

研究成果（小テーマにつき2ページ以内でまとめてください）

サブテーマ名：5 電界電子放出型光源技術の開発 小テーマ名：5-2 電界電子放出型光源技術の開発
サブテーマリーダー（所属、役職、氏名） （財）高知県産業振興センター 専門研究員 西村 一仁 研究従事者（所属、役職、氏名） 高知大学 理学部 准教授 梶芳 浩二 高知大学 理学部 非常勤研究員 Xue Lihong
研究の概要、新規性及び目標 研究の概要 カソードルミネッセンスを原理とする電界放出型光源の特徴である高輝度・低消費電力・無公害性を生かし、車載用液晶ディスプレイなどに利用可能な面発光光源の実用化が上位テーマの目標である。電界放射型の蛍光体は、多方面で研究がなされているが低電圧で安定に発光する蛍光体は未だ存在しない。また、冷陰極の発光効率、寿命を決定するのも蛍光体であり、特に電子照射損傷による劣化・短寿命化が著しいため、長寿命化を計る必要がある。また、スローリークによる光源の劣化に対応するための真空封止も必要である。 研究の独自性・新規性 本テーマは主として蛍光体粒子の最表面層のエッチングや表面へのナノコーティング形成など、ナノレベルで蛍光体粒子表面を改質・改良するところに独自性・新規性がある。 研究の目標（フェーズ毎に数値目標等をあげ、具体的に） 蛍光体発光特性の改良および真空封止に関する以下の要素技術を開発すること。 1. 球状ナノ粒子の合成：球状ナノ粒子を基板表面に2次元規則配列させることにより、面内均一な高輝度発光が可能な面発光光源用エミッタ膜技術を開発すること。 2. 蛍光体の表面層除去技術：硫化亜鉛系蛍光体の最表面に存在する非発光層を除去する技術を開発すること。 3. 蛍光体の酸化物ナノコーティング技術：膜厚が5～10 nmの酸化物保護膜形成技術を開発すること。 4. ジュメット線のセラミックコーティング技術：ジュメット線に対する封止ガラスの"ぬれ性"を向上させるセラミックコート技術を開発すること。
研究の進め方及び進捗状況（目標と対比して） 「球状ナノ粒子の合成」は予定どおりに進行した。「蛍光体の表面層除去技術」および「蛍光体の酸化物ナノコーティング技術」は、発光特性の長寿命化に関わる評価が進行中である。「ジュメット線のセラミックコーティング技術」は、ジュメット線自体の表面の粗さ・脆さを再認識して、テーマ目標を再設定するべきと考えられる。
主な成果 フェーズ 1. 球状微粒子の合成 水熱法やゾルゲル法を利用して、粒子径が100nmから1 μ mのシリカ球状微粒子を合成する技術を確認した。また、「ゼータ電位測定装置」を導入し、微粒子を分散した溶液のゼータ電位を制御することにより生成した球状微粒子を高度に分散させる手法を確認した。 2. 蛍光体の表面層除去技術 酸エッチングにより、蛍光体粒子の最表面に存在する非発光層（電子-正孔再結合中心）を除去する技術を開発した。 3. 蛍光体の酸化物ナノコーティング技術 均一な膜生成が可能と考えられるSiO ₂ と、電気伝導性をも付与できる可能性のあるTiO ₂ の2種類の酸化物について、有効な表面活性剤を見出し、膜厚が数十ナノメートルの酸化物コーティングの均一形成技術を確認した。均一性の評価においても、「ゼータ電位測定装置」を活用した。これらの成果は主にMaterial Letters 60 (2006) 1284-1286, Nanotechnology 18 (2007) 095607 (5pp)にて発表した。 フェーズ 3. 蛍光体の酸化物ナノコーティング技術 コーティング対象であるZnS原料粒子の表面には数十～数百nm径の微粒子（SiO ₂ とみられる）が付着している。この付着粒子の存在により膜厚が数十nm以下のコーティングの評価が困難であった。そこで、付着粒子を除去する酸エッチング方法を確認した上で、エッチング後のZnS粒子へのSiO ₂ およびTiO ₂ コーティングを検討した。その結果、高コストの表面活性剤の使用を回避でき、しかも膜厚制御性が向上し、7～50nmで膜厚制御可能な、非常に均一な酸化物コーティング

を形成できる技術を開発した。これらの成果は主に 日本セラミックス協会主催第 19 回秋季シンポジウム(H18.9.19), 第 20 回秋季シンポジウム(H19.9.12), Thin Solid Films(in press) にて発表した。

4. ジュメット線のセラミックコーティング技術

光源ランプ封入用リード線に用いるジュメット線のガラス封着において問題となっている、スローリークによるライフ特性の低下に対応するために、ジュメット線に対する封止ガラスの"ぬれ性"を向上させるジュメット線のセラミックコート技術を検討した。コート材料としては封止ガラス類似組成のガラス質コートが多結晶質コートよりも成膜性が良好であるため、SiO₂主成分とする組成のガラスのコーティングの形成条件を検討した結果、成膜の均一性の点で、単純な SiO₂ 組成のコーティングを選択した。しかしながら、市販のジュメット線に元々存在する表層が極脆く粗い(入手段階で剥離箇所認められる)ため、スムーズな表面にはならない。コーティング膜厚を数マイクロンにしてもこの問題点は残った。

特許件数：0件 査読論文数：4件 口頭発表件数：5件

研究成果に関する評価

1. 国内外における水準との対比

蛍光体の酸化ナノコーティング技術は、コーティングの均質性および膜厚の均一性で既報論文よりも格段に優れた世界トップ水準にある。

2. 実用化に向けた波及効果

蛍光体の酸化ナノコーティング技術は、低電圧発光蛍光体粒子表面にも同レベルのコーティングを形成できるものと考えられる。また、この酸化ナノコーティングは、蛍光体のみならず多くの材料に保護機能・触媒機能などを付与するものとして適用でき、波及効果は極めて大きいと考える。

残された課題と対応方針について

スローリークに対して有意なジュメット線のセラミックコーティングを形成するためには、

1) 表層を一旦除去してからコーティングを形成する

2) ジュメット線以外を封入用リード線にする

等が必要であると認識する。この方針に基づいて、ジュメット線のセラミックコーティング技術の確立を検討する。

	J S T 負担分 (千円)							地域負担分 (千円)							合計
	H14	H15	H16	H17	H18	H19	小計	H14	H15	H16	H17	H18	H19	小計	
人件費	-	0	0	0	0	0	0	-	1,468	1,190	0	1,447	1,426	5,531	5,531
設備費	-	4,667	0	0	0	0	4,667	-	0	0	0	0	0	0	4,667
その他研究費 (消耗品費、 材料費等)	-	1,200	1,200	1,786	1,693	1,017	6,896	-	239	0	1604	0	0	1,843	8,739
旅費	-	0	0	214	307	182	703	-	0	0	223	0	0	223	926
その他	-	0	0	0	0	1	1	-	138	0	0	0	0	138	139
小 計	-	5,867	1,200	2,000	2,000	1,200	12,267	-	1,845	1,190	1,827	1,447	1,426	7,735	20,002

代表的な設備名と仕様 [既存 (事業開始前) の設備含む]

J S T 負担による設備：ゼータ電位測定装置、高温電気炉

地域負担による設備：

複数の研究課題に共通した経費については按分する。