

レーザを用いた金属表面への蛍光体生成に関する研究

ものづくり基盤技術課 高松周一

1. 緒言

既報¹⁾でアルミニウム陽極酸化材にイットリウム(Y)を含む化合物を電析させ、炭酸ガスレーザ処理することにより、イットリウム・アルミニウム・ガーネット(YAG)が生成することを示した。本研究では、陽極酸化材を用いて蛍光特性を示す YAG:Ce の皮膜が生成できれば、アルミニウム表面へ蛍光体が生成できるものと期待している。このために陽極酸化材へ Y と Ce を含む化合物を電析させ炭酸ガスレーザ処理を行った。

2. 実験方法

既報に基づき、A5052 材を 40℃ の 4mass% シュウ酸・2 水和物中で 25Vx60min 間陽極酸化→同液中で 0Vx40min 間放置(ポアワイドニング(PW)処理)→25Vx5min 間陽極酸化した。この皮膜材を陰極として、25Vx2min 間の直流電析処理を行った。電析処理には、酢酸イットリウム四水和物と酢酸セリウム(III)一水和物を合わせて 0.025mol/L となるように調整した溶液を用いた。溶液の Y と Ce の比率は、Ce/(Y+Ce)で、0~約 30mol%とした。なお、酢酸セリウムの水溶液は不安定で、Ce³⁺が Ce⁴⁺となり、水酸化物や酸化物として沈殿することが知られているため、日毎に調製した。

酢酸イットリウム四水和物のみの溶液を用いた既報では、これにより、YAG 生成量も多く、ほぼ YAG 単相になることがわかっている¹⁾。

3. 実験結果および考察

図 1 に、Ce2mol%電析材をレーザ出力 10%~80%で 1

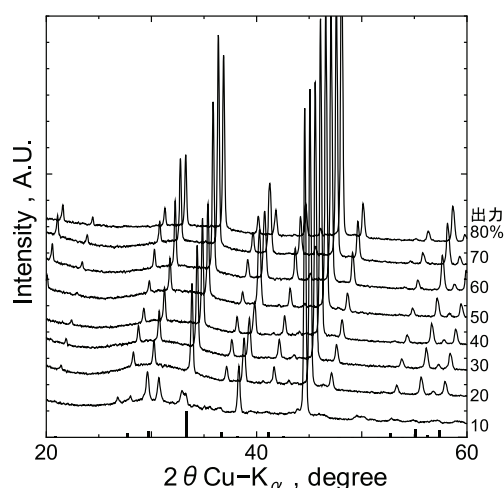


図 1 レーザ出力の影響(Ce2mol%)

回のみレーザ処理した時の X 線回折(XRD)結果を示す(見やすくするために、角度方向にずらしている)。

既報と同様に、レーザ出力 10%では、ガーネット相(以下、G 相)は、ほとんど生成しなかったが、出力 20%以上で G 相が出現し、出力が大きいほど大きくなった。

図 2 に、Ce 濃度の異なる液中で電析処理したものを 60%で 1 回レーザ処理した皮膜の XRD 結果を示す。

また、YAG の最強線である(420)の回折線の強度(2θ=33.33°)と Ce 濃度の関係を図 3 にまとめる。

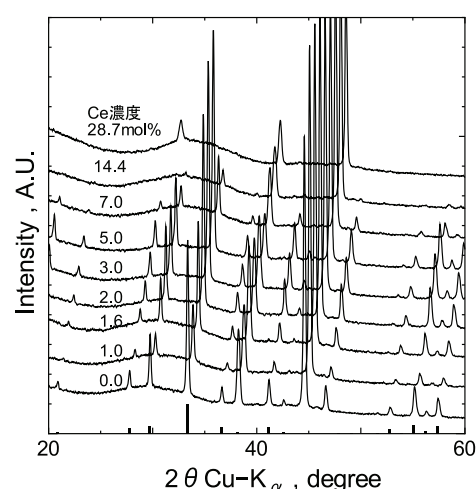


図 2 Ce 濃度の影響(レーザ出力 60%)

図 2, 3 から、2~5mol%までは Ce 濃度が高いほど G 相の回折線は大きくなるが、以降は添加量が多くなると急激に小さくなり、28.7mol%添加では、ほとんど認められなくなる。

図 1 に示した試料の蛍光特性を、図 4 に示す。

なお、蛍光特性は、励起光に波長 460nm を用い、蛍光スペクトル(470nm ~ 970nm)を 1.0nm 毎に測定した。

蛍光特性は、G 相がほとんど含まれない出力 10%処理材では小さく、G 相の生成が明確になった 20%から大きくなり、出力が大きいほど高くなる傾向を示した。

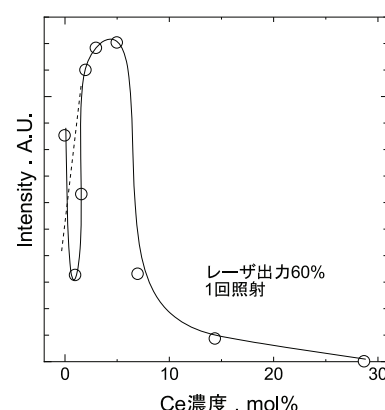


図 3 回折線(420)の強度変化

図5に、蛍光ピーク強度とCe濃度(0~7mol%)の関係を示した。なお、図には、レーザ出力10~80%の結果をまとめた。

蛍光強度は、レーザ出力ではあるものの、2mol%まで急激に増加し、以降は緩やかに減少する傾向を示した。

YAG:Ceの蛍光特性が2mol%が最大となる結果は、溶液法で合成した村川らの結果²⁾に類似する。

図6にXRDによる(420)の回折線強度と蛍光ピーク強度の関係を示す。

図6から、Ce濃度が"0"の試料はG相が生成

しても蛍光性は無く、Ceを添加した系ではG量と蛍光特性には良好な相関関係があることがわかる。

このことはすなわち、強い蛍光特性を有する様にするためには、G相の生成量を増やすことが重要であることを示唆している。

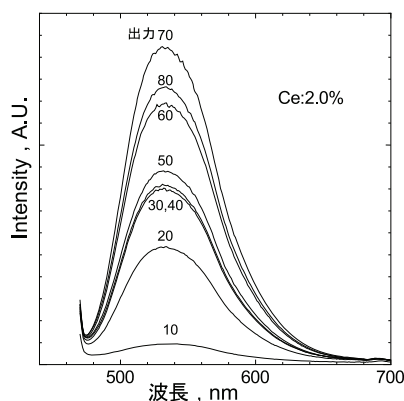


図4 Ce2mol%材の蛍光特性

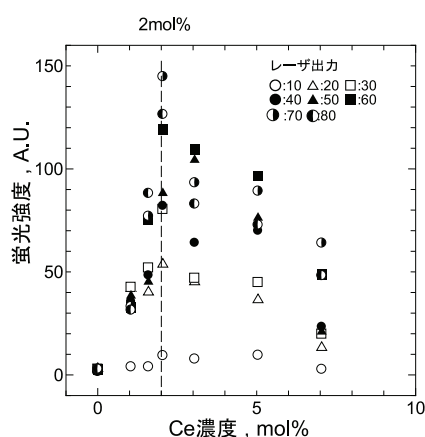


図5 蛍光強度へのCe濃度の影響

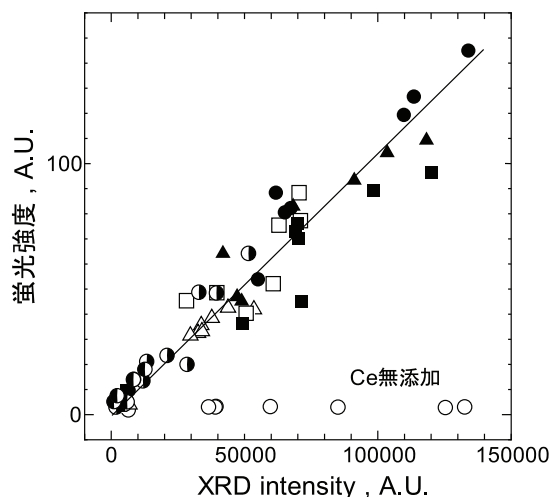


図6 G相生成量と蛍光強度の関係

4. 結言

酢酸Yと酢酸Ceの混合溶液中で電析処理した陽極酸化アルミニウム皮膜をレーザ処理し、YAG:Ce生成へのレーザ出力の影響、Ce濃度の影響、そして、得られた皮膜の蛍光特性を調べた。

その結果、既報と同様にレーザ出力20%(8W)程度からYAG:Ceが生成した。また、Ce濃度に対しては2~5mol%でG相の生成量が最大になった。この皮膜の蛍光特性は、Ce濃度が2mol%で最大となり、Ce0mol%を除いてG相の生成量と蛍光特性の間には良い相関があった。

参考文献

- 1) 高松 他: 富山県産業技術研究開発センター研究報告, **38** (2024) 17-18
- 2) 村川琢郎 他: 第57回応用物理学関係連合講演会, 14-231, 19a-TF-4 (2010)

キーワード: アルミニウム合金、陽極酸化、炭酸ガスレーザ、YAG:Ce、Ce濃度、蛍光特性

Study on Phosphor Manufacturing on Metal Surface Using Laser

Core Manufacturing Technology Section; Shuichi TAKAMATSU

Anodic aluminium oxide coatings electrodeposited in a mixed solution of Y-acetate and Ce-acetate were laser treated to investigate the effect of laser power on YAG:Ce formation, the effect of Ce concentration and the fluorescence properties of the resulting coatings. As a result, YAG:Ce was produced from about 20% (8W) of output power, as previously reported. The maximum amount of garnet phase was produced at Ce concentrations of 2-5 mol%. The fluorescence properties of the film were maximum at Ce concentrations of 2 mol%, and there was a good correlation between the amount of garnet phase produced and the fluorescence properties, except at Ce concentrations of 0 mol%.