

レーザー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

デジタルものづくり課 石黒智明*1

1. 緒言

本研究では、アルミニウム(Al)陽極酸化材を用いて融点が2千度近くのYAG ($Y_3Al_5O_{12}$: イットリウム・アルミニウム・ガーネット)系蛍光体の生成を目的としている。

既報²⁾にて、Al陽極酸化材を炭酸ガスレーザー処理することにより、融点が2千度近くの α -アルミナの生成を認めている。双方の融点がほぼ等しいことから、YAGの生成も可能なものと考えており、このためには陽極酸化材へのY化合物の定着と陽極酸化Alとの比率が重要と考えている。

2. 実験方法

陽極酸化・レーザー処理は既報の流れに従って行った。なお、陽極酸化条件は、DC25V×40min~100minである。レーザー処理は、走査速度5cm/s、出力10%(約4W)~80%(約30W)まで10%おきに変化させた。レーザー処理後の皮膜の結晶状態はX線回折(XRD)により調べた。

Y化合物の定着には、陽極酸化材を陰極として40°C×0.025mol/L酢酸イットリウム四水和物水溶液中、直流電析処理を行った。電析電圧は陽極酸化電圧と同じ25Vとし、電析時間は2minまたは3minとした。

また、Al量とY量の比を変化させるため、ポアワイドニング(PW)処理を行った。PW処理は、陽極酸化液中に0Vで所定時間浸漬することにより行い、終了後、孔底の状態調整のため、25V5minの陽極酸化を行った。これにより、孔の拡張とともに膜厚の低下が起きるため、Al量が減少するとともに、電析後の皮膜のAl/Y比が次第に小さくなることが予想される。

3. 実験結果

図1に、DC25V・60min皮膜→電析処理2min(全面白粉)→レーザー出力を変えて処理したもののXRD結果を示す。

出力10%では、 $AlYO_3$ 、 $Al_2Y_4O_9$ が生成し、YAGは

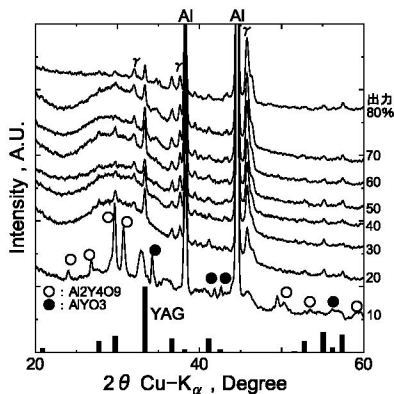


Fig. 1 Effect of laser power (25V/60min)

確認できなかったが、出力20%以上でYAGの生成が認められた。

電析処理材で生成した白色白粉はYを含むものと考えられ、表面ほどYが多いと予想される。また、レーザーにより白色白粉が熱分解され Y_2O_3 になり、これが陽極酸化皮膜の Al_2O_3 と反応していくものと考えている。

このため、レーザー出力が弱い場合は皮膜表面近傍でのみ反応が進行することが予想され、Alに対してY量が多い $AlYO_3$ や $Al_2Y_4O_9$ が生成したものと考えている。出力を上げると、次第に皮膜内部まで反応するようになるためAl量が増え、電析Y量に対応したYAGが生成する。また、過剰な皮膜からは γ -アルミナが生成し、出力が高いほど γ 相が増えたものと考えられる。

図2に、陽極酸化時間の異なる試料の電析電流変化を示す(電析時間3min)。なお、横軸は、図が重ならないようにシフトさせてある。また、図3にはレーザー処理(出力60%)後の皮膜のXRDの結果を示す。

電流値はいずれも下に凸の曲線となり、陽極酸化時間80minまではピーク後の電流量は大きく増加し、電析後には陽極酸化材全面が白い粉で覆われていた。

90min~100minでは、ピーク後の電流増加が小さく、90minでは部分的に白粉が析出し、100minでは白粉析出が認められなかった。

図3において、YAG(G)の回折線は、40min~80min材で明確に確認できるが、90minでは非常に小さくなり、100minでは殆ど認められなくなっている。

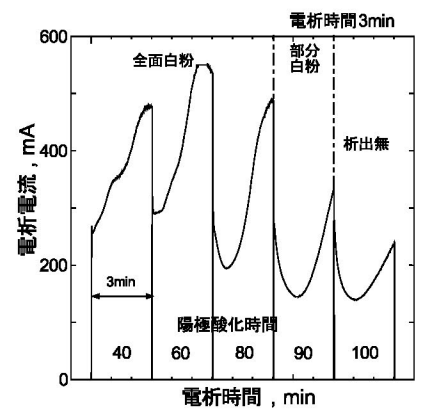


Fig. 2 Changes in deposition current

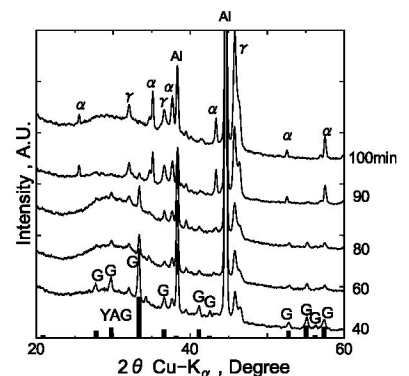


Fig. 3 Effect of anodization time

*1 現 生活工学研究所

γ -アルミナは、40min でも認められ、時間が長くなるほど大きくなる。そして、90min、100min では、 α -アルミナの生成も確認できるようになった。

白色粉の生成の有無と YAG の生成が対応していることから、生成した白色粉は Y を含む化合物であることを示唆している。

引き続き PW 処理を試みた。

試料は、OA25V60min を用い、これを最長 80min まで 0V で陽極酸化溶液に浸漬した。

図 4 に、電析電流の結果をまとめる。

浸漬時間が長いほど、電析電流値が大きくなり、また、飽和での時間が長くなる。このことから、Y 含化合物の析出量が多くなることが予想される。実際に、すべての試料で全面に白色粉の析出が認め

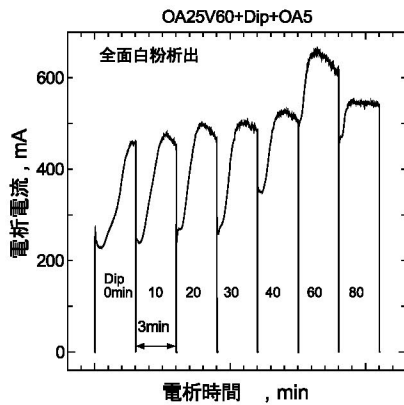


Fig. 4 Electrodeposition current curve of the PW-sample

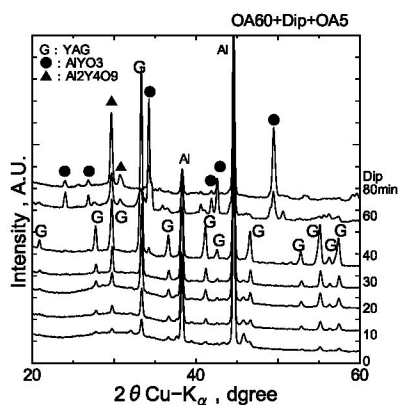


Fig. 5 XRD results after laser treatment of the PW-sample

られ、浸漬時間が長いほど白色度は高いようである。

図 5 は、電析後の PW 材を 60%出力でレーザー処理した試料の XRD 結果である。

PW 時間 10min~40min では、PW 時間が長いほど YAG の生成量が増加する。60min、80min では、 $AlYO_3$ や $Al_2Y_4O_9$ の相が出現し、PW 時間が長いほど後者が増加する。このことは、YAG 相では、 $Al/Y=1.66$ だが、 $AlYO_3$ では $Al/Y=1$ 、 $Al_2Y_4O_9$ では $Al/Y=0.5$ であり、PW 時間が長いほど、Y に対して Al 相が少なくなることを示している。

4. 結言

電析処理した陽極酸化アルミニウム皮膜をレーザー処理し、YAG($Y_3Al_5O_{12}$: イットリウム・アルミニウム・ガーネット)生成へのレーザー出力の影響、陽極酸化時間の影響、そして、ポワイドニング(PW)処理の効果について調べた。その結果、出力 20%(8W)程度から YAG が生成した。陽極酸化時間を長くすると、電析した Y 以上に Al が多くなるために、 α -や γ -のアルミナ相が急激に増加する。PW 処理により孔を拡幅すると相対的に Y 量が増やすことができ、YAG の生成量が増加した。PW 処理が長すぎると、 $AlYO_3$ や $Al_2Y_4O_9$ が生成する。

参考文献

- 1) 吉澤友一, 齋藤文良; セラミックス, **104** (1996) pp.867-871
- 2) 高松 他; 富山県産業技術研究開発センター研究報告, No.37(2023)pp.21-22

キーワード: アルミニウム合金 陽極酸化 炭酸ガスレーザー YAG PW 処理

Study on Phosphor Manufacturing on Metal Surface Using Laser

Core Manufacturing Technology Section; Shuichi TAKAMATSU

Digital Manufacturing Section; Tomoaki ISHIKURO*1

As a preliminary step to producing phosphor by laser treatment from anodized aluminum, the production of α -alumina was investigated using variable voltage, variable time and sealing treatments, and also the effect of the number of laser treatments was also investigated. As a results, α -alumina was produced when the film thickness was 10 μ m or more. In the time variable material, the amount of oxide generated increased with increasing anodization time, whereas in the voltage variable material, the amount of oxide generated tended to saturate. Even in such a case, it was found that by laser processing many times, the amount of α -alumina increased.