17p-D7-15

高圧相 SrO:Eu^{2+}青色蛍光体の TEM 観察

TEM observation for high-pressure phase of SrO:Eu^{2+} blue phosphor

長岡技科大 [1]，中部キレスト [2]

○小松啓志[1(PC)], 中村淳[1,2]，加藤有行[1]，大塩茂夫[1]，戸田育民[1]，村松寛之[1]，齋藤秀俊[1]

Nagaoka Univ. Tech.[1], Chubu Chelest Co., Ltd. [2]

○K. Komatsu[1(PC)], A. Nakamura[1,2], A. Kato[1], S. Ohshio[1], I. Toda[1], H. Muramatsu[1] and H. Saitoh[1]

E-mail : Keiji_Komatsu@mst.nagaokaut.ac.jp

【緒言】われわれは常圧で準安定な酸素 8 配位構造をとる高圧相 SrO:Eu^{2+}蛍光体を独自に創製し，その結晶構造や発光特性を報告してきた.[1)] 結晶構造解析の結果，得られる高圧相 SrO:Eu^{2+}蛍光体は，斜方晶系の酸素 8 配位構造を有し，その格子定数 a_1は，約 3.89Å程度と見積もられた. [2)]一方，高圧合成法で得られる立方晶系の高圧相 SrO 結晶の格子定数 a_2は約 4.83Å程度と見積もれる. [3)]つまり, 本手法で得られる高圧相 SrO:Eu^{2+}蛍光体の算出された格子定数は，立方晶系の常圧相 SrO 結晶の格子定数(a_3:5.16Å)と比較するときわめて小さい.そこで，高圧相 SrO:Eu^{2+}青色蛍光体内の周期構造の観察と解析から,算出した格子定数の検証を行った.

【実験方法】エチレンジアミン四酢酸(EDTA)金属錯体を混合焼成して得られた $Sr_{0.98}O:Eu_{0.02}$ 酸化物仮焼粉体とエタノールを混合し，MgO 単結晶基板上に滴下乾燥後,3 vol.%H_2+Ar 還元雰囲気下において，1500℃で焼成して高圧相 SrO:Eu^{2+}を得た．また，比較材料として，SrO:Eu^{2+}ペレットを同条件処理より，得た．結晶構造を X 線回折装置(XRD；M03XHF MXP3, Mac Science)により調査した．得られた各 SrO:Eu^{2+}内の周期構造をダブル球面収差補正付透過型電子顕微鏡(Cs-corrected TEM ; JEM-2100F, JEOL)で観察した.得られた各 SrO:Eu^{2+}の化学量論比を誘導結合プラズマ発光分光分析装置(ICP-AES; 3300DV, PerkinElmer, Inc.)より得た.

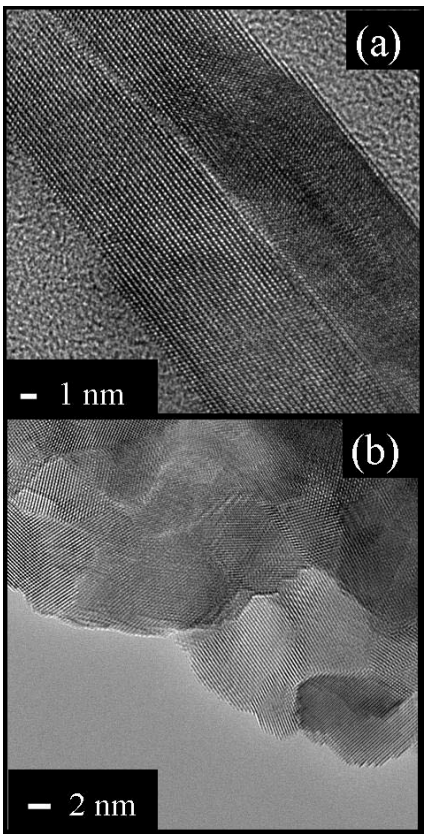

Fig. 1. Typical TEM images for obtained phosphors, high-pressure phase of SrO:Eu^{2+} phosphor (a) and SrO:Eu^{2+} phosphor pellet (b).

【結果と考察】高圧相 SrO:Eu^{2+}蛍光体は，得られた XRD プロファイルの結晶構造解析の結果，斜方晶系格子をとり，格子定数は a:3.8899Å，b:3.9323Å,c:3.8895Åであった.一方，SrO:Eu^{2+}ペレットは，正方晶系格子をとり，格子定数は a:4.9228Å，c:4.9373Åであった.Figure 1 に加速電圧 80 kV における得られた各 SrO:Eu^{2+}の TEM 像, (a) 高圧相 SrO:Eu^{2+}蛍光体, (b) SrO:Eu^{2+}ペレットをそれぞれ示す.高圧相 SrO:Eu^{2+}蛍光体は,板状の幅約 14 nm のナノ SrO 結晶体がアモルファス相中に確認され，周期構造は，計算により得た斜方晶系高圧相 SrO 結晶の(101)面の面間隔(d：2.7201Å)に一致した.一方，SrO:Eu^{2+}ペレットは，多くの結晶粒界が確認され,周期構造が $SrCO_3$ 結晶の(220)面の面間隔(d：2.5540Å)に一致した.以上より，得られた高圧相 SrO:Eu^{2+}蛍光体は，ナノ結晶構造を有する蛍光材料であることが明らかになった.

1) 第 73 回応用物理学会学術講演会 12p-F1-10 (2012)等. **2)** K. Komatsu et al, Ceram. Inter., **39** (2013) 7115–7118. , **3)** Y. Sato, R. Jeanloz, J. Geophys. Res., **86** (1981) 11773-11778.

© 2013 年　応用物理学会