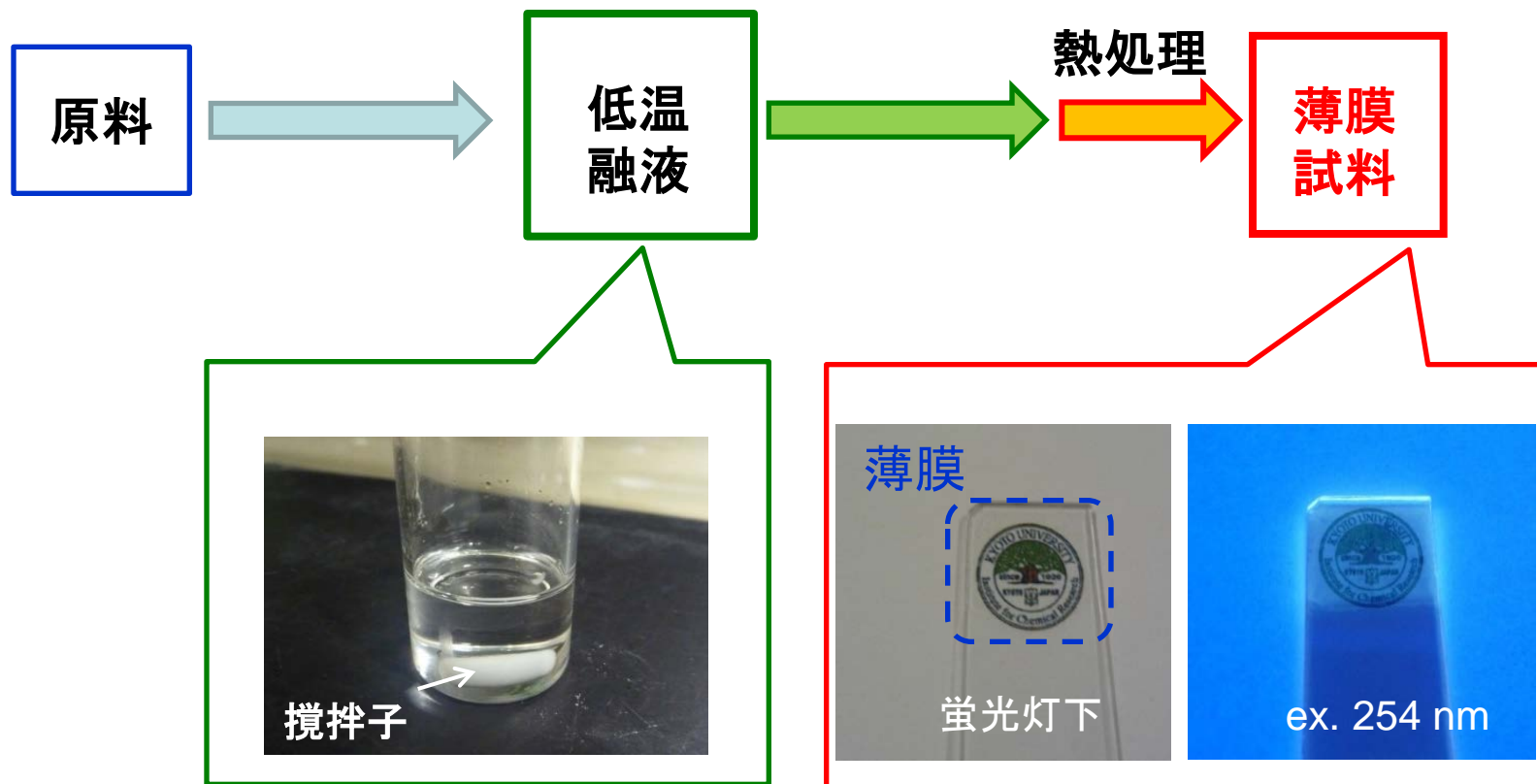


## 薄膜前駆体融液

- 発泡・クラックの抑制
- 粘度の制御が比較的容易  
→厚膜化が可能
- 基本的に非溶媒系

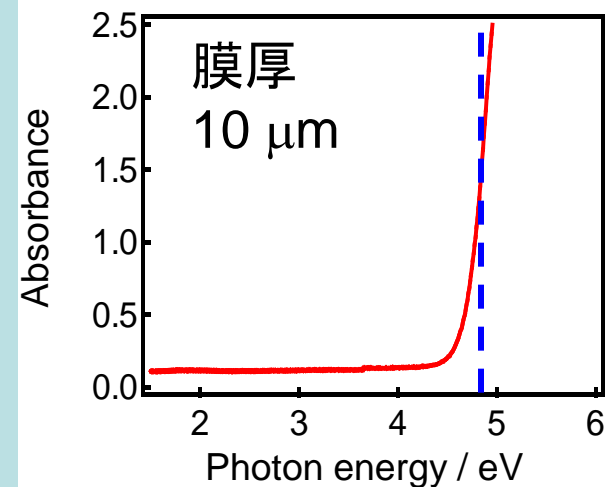


# 本試料の作製プロセス



薄膜の厚さは、融液の粘度と成膜条件(引き上げ速度など)によって調整可能

# 本研究の概要



## 本発明の 特徴

- ①透明性と発光特性を併せ持つ無機薄膜
- ②バルク試料に比べて大面積試料への適用が容易
- ③希土類元素フリー・多様な組成設計
- ④低温・低コストでの生産が可能
- ⑤高い発光効率（内部量子収率 >60%）

# 本研究と従来法との比較

	従来法 高分子重合	従来法 ゾルゲル	本発明法
ベース組成	有機	有機—無機 ハイブリッド	無機
作製温度 / °C	< 200	< 400	300~500
結晶蛍光体	必要	必要	不要(一体)
耐熱性	▲	○	◎
耐光性	▲	○	◎
均一性	○	○	◎
ガス透過性	▲	▲	○
厚膜化	容易	困難	可能

# 想定される用途

---

短波長・高強度の光源に対して耐性を有するガラス薄膜であることから、発光特性を利用した照明や光学部材への展開が想定される。

## 【本技術の適用産業】

➤照明・光学部材、蛍光標識、ガラスコーティングなど

# 実用化に向けた課題

- 作製条件の最適化
- 材料の化学的特性の向上
- 励起・発光波長のチューニング



# 本研究に関する知的財産権

---

- ・ 発明の名称 : 発光ガラス薄膜の製造方法
- ・ 出願番号 : 特願2012-160697
- ・ 出願人 : 国立大学法人京都大学
- ・ 発明者 : 正井博和、横尾俊信

# お問い合わせ先

---

**京都大学 産官学連携**

**関西TLO ライセンシング・アソシエイト**

**担当者：星安紗希・安部英理子**

〒606-8501 京都市左京区吉田本町

京都大学 産官学連携本部内 関西TLO(株)

TEL (075)753-9150 / (075)353-5890

E-mail : [hoshiyasu@kansai-tlo.co.jp](mailto:hoshiyasu@kansai-tlo.co.jp) (星安)

[abe@kansai-tlo.co.jp](mailto:abe@kansai-tlo.co.jp) (安部)