

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3804804号  
(P3804804)

(45) 発行日 平成18年8月2日(2006.8.2)

(24) 登録日 平成18年5月19日(2006.5.19)

(51) Int. Cl. F I  
**C09K 11/81 (2006.01)** C O 9 K 11/81  
**C09K 11/08 (2006.01)** C O 9 K 11/08 B  
**C09K 11/70 (2006.01)** C O 9 K 11/70

請求項の数 12 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2004-113755 (P2004-113755)	(73) 特許権者	000002060
(22) 出願日	平成16年4月8日(2004.4.8)		信越化学工業株式会社
(65) 公開番号	特開2005-298584 (P2005-298584A)		東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(43) 公開日	平成17年10月27日(2005.10.27)	(74) 代理人	100079304
審査請求日	平成16年4月8日(2004.4.8)		弁理士 小島 隆司
		(74) 代理人	100114513
			弁理士 重松 沙織
		(74) 代理人	100120721
			弁理士 小林 克成
		(74) 代理人	100124590
			弁理士 石川 武史
		(72) 発明者	金吉 正実
			福井県武生市北府2丁目1番5号 信越化学工業株式会社 武生工場内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 希土類元素りん酸塩組成物及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

組成式  $RPO_4$  (RはSc、Y及び原子番号57~71のランタノイドからなる群より選ばれる希土類元素を表す。) で表される希土類元素りん酸塩であって、上記Rのうち0.01原子%以上15原子%以下がMnで置換されていることを特徴とする希土類元素りん酸塩組成物。

【請求項2】

更に上記Rのうち15原子%以下がZr及び/又はHfで置換されている請求項1記載の希土類元素りん酸塩組成物。

【請求項3】

置換されていないRのうち80原子%以上がY又はLuである請求項1又は2記載の希土類元素りん酸塩組成物。

【請求項4】

全金属原子数に対するりん原子数の比が、0.8以上1.25以下である請求項1乃至3のいずれか1項記載の希土類元素りん酸塩組成物。

【請求項5】

組成式  $RPO_4$  (RはSc、Y及び原子番号57~71のランタノイドからなる群より選ばれる希土類元素を表す。) で表される希土類元素りん酸塩、Mnを含む塩又は化合物、及び必要に応じてZr及び/又はHfを塩又は化合物の形で混合し、この混合物を600以上1600以下に加熱して反応させることを特徴とする希土類元素りん酸塩組成物

物の製造方法。

【請求項 6】

上記式  $RPO_4$  ( R は上記と同様である。 ) で表される希土類元素りん酸塩が、希土類元素の水溶性塩とりん酸又は水溶性りん酸塩とを水溶液中で反応させて得られる沈殿を、室温以上 1000 以下で乾燥又は焼成して脱水することにより得られたものである請求項 5 記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

【請求項 7】

Mn を含む塩又は化合物が、Mn を含む酸化物、炭酸塩、稼酸塩、りん酸塩、りん酸水素塩、塩化物又はふっ化物である請求項 5 又は 6 記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

10

【請求項 8】

Zr 又は Hf を含む塩又は化合物が、Zr 又は Hf を含む酸化物、炭酸塩、稼酸塩、りん酸塩、りん酸水素塩、塩化物、オキシ塩化物又はふっ化物である請求項 5 乃至 7 のいずれか 1 項記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

【請求項 9】

更にもりん酸水素二アンモニウム、りん酸二水素アンモニウム、りん酸三アンモニウム又はりん酸を混合する請求項 5 乃至 8 のいずれか 1 項記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

【請求項 10】

加熱による反応をアルゴン、窒素、或いは 20 体積% 以下の水素を含むアルゴン又は窒素雰囲気下で行う請求項 5 乃至 9 のいずれか 1 項記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

20

【請求項 11】

希土類元素 R ( R は Sc、Y 及び原子番号 57 ~ 71 のランタノイドからなる群より選ばれる希土類元素を表す。 )、Mn、及び必要に応じて Zr 又は Hf をそれぞれ含む水溶性塩又は化合物を含有する溶液とりん酸又は水溶性りん酸塩の溶液とを混合することで沈殿物を生成させ、該沈殿物を乾燥又は焼成により脱水し、次いで 600 以上 1600 以下に加熱して反応させることを特徴とする希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

【請求項 12】

加熱による反応をアルゴン、窒素、或いは 20 体積% 以下の水素を含むアルゴン又は窒素雰囲気下で行う請求項 11 記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、特徴的な蛍光特性を有する希土類元素りん酸塩組成物及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

希土類元素りん酸塩、とりわけ組成式  $RPO_4$  ( R は Sc、Y 及び原子番号 57 ~ 71 のランタノイドからなる群より選ばれる希土類元素を表す。 ) で表される、いわゆる正りん酸塩は、 $LaPO_4 : Ce^{3+}$ 、 $Tb^{3+}$  など実用蛍光体の母結晶として知られている ( 非特許文献 1 : 「蛍光体ハンドブック」, オーム社出版, 1987 年, p 218 参照 )。

40

しかし、発光を担う元素として添加される元素は、これまで希土類元素の中の Ce, Tb, Eu などに限られてきた。

一方、マンガンは、蛍光体付活元素として広く用いられている。しかし、その発光のピーク波長は、主に 550 ~ 700 nm の範囲であり、色で言えば黄色から赤色の範囲である。

比較的短波長の蛍光を発するものとして、ふっ化カルシウムに Mn を固溶させた  $CaF_2 : Mn^{2+}$  がピーク波長 495 nm を示し、酸化物系では  $Zn_2SiO_4 : Mn^{2+}$  が 525 nm、 $ZnGa_2O_4 : Mn^{2+}$  が 510 nm ( 非特許文献 1 : 「蛍光体ハンドブック」, オ

50

ーム社出版，1987年，pp105～108，p231参照)、 $Mg_2SnO_4:Mn$ が500nm(非特許文献2:Journal of Luminescence, Elsevier Science出版，2002年，第99巻，pp169～173)にそれぞれピーク波長を有すること等が知られている。

【0003】

【非特許文献1】「蛍光体ハンドブック」，ーム社出版，1987年，p218、pp105～108、p231

【非特許文献2】Journal of Luminescence, Elsevier Science出版，2002年，第99巻，pp169～173

【発明の開示】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、真空紫外領域の光で励起したとき青色発光を呈する希土類元素りん酸塩組成物及びその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、組成式 $RP O_4$ (RはSc、Y及び原子番号57～71のランタノイドから選ばれる希土類元素を表す。)で表される希土類元素りん酸塩であって、上記Rのうち0.01原子%以上15原子%以下がマンガンで置換され、また好ましくは上記Rのうち15原子%以下が更にジルコニウムやハフニウムで置換、固溶された希土類元素りん酸塩組成物が、真空紫外領域の波長で励起した際に、ピーク波長480nm程度の良い青色発光を示すものであり、種々の蛍光体として有用であることを見出し、本発明をなすに至った。

20

【0006】

従って、本発明は、下記希土類元素りん酸塩組成物及びその製造方法を提供する。

(1) 組成式 $RP O_4$ (RはSc、Y及び原子番号57～71のランタノイドからなる群より選ばれる希土類元素を表す。)で表される希土類元素りん酸塩であって、上記Rのうち0.01原子%以上15原子%以下がMnで置換されていることを特徴とする希土類元素りん酸塩組成物。

(2) 更に上記Rのうち15原子%以下がZr及び/又はHfで置換されている(1)記載の希土類元素りん酸塩組成物。

30

(3) 置換されていないRのうち80原子%以上がY又はLuである(1)又は(2)に記載の希土類元素りん酸塩組成物。

(4) 全金属原子数に対するりん原子数の比が、0.8以上1.25以下である(1)乃至(3)のいずれかに記載の希土類元素りん酸塩組成物。

(5) 組成式 $RP O_4$ (RはSc、Y及び原子番号57～71のランタノイドからなる群より選ばれる希土類元素を表す。)で表される希土類元素りん酸塩、Mnを含む塩又は化合物、及び必要に応じてZr及び/又はHfを塩又は化合物の形で混合し、この混合物を600以上1600以下に加熱して反応させることを特徴とする希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

40

(6) 上記式 $RP O_4$ (Rは上記と同様である。)で表される希土類元素りん酸塩が、希土類元素の水溶性塩とりん酸又は水溶性りん酸塩とを水溶液中で反応させて得られる沈殿を、室温以上1000以下で乾燥又は焼成して脱水することにより得られたものである(5)記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

(7) Mnを含む塩又は化合物が、Mnを含む酸化物、炭酸塩、稼酸塩、りん酸塩、りん酸水素塩、塩化物又はふっ化物である(5)又は(6)記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

(8) Zr又はHfを含む塩又は化合物が、Zr又はHfを含む酸化物、炭酸塩、稼酸塩、りん酸塩、りん酸水素塩、塩化物、オキシ塩化物又はふっ化物である(5)乃至(7)のいずれかに記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

50

(9) 更にりん酸水素二アンモニウム、りん酸二水素アンモニウム、りん酸三アンモニウム又はりん酸を混合する(5)乃至(8)のいずれかに記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

(10) 加熱による反応をアルゴン、窒素、或いは20体積%以下の水素を含むアルゴン又は窒素雰囲気下で行う(5)乃至(9)のいずれかに記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

(11) 希土類元素R(RはSc、Y及び原子番号57~71のランタノイドからなる群より選ばれる希土類元素を表す。)、Mn、及び必要に応じてZr及び/又はHfをそれぞれ含む水溶性塩又は化合物を含有する溶液とりん酸又は水溶性りん酸塩の溶液とを混合することで沈殿物を生成させ、該沈殿物を乾燥又は焼成により脱水し、次いで600以上1600以下に加熱して反応させることを特徴とする希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

10

(12) 加熱による反応をアルゴン、窒素、或いは20体積%以下の水素を含むアルゴン又は窒素雰囲気下で行う(11)記載の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法。

【発明の効果】

【0007】

本発明のマンガで置換した希土類元素りん酸塩組成物は、高価なユウロピウムや、毒性の強いアンチモンを用いることなく青色の蛍光を示すものであり、各種蛍光体への展開が可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

20

【0008】

本発明の希土類元素りん酸塩組成物は、基本組成式： $RPO_4$ (RはSc、Y及び原子番号57~71のランタノイドから選ばれる希土類元素を表す。)で表されるりん酸塩であって、上記Rのうち0.01原子%以上15原子%以下がMnで置換されている希土類元素りん酸塩組成物である。

【0009】

ここで、RはSc、Y及び原子番号57~71のランタノイドからなる群より選ばれる希土類元素(以下、単に希土類元素という。)を表し、これらの1種を単独で又は2種以上を組み合わせて使用することができる。本発明においては、発光を邪魔する吸収がないことや、MnやZrなどを置換させやすいことから、これらの中でもY又はLuを用いることが好ましい。

30

【0010】

本発明においては、上記組成式で示されるりん酸塩の希土類元素Rのうち0.01原子%以上15原子%以下、好ましくは0.1原子%以上10原子%以下をMnで置換させる。置換量が0.01原子%より少なくては実質的に蛍光を示さず、15原子%を超えて置換を増やしてもMnが結晶内にうまく置換固溶せず、別の化学種を生じてしまうなどして十分な発光が得られない。

【0011】

また、発光強度を増加させるために、Mnに加えて、希土類元素Rの15原子%以下、好ましくは10原子%以下をZr及び/又はHfで更に置換することが好ましい。この場合、置換量を15原子%より増やしても、Mnの置換と同様で別の化学種を生じたり、結晶構造が変わったりする場合がある。また、資源量の豊富さと価格の点でZrを用いるのがより好ましい。なお、Mn、Zr、及びHfによる総置換率は30原子%以下が好ましい。

40

【0012】

ここで、本発明の希土類元素りん酸塩組成物において、Mn、Zr及びHfの置換元素を除いた希土類元素のうち、好ましくは80原子%以上、より好ましくは90原子%以上がY又はLuで構成されていることが望ましい。

【0013】

また、上記置換元素を含めた全金属原子数に対するりん原子数の比(P/R; 下記方法

50

による化学分析の値から求める。)が、0.8以上1.25以下であることが好ましく、より好ましくは0.9以上1.15以下である。P/Rが0.8未満であったり、1.25を超えたりすると、正りん酸塩と異なる相がかなりの割合で生じ、発光に不都合となる場合がある。なお、上記P/Rは、試料を分解して溶液とした後、ICP発光分光法によって希土類元素、りん等を定量する方法などにより求めることができる。

#### 【0014】

次に、本発明の希土類元素りん酸塩組成物の製造方法について述べる。

本発明の希土類元素りん酸塩組成物を製造する第一の方法としては、組成式 $RPO_4$  (Rは上記と同様である。)で表され、Mn、Zr及びHfを含まない希土類元素のみのりん酸塩に、Mn、更にはZr及び/又はHfを塩や化合物の形で所定の組成となるように加えて混合し、600以上1600以下、好ましくは700以上1400以下に加熱し、30分以上24時間以下、好ましくは1時間以上8時間以下の条件下で反応させる方法を挙げることができる。上記条件を下回ると未反応部分が残る場合があり、上回ると反応物が焼結してしまって解砕できない場合がある。

10

#### 【0015】

ここで、本発明の第一の製造方法で用いられる上記希土類元素りん酸塩は、希土類元素の水溶性塩とりん酸又は水溶性りん酸塩とを水溶液中で反応させて得られた沈殿を、室温(25)以上1000以下で乾燥又は焼成して脱水することにより得られたものが、反応性に富み、Mnなどが拡散、置換しやすい点から好ましい。

#### 【0016】

希土類元素RをMnで置換する際に用いられる原料(Mnを含む塩又は化合物)としては、Mnを含む酸化物、炭酸塩、稼酸塩、りん酸塩、りん酸水素塩、塩化物、ふっ化物などを用いることができる。これらMnを含む塩又は化合物の使用量は、Mnの量で目標とする組成に合わせればよい。

20

#### 【0017】

また、希土類元素RをZrやHfで置換する際に用いられる原料(Zr又はHfを含む塩又は化合物)としては、Zr又はHfを含む酸化物、炭酸塩、稼酸塩、りん酸塩、りん酸水素塩、塩化物、オキシ塩化物、ふっ化物などを用いることができる。これらZr又はHfを含む塩又は化合物の使用量は、Zr又はHfの量で目標とする組成に合わせればよい。

30

#### 【0018】

加熱中に揮発などで失われる分と、Mnなどに対応する分のりん元素を補充するために、りん酸又はりん酸塩を加えることもできる。また、反応を促進するための融剤を加えても良い。りんの補充のために加えるりん酸又はりん酸塩としては、りん酸、りん酸水素二アンモニウム、りん酸二水素アンモニウム、りん酸三アンモニウム等を用いるのが余計な元素を導入しないという観点から望ましい。融剤としては、アルカリ金属ふっ化物、ほう酸を例示することができる。この場合、融剤の使用量は、全体の30質量%以下が好ましい。

#### 【0019】

上記各成分の混合方法は特に限定されず、乳鉢、流動混合機、傾斜回転式混合機などを用いて行うことができる。

40

上記反応を行う雰囲気としては、アルゴン、窒素、或いは20体積%以下、好ましくは0体積%を超え4体積%以下の水素を含むアルゴン又は窒素雰囲気が好ましい。大気などの酸素を含む雰囲気では、Mnが3価以上の酸化数に酸化されるおそれがあり、その結果、発光に寄与しなくなったり、着色して発光を吸収したりする場合がある。また、水素が多すぎても、安全上の問題のほか、酸素欠陥などを生じるおそれがある。

#### 【0020】

本発明の希土類元素りん酸塩組成物を製造する第二の方法は、希土類元素RとMn、更にはZr及び/又はHfとを水溶性の塩や化合物の形で用い水溶液として所定の組成となるように混合し、これをりん酸又は水溶性りん酸塩の溶液と反応させて沈殿を析出させ、

50

この沈殿物を乾燥又は焼成して脱水する方法を挙げることができる。

【0021】

上記反応により生じた沈殿は、濾別、遠心分離などで分離し、必要であれば水洗後、室温(25)以上1000以下で乾燥又は焼成して水分を除くこともできる。

【0022】

更に、置換元素の拡散、固溶を完全にするために、第一の方法と同様に600以上1600以下、好ましくは700以上1400以下で30分以上24時間以下、好ましくは1時間以上8時間以下の条件下で加熱して反応させることが望ましい。この場合、加熱中に揮発などで失われるりん分を補うために、少量のりん酸又はりん酸塩を加えることは任意であり、反応を促進するための融剤を加えても良い。

10

【0023】

ここで、希土類元素及びMn、Zr、Hfの各金属元素を含む水溶性の塩や化合物としては、各金属元素を含む塩化物、硝酸塩、硫酸塩、オキシ塩化物などを用いることができる。また、水溶性りん酸塩としては、りん酸水素二アンモニウム、りん酸二水素アンモニウム、りん酸三アンモニウム、りん酸水素ナトリウムなどが使用できる。

【0024】

本発明の第二の製造方法で用いられる各溶液の濃度や混合反応温度、即ち沈殿生成時の温度は特に制限されず、反応に応じて適宜選定することができる。

【0025】

また、上記反応を行う雰囲気としては、第一の方法と同様に、アルゴン、窒素或いは20体積%以下、好ましくは0体積%を超え4体積%以下の水素を含むアルゴン又は窒素雰囲気が好ましい。

20

【実施例】

【0026】

以下、合成例及び実施例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記実施例に制限されるものではない。

【0027】

[合成例I] 希土類元素りん酸塩及び稼酸マンガンの製造

希土類元素りん酸塩

65.3gの工業用75%りん酸( $H_3PO_4$  0.5モル含有)と純水4650 $cm^3$ とを5リットルビーカーに入れ、水浴中で70~80に加熱しながら攪拌した。ここへ、下記溶液1~3の希土類元素溶液(いずれも希土類元素0.833モル/ $dm^3$ , 体積300 $cm^3$ )を攪拌しながら注ぎ込んだ。

30

溶液1 YCl<sub>3</sub>水溶液

溶液2 Lu(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>水溶液

溶液3 Gd(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>水溶液

【0028】

更に10分攪拌した後、沈殿をブフナーろうとで濾別した後水洗し、回収後、大気中900で焼成した。これによりYPO<sub>4</sub>(りん酸塩1)、LuPO<sub>4</sub>(りん酸塩2)、GdPO<sub>4</sub>(りん酸塩3)を得た。

40

りん酸塩1のYPO<sub>4</sub>のICP発光分光法による化学分析値をもとにしたP/Yの値は1.13であった。

【0029】

稼酸マンガン

塩化マンガン(試薬一級MnCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O)79.16gを純水160 $cm^3$ に加えて溶解した。別に、稼酸アンモニウム(試薬特級)68.21gを純水に溶解した800 $cm^3$ の溶液を水浴中約50に加熱しながら攪拌した。ここに上記塩化マンガン溶液を注ぎ込み、10分間攪拌を続けた後、沈殿物を濾別、水洗、回収し、送風乾燥機中105で乾燥して稼酸マンガン(MnC<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)を得た。

【0030】

50

[合成例 1 ~ 3] 固体混合法による希土類元素りん酸塩組成物の合成

合成例 I で得られた各希土類元素りん酸塩 (りん酸塩 1 ~ 3) と  $MnC_2O_4$  を用いた下記混合物 1 ~ 3 を自動乳鉢で混合し、アルミナるつぼに入れた。

【0031】

【表 1】

合成例	1	混合物 1	$YPO_4$ 17.47g		$MnC_2O_4$ 0.388g	$ZrO_2^{1)}$ 0.308g	$(NH_4)_2HPO_4^{2)}$ 0.660g
	2	混合物 2	$LuPO_4$ 12.82g		$MnC_2O_4$ 0.194g	$ZrO_2$ 0.154g	$(NH_4)_2HPO_4$ 0.330g
	3	混合物 3	$YPO_4$ 16.09g	$GdPO_4$ 2.52g	$MnC_2O_4$ 0.395g		$(NH_4)_2HPO_4$ 0.330g

10

注：1) TZ-0、東ソー(株)製

2) 試薬特級

【0032】

上記混合物 1 ~ 3 を窒素ガスを 1 分あたり  $0.5 \sim 1.0 \text{ dm}^3$  (標準状態) 流した電気炉中で  $1200$  まで加熱し、3 時間保ってから同じ窒素気流中で冷却した。得られた試料を乳鉢で解砕して粉状にし、試料 1 ~ 3 を得た。

【0033】

[合成例 4] 共沈法による希土類元素りん酸塩組成物の製造

Y 濃度  $1.95 \text{ mol/dm}^3$  の  $YCl_3$  溶液  $125 \text{ cm}^3$  に塩化マンガン (試薬一級  $MnC_2O_4 \cdot 4H_2O$ )  $1.24 \text{ g}$  を加え、水を加えて攪拌して完全に溶解混合し全体積を  $300 \text{ cm}^3$  にした。

別に、 $65.3 \text{ g}$  の工業用 75% りん酸 ( $H_3PO_4$  0.5 モル含有) と純水  $4650 \text{ cm}^3$  とを 5 リットルビーカーに入れ、水浴中で  $70 \sim 80$  に加熱しながら攪拌した。ここへ、上記 Y 及び Mn 混合溶液を攪拌しながら注ぎ込んだ。更に 10 分攪拌した後、沈殿をプフナーろうとで濾別後、水洗し、回収後、大気中  $900$  で焼成した。

これを乳鉢で軽くほぐして粉状にした後、アルミナるつぼに入れ、窒素ガスを 1 分あたり  $0.6 \text{ dm}^3$  (標準状態) 流した電気炉中で  $1200$  まで加熱し、3 時間保ってから同じ窒素気流中で冷却した。得られた試料を乳鉢で解砕して粉状にし、試料 4 を得た。

20

30

【0034】

[合成例 5] 共沈法による希土類元素りん酸塩組成物の製造

Y 濃度  $1.95 \text{ mol/dm}^3$  の  $YCl_3$  溶液  $48.9 \text{ cm}^3$  に塩化マンガン (試薬一級  $MnC_2O_4 \cdot 4H_2O$ )  $0.495 \text{ g}$  とオキシ塩化ジルコニウム (試薬特級  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ )  $0.806 \text{ g}$  とを加え、水を加えて攪拌して完全に溶解混合し、全体積を  $100 \text{ cm}^3$  にした。

別に、 $15.85 \text{ g}$  の  $(NH_4)_2HPO_4$  (試薬特級) を  $290 \text{ cm}^3$  の純水とともに室温で攪拌して溶解した。この溶液に、上記 Y、Mn、Zr 混合溶液を攪拌しながら注ぎ込んだ。ここへ、スラリの pH を見ながらアンモニア水を少しずつ滴下し、pH を 4.8 に調整した。(アンモニア水は約  $7 \text{ cm}^3$  要した。)

40

更に 10 分攪拌後、沈殿をプフナーろうとで濾別した後、水洗し、回収後、真空乾燥機中  $160$  で乾燥した。これを乳鉢で軽くほぐして粉状にした後、アルミナるつぼに入れ、窒素ガスを 1 分あたり  $0.7 \text{ dm}^3$  (標準状態) 流した電気炉中で  $1200$  まで加熱し、3 時間保ってから同じ窒素気流中で冷却した。得られた試料を乳鉢で解砕して粉状にし、試料 5 を得た。

【0035】

[実施例 1 ~ 5] 蛍光スペクトルの測定

試料 1 ~ 5 について、真空紫外域吸光・蛍光測定装置 (分光計器 (株) 製) を使い、 $185 \text{ nm}$  の光で励起したときの蛍光スペクトルを測定した。結果数値を表 2 に示す。図 1

50

には、試料 1 の発光スペクトル及び発光ピーク波長の蛍光に対する励起スペクトルを示す。

【 0 0 3 6 】

【表 2】

	試料	Mn 置換量 (原子%)	Zr 置換量 (原子%)	発光ピーク 波長 (nm)	ピーク 高さ	半価幅 <sup>3)</sup> (nm)
実施例	1 試料 1 YPO <sub>4</sub> :Mn, Zr	2.5	2.5	477.2	1.58	35.8
	2 試料 2 LuPO <sub>4</sub> :Mn, Zr	2.5	2.5	489.2	2.03	37.4
	3 試料 3 (Y, Gd)PO <sub>4</sub> :Mn	2.5	—	476.0	0.132	33.3
	4 試料 4 YPO <sub>4</sub> :Mn	2.5	—	478.2	0.109	34.6
	5 試料 5 YPO <sub>4</sub> :Mn, Zr	2.5	2.5	478.0	1.70	35.9

10

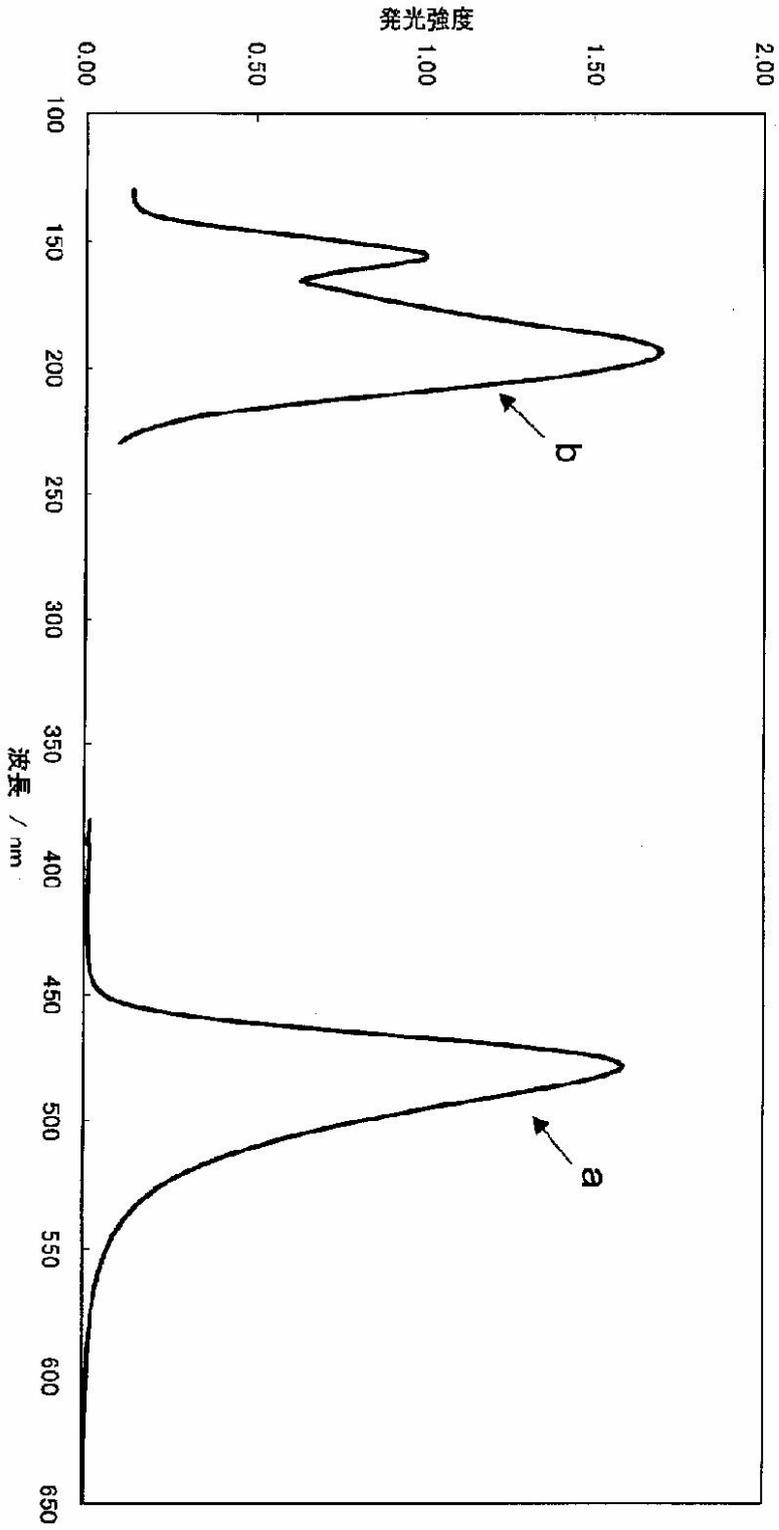
注：3) 発光強度がピークの半分になるピーク両側の波長の差

【図面の簡単な説明】

20

【 0 0 3 7 】

【図 1】実施例 1 で得られた ( a ) 1 8 5 n m 励起時の発光スペクトル、及び ( b ) 4 7 7 . 2 n m における蛍光励起スペクトルのチャートである。



【 図 1 】

---

フロントページの続き

審査官 滝口 尚良

- (56)参考文献 特開昭57-187383(JP,A)  
特開昭62-089790(JP,A)  
特開平01-165689(JP,A)  
特表2002-519502(JP,A)  
特開2002-212553(JP,A)  
特表2005-519438(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C09K11/00-11/89