

単粒子診断法による新規窒素化物蛍光体探索

Discovery of Novel Oxynitride Phosphor

by Single-Particle-Diagnosis Approach

物材機構¹ ○(PC)舟橋 司朗¹, 広崎 尚登¹, 武田 隆史¹, 解 栄軍¹

NIMS¹ ○(PC)Shiro Funahashi¹, Naoto Hiroasaki¹, Takashi Takeda¹, Rong-Jun Xie¹

E-mail: FUNAHASHI.Shiro@nims.go.jp



[諸言] 一般に、焼成した粉末試料中には、粉末 X 線回折では同定できないほどの微量な不純物相が含まれることは多く、特に新物質探索実験の初期段階においては様々な相の混合状態であることがほとんどである。それら不純物相は通常物質探索では研究を困難にする障害となるが、本グループで進めてきた単粒子診断法は、そのような不純物相の粒子 1 粒 (10 μ m 程度) を調査対象とし、相同定・構造解析・光学測定を行うことで、新物質探索から開発までを効果的に進められる。本発表では単粒子診断法によって発見した Sr-Si-O-N 系新規黄色蛍光体について、発見までの手順及び結晶構造・発光特性を中心に報告する。

[実験] 複数の組成比にて Sr₃N₂, α -Si₃N₄, SiO₂, AlN, Al₂O₃, Li₃N, Eu₂O₃ の原料粉末を混合し、1MPa の窒素ガス雰囲気にて 1600 $^{\circ}$ C で焼成して粉末試料を合成した。それらの試料を UV-LED ライトで照射しながら顕微鏡観察し、発光色・形態について異なると思われる単粒子試料を全種類採取し、単結晶 X 線回折法によるスクリーニング、データベースとの照合の後、新規性がみられた試料について結晶構造解析と顕微分光測定による評価を行った。

[結果] ICSD との照合結果から、合成した粉末試料の内、数点の組成比から黄色発光の板状結晶が出現し、新物質と推定された。構造解析の結果、組成式: Sr₃Si₈O₄N₁₀ (Z=4), 単斜晶系/空間群: $P2_1/n$ (No.14) に属し、発光中心ホストサイトとして窒素 11 配位の Sr₁ と酸素 6 配位の Sr₂, Sr₃ の 3 種を有する結晶構造であることが明らかとなった (Fig.1 参照)。その内 Sr₂ と 3 はよく似た配位環境となっている。解析結果から計算した粉末 X 線回折パターンを PDF データベースで同定した結果、該当する物質が存在せず、新物質であることが確認できた。続いて、顕微分光法によって新物質単粒子の励起・発光スペクトル及び、温度特性を評価した結果、最大励起波長約 390nm・最大発光波長約 600nm を示し (Fig.2 参照)、200 $^{\circ}$ C 下で 6 割以上の発光強度を保持することが確認された。

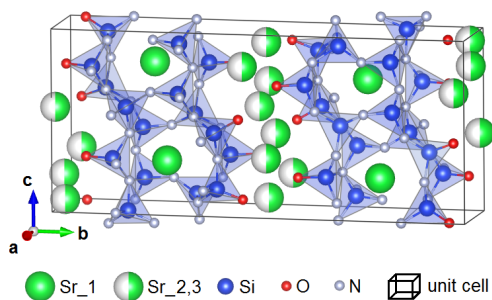


Fig.1 Crystal structure of the yellow phosphor

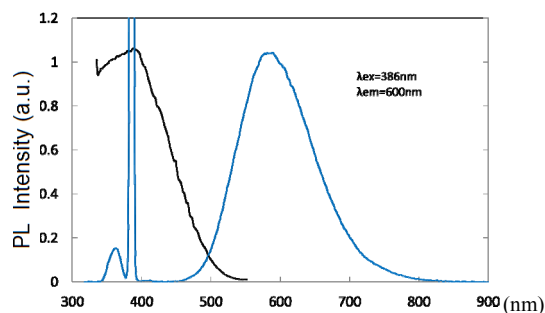


Fig.2 Photoluminescence property