

365 nm紫外線LED励起で 広帯域白色発光するガラス

2024年9月5日



京都工芸繊維大学

材料化学系 研究員

坂口 浩一

従来技術とその問題点

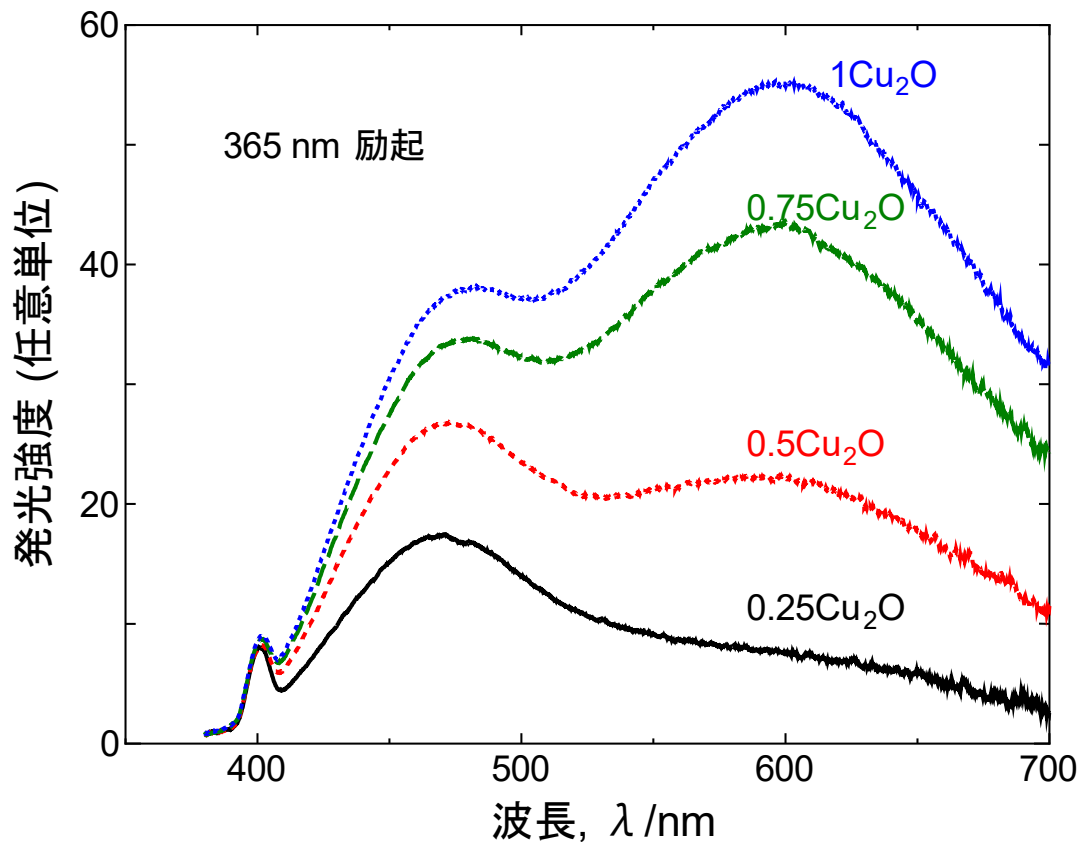
白色LEDは既に照明用として広く使われているが、
青色LED + 黄色蛍光体：演色性が低い
演色性改善型：複数の蛍光体使用に起因する課題
があり、その解決のための開発は継続されている。

新技術の特徴・従来技術との比較

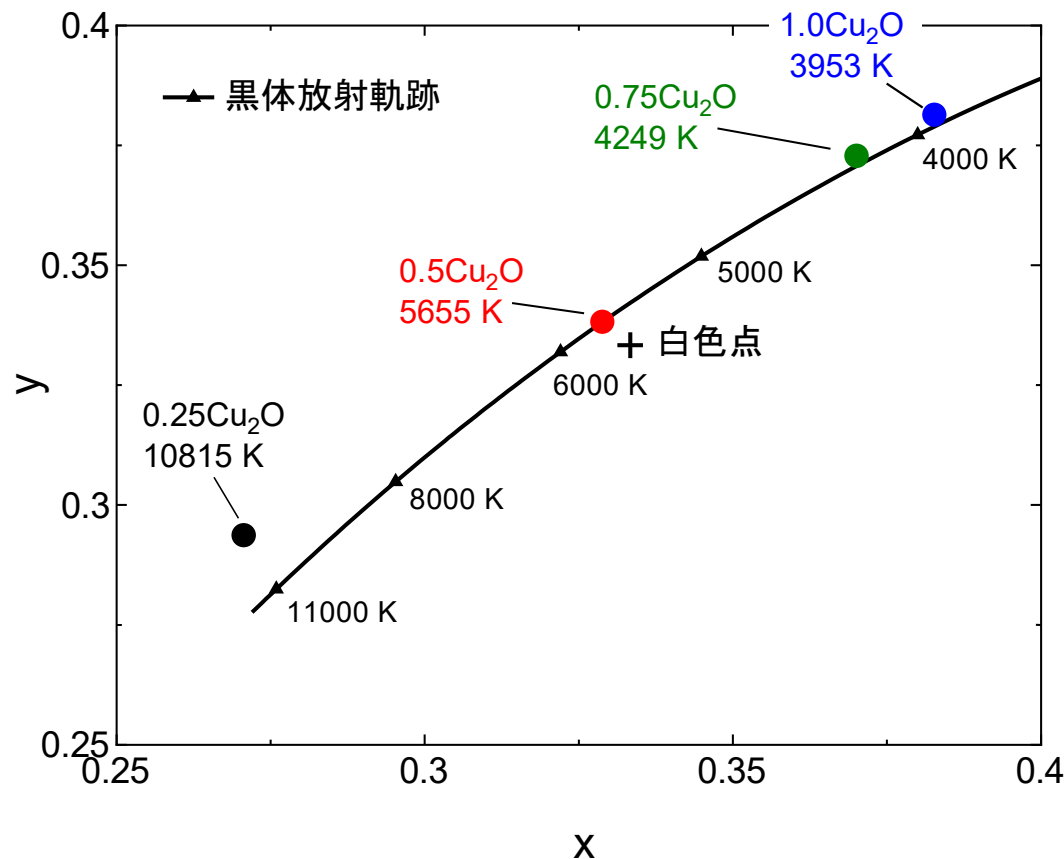
- 銅イオンを含有する単一のガラス材料により365 nm励起で可視域全域に広い発光スペクトルを得て、寒色系から暖色系まで幅広い発光色を得ることに成功した。
- 従来の演色性改善白色LEDでは複数の蛍光体を用いていたが、本技術では単一の発光材料でよく、構造設計、製造工程が簡素になる。

365 nm励起での発光スペクトルと色度

ガラス母組成 (mol%) : 18MgO·18Al₂O₃·64SiO₂



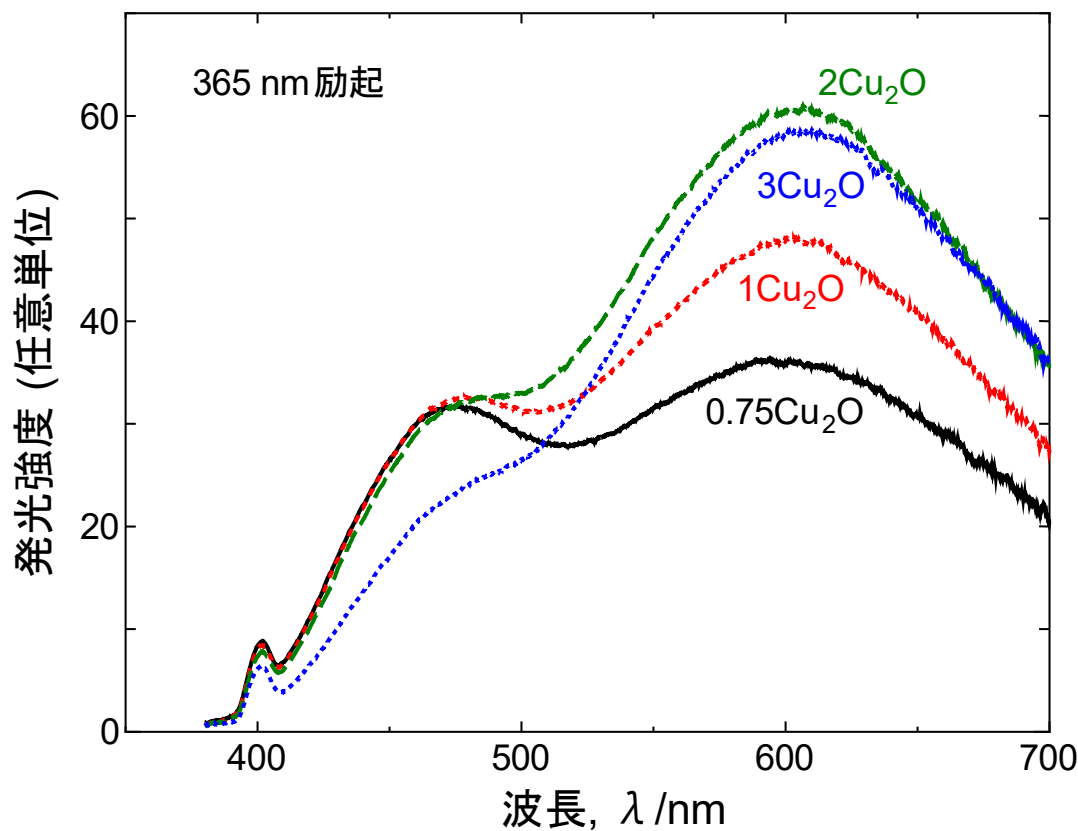
発光スペクトル



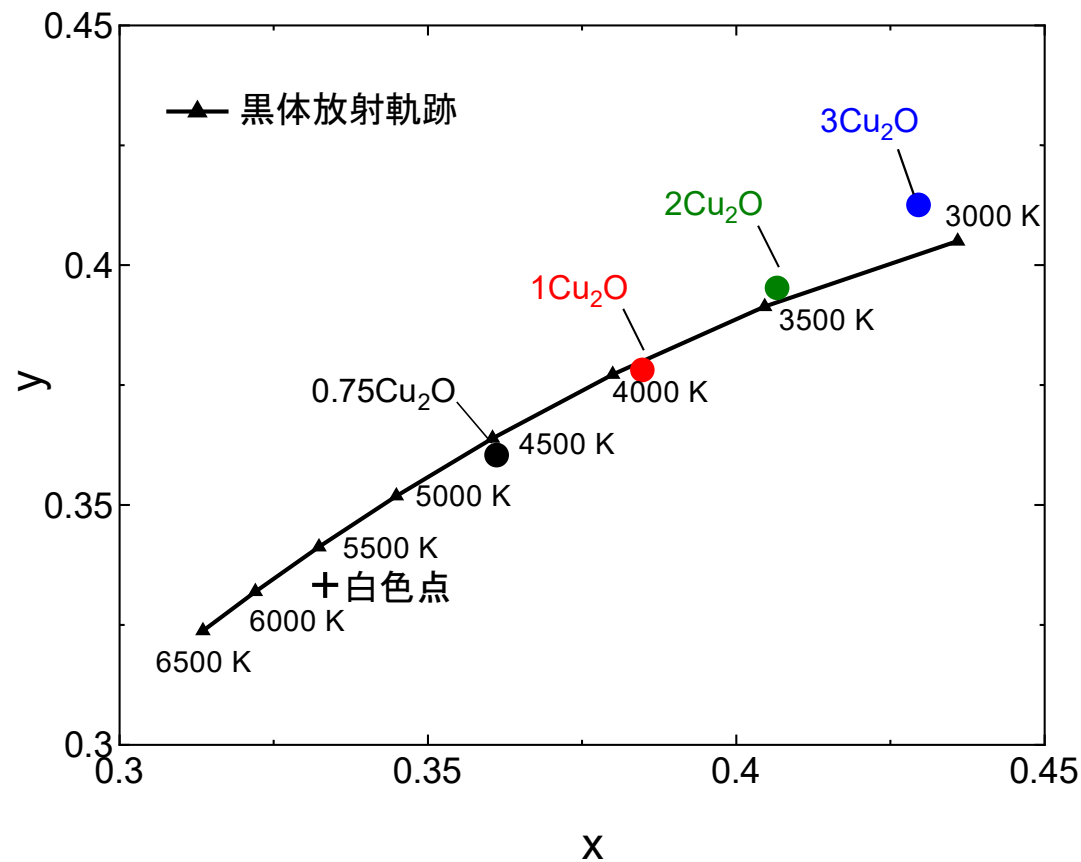
xy色度図

365 nm励起での発光スペクトルと色度

ガラス母組成 (mol%) : 13MgO·17Al₂O₃·70SiO₂

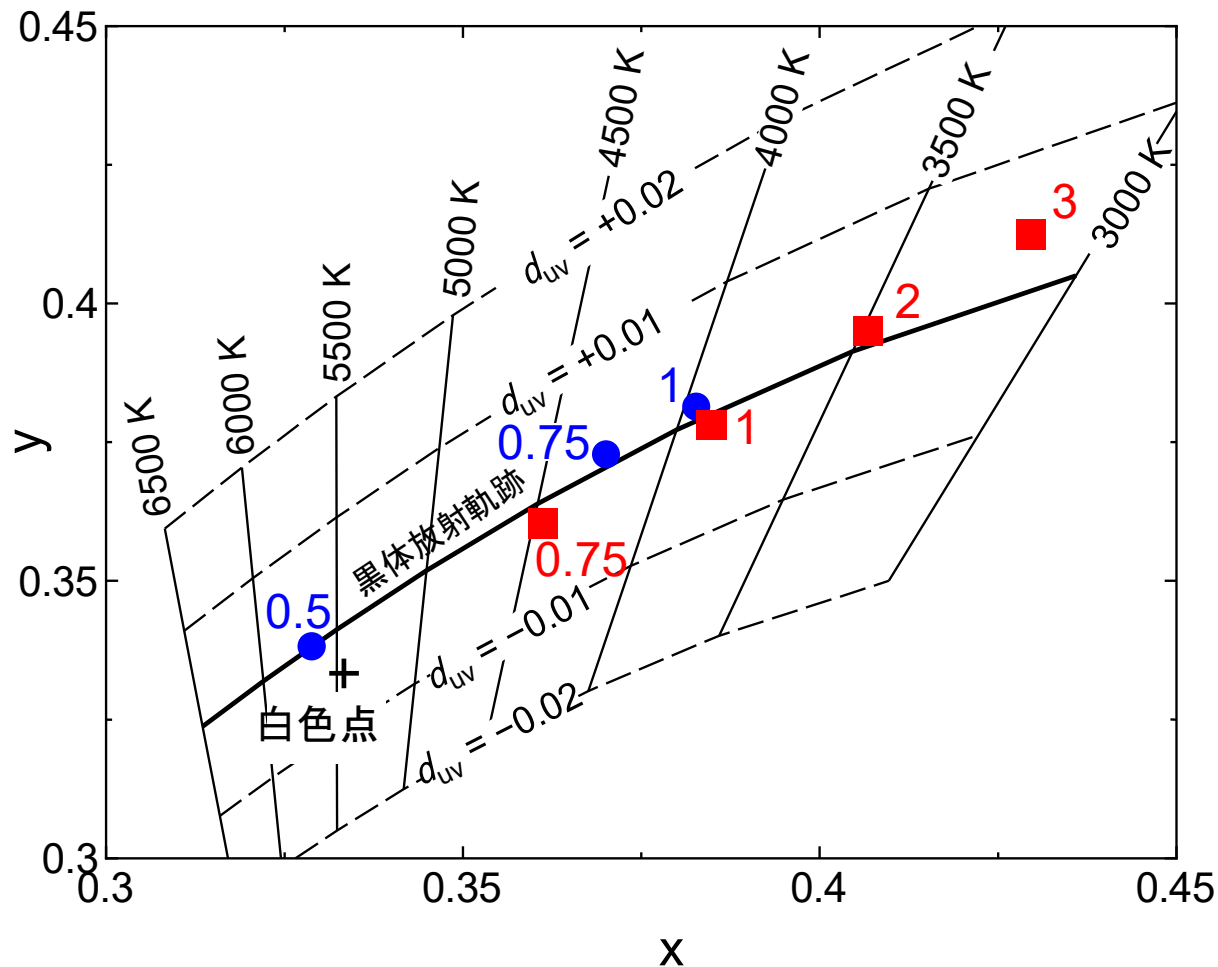


発光スペクトル



xy色度図

組成による発光の色度変化 (365 nm励起)

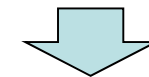


ガラス母組成 (mol%) :

- 18MgO·18Al₂O₃·64SiO₂
- 13MgO·17Al₂O₃·70SiO₂

データ点横の数字は
Cu₂O濃度(mol%)

- ・ガラス母組成
 - ・銅濃度
- の選択



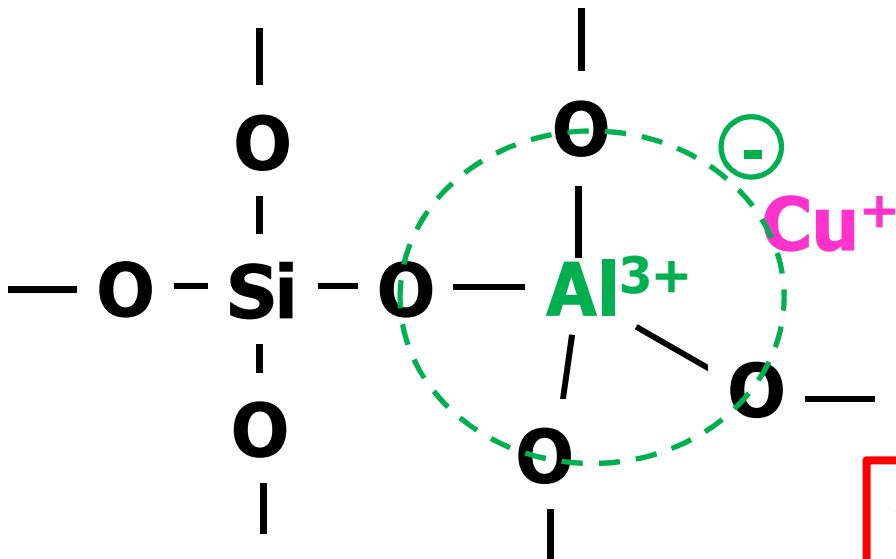
寒色系 ($T_{cp} < 6500$ K) から
暖色系 ($T_{cp} \sim 3200$ K)まで
幅広い発光色が得られる

ガラス中銅イオンの酸化還元状態

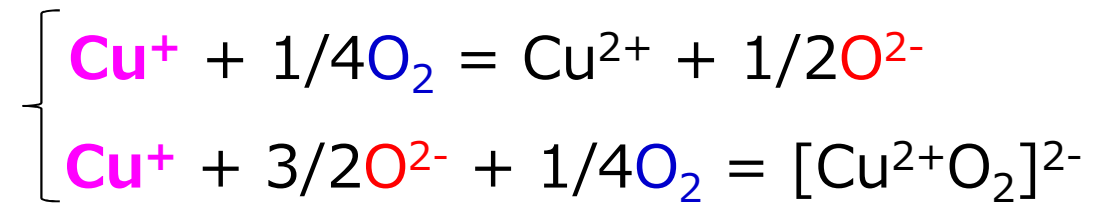


Cu⁺イオンを安定的に保持する ガラス組成

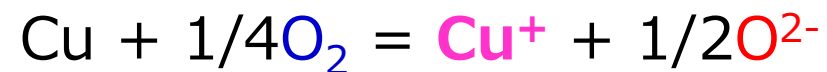
- アルカリを含まないアルカリ土類アルミノシリケートガラス
⇒ MgO·Al₂O₃·SiO₂系



Cu⁺とCu²⁺間の平衡反応



CuとCu⁺間の平衡反応



- ・目標：[Cu²⁺]/[Cu⁺] << 1
- ・各平衡状態はガラスの塩基度（ガラス組成）と系の酸素分圧 p_{O_2} （実際には還元剤の量）で決まる

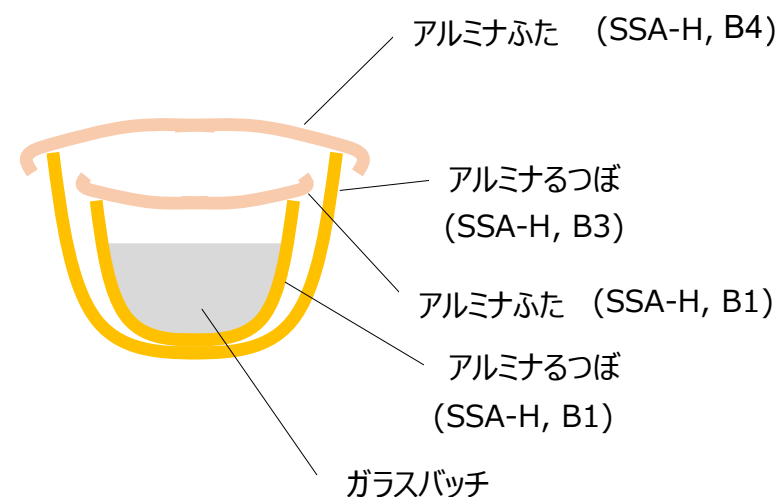
実験におけるガラスの作製方法

- 原料
 - 試薬： SiO_2 , Al_2O_3 , MgO , Cu_2O
 - 還元剤：カーボン
- バッチ：ガラスとして15 g相当のバッチをアルミナ乳鉢で混合
- 熔融条件
 - 1600°C-1 h, 炉内で放冷
 - 同一組成に対し、無色のガラスが得られるカーボン量を調査



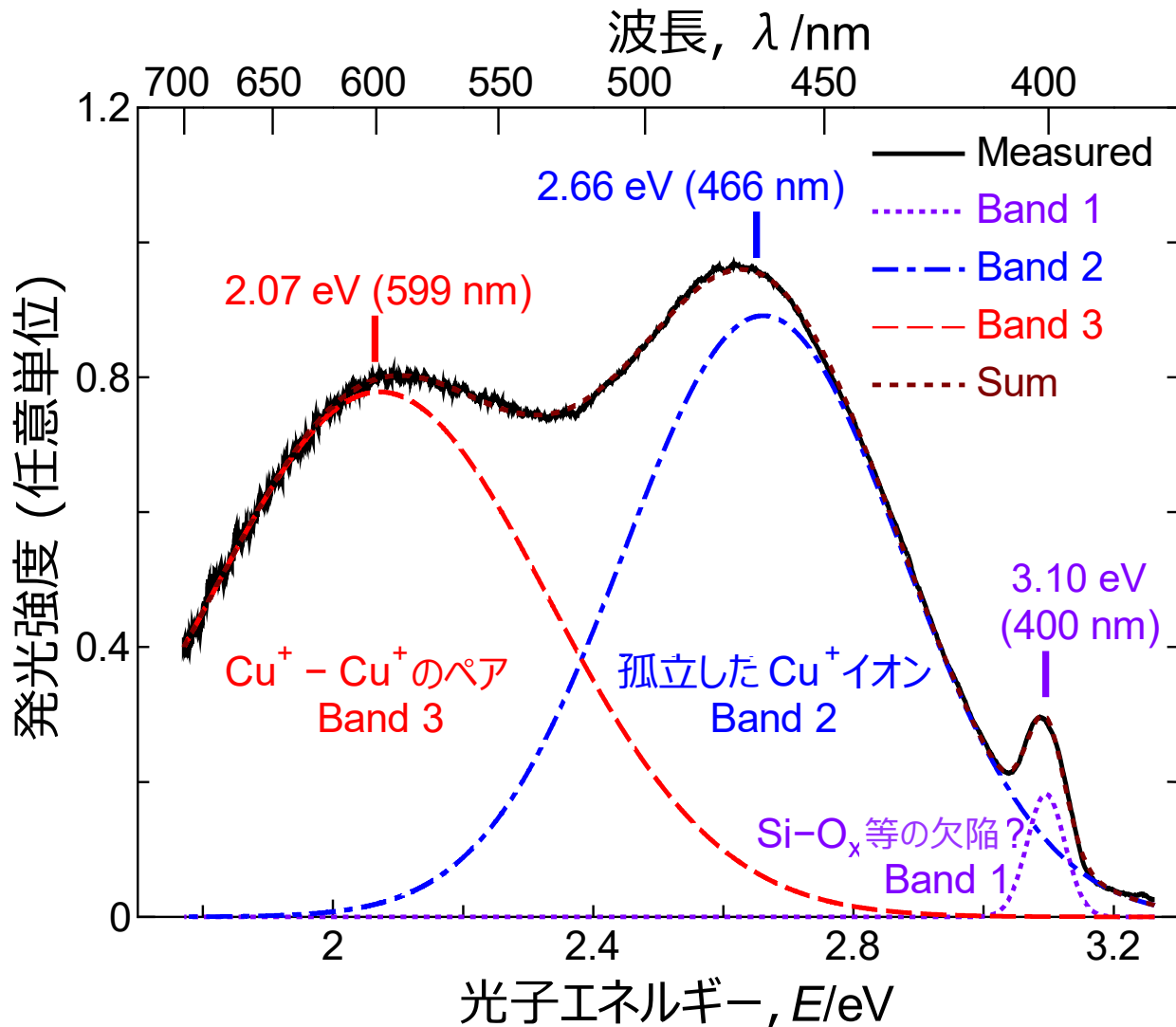
「無色となるカーボン添加量」

⇒ $[\text{Cu}^{2+}]/[\text{Cu}^+] \ll 1$ となる p_{O_2} に対応



実験に用いた二重るつぼ

組成による発光色変化のメカニズム



左図：0.5 Cu_2O 添加
18 $\text{MgO} \cdot 18\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 64\text{SiO}_2$ の
発光スペクトルと波形分離結果

発光種：

470 nmピークの発光帯 (Band 2)

⇒ 孤立した Cu^+ イオン

600 nmピークの発光帯 (Band 3)

⇒ 2コの Cu^+ イオンのペア

銅濃度を増やす

⇒ Band 3の相対強度増大

⇒ 色度が暖色側へ移行

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MgO}$ 比率の大きい母組成で高銅濃度のガラスを実現

想定される用途

- 365 nm紫外線LED + 本技術の発光ガラスによる演色性改善白色LED
- ガラス組成の選択により寒色系から暖色系まで幅広い相関色温度に対応できるため、特殊用途の照明に適用可能。
- 特に相関色温度が3000 K程度の照明については、他の蛍光体より刺激純度が小さく柔らかい印象の店内照明等に好まれる色調が得られる。

実用化に向けた課題

- 現在、発光スペクトルをもとにした発光色の評価は完了している。実際の紫外線LEDを用いたときの発光スペクトル、色度、および長期の特性変化の確認は必要。
- 今後、発光色ごとに量子収率のデータを蓄積し、もっとも効率の良いガラスの使い方（粒径等）を具体化する。
- 実用化に向けて、酸化還元度を適正範囲に制御したガラスの製造技術を確立する必要あり。

企業への期待

- 酸化還元度を制御したガラス（粒）製造については、気中熔解の技術の応用が適していると考えている。
- 紫外線LEDの技術を持つ企業との共同研究を希望。
- また、暖色系の小型照明を開発中の企業には、本技術の導入が有効と思われる。

企業への貢献、PRポイント

- 本技術はすでに好適なガラス組成範囲が特定されており、その組成のガラスの製造技術を確立、応用製品を具体化することでより企業に貢献できると考えている。
- 本技術の導入にあたり必要な追加実験を行うことで科学的な裏付けを行うことが可能。
- 本格導入にあたっての技術指導等

本技術に関する知的財産権

- ・ 発明の名称 : ガラス組成物
- 出願番号 : 特願2023-159168
- 出願人 : 国立大学法人京都工芸繊維大学

問い合わせ先

京都工芸繊維大学

産学公連携推進センター 知的財産戦略室

(研究推進・産学連携課 知的財産係)

Tel 075-724-7039

Mail chizai@kit.ac.jp

Web <https://www.liaison.kit.ac.jp/>