

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 31 年 4 月 16 日現在

機関番号：13904

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06721

研究課題名(和文)新酸化物蛍光体の創成及び結晶構造と物性の機構解明

研究課題名(英文) Synthesis and characterization of new phosphors and clarification of its mechanism

研究代表者

中野 裕美 (Nakano, Hiromi)

豊橋技術科学大学・教育研究基盤センター・教授

研究者番号：00319500

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：研究はプロセスと評価・解析の観点で行い一定の成果を挙げる事ができた。反応場の工夫による低温・短時間合成法の確立を行った。Li-(Ta,Nb)-Ti-O系蛍光体を主体に研究をし、0.35MPという常圧の3～4倍程度の圧力で、今までの合成時間に比べ1/6程度の時間で合成することに成功した。この新規プロセス技術は特許出願をし早期登録を行った。

結晶構造制御による母体設計と創成と機構解明を行った。P添加シリケート系蛍光体を主体に研究を行った。シリケートは結晶構造が多形存在し温度により結晶構造相転移を起こすため、このEuイオンの配位環境を相転移を利用して制御することができ、赤色～緑色の発色に成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

市場規模の大きい白色LED産業分野において、今回の研究により得られた、「新規蛍光体の設計に関する知見」は、より発光効率のよい蛍光体の開発につながるものであり、我々の暮らしを豊かにし、省エネルギー社会にも貢献する。また、色純度の高い赤色蛍光体は、プロジェクター、スマホバックライトなど、日常生活をより快適にするものである。本研究は、原子スケールで結晶構造を制御し、発光特性との関係性を詳細に研究したものであり、得られた新知見は、学術的にも、産業界においても意義ある成果である

研究成果の概要(英文)：We have been investigating new phosphors from the viewpoint of processing and characterization. New phosphors with a composition of a Li-(Ta,Nb)-Ti-O system were investigated using an electric furnace or air-pressure control atmosphere furnace. We succeeded in synthesizing the Li-Nb-Ti-O ceramic rapidly using an air compressor. The biggest grain was obtained under 0.35 Mpa and the value is 3.5 times higher with air pressure than atmospheric pressure. From EELS, TEM and XAFS data, the interstitial oxygen can promote oxygen diffusion with a combination of vacancies along the intergrowth layer.

New phosphors of P doped Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> with Eu ion as an activator were investigated. The relationship between PL property and crystal structure was clarified by XAFS, XRD, and TEM. The polymorphs of Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> are  $C_2S$ ,  $C_2S'$ ,  $C_2S''$ ,  $C_2S'''$ ,  $C_2S''''$ ,  $C_2S'''''$ ,  $C_2S''''''$ , and  $C_2S'''''''$  in the order of increasing temperature. The Eu ion was occupied in the Ca site and the environmental conditions could be controlled variously by the phase transition.

研究分野：無機材料分野

 キーワード：蛍光体 発光特性 結晶構造制御 組織制御 加圧ガス雰囲気炉 低温・短時間合成手法 固相反応法  
XAFS

### 1. 研究開始当初の背景

白色 LED は、1996 年に発表されて以来、この 20 年間で著しい発展を遂げた。市場規模は世界的に見ても 2014 年から 6 年後には 3 倍に、また国内市場でも 1 兆円から 2 兆円規模に拡大すると予測されるように、産業界をリードする分野である。近年では、サイアロン、カズンに代表される窒化物系蛍光体の応用が進んでいる。酸化物蛍光体はヤグ ( $Y_3Al_5O_{12}:Ce$ ) に代表されるが、今後は多様な新規蛍光体の開発および省エネ、低コスト、高演色、長寿命実現に期待がかかる。

応募者らは、酸化物系に着目し、低温で合成可能であり、高温・高湿度下での安定性の高い、酸化物のメリットを生かした、新蛍光体材料の合成に取り組んできた。

オリジナル材料として、 $Li-Nb-Ti-O$  ( $Li_{1+x-y}Nb_{1-x-3y}Ti_{x+4y}O_3$ ) 系を母体材料としての可能性に着目し、研究をしてきた。この材料は、ある組成域で自己組織的に、原子スケールで周期構造を形成する、他に類を見ないユニークな材料である。このユニークな結晶構造を、新機能材料としてもっと活用できないか? という着想から、近年、紫色励起の LED 用高演色性蛍光体として新技術を構築し、産業界から注目され始めている。

### 2. 研究の目的

本研究は、ナノスケールで構造・組織を制御したセラミックス蛍光体の新母体材料について、従来の固相法に加え、反応場として、溶液法、電磁波等を用いたものと比較しながら、多様な機能性を付与し、新蛍光体材料を創成する。また、機能向上のために、実験的手法による原子レベルでの TEM 等による組織・構造観察及び解析、XRD-リートベルト解析による結晶構造解析と、理論的手法として第一原理計算によるシミュレーションとを融合することにより、結晶・組織構造と物性の関係を明確にする。得られた新知見は材料設計にフィードバックし、論文、国際会議等で広く国内外に公表する。

- (1) 反応場の工夫による合成法の検討と比較、機構解明
- (2) 組成、結晶構造制御による新規蛍光母体の設計と創成
- (3) 蛍光体材料設計のための発光強度と結晶構造の関係解明と、材料設計へのフィードバック
- (4) 紫色励起  $Li-Ta-Ti-O$  系赤色蛍光体の応用展開

### 3. 研究の方法

本研究は、科学で裏付けた技術で新価値を創造する「価値創造型工学」の基本理念に基づき、得られた蛍光体は、TEM や XRD-リートベルト解析、第一原理計算により、ナノスケールまで評価・解析・計算をし、発光機構を正確に解明しながら、技術を確立することを特徴としている。プロセスにおいては、初期粉体のサイズを微細化し、固相法での反応性を向上させる。さらに様々な反応場を活用することにより、従来の固相法による合成と、溶液法や加圧場等を比較しながら、発光特性とプロセスの関係性を明確にし、得られた知見は、逐次材料設計にフィードバックする。研究は、協力研究者らと得意分野を生かし、情報を常に共有しながら遂行する (Fig. 1)。

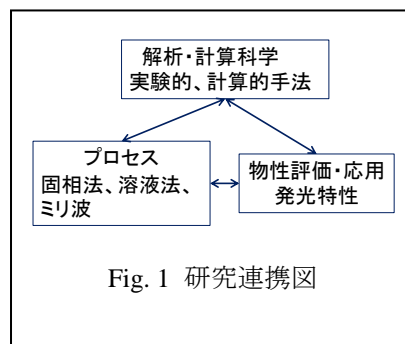


Fig. 1 研究連携図

- (1) 組成・結晶構造を制御した新蛍光体材料の合成・評価・応用
- (2) 反応場の違いによる蛍光体材料合成・比較・機構解明
- (3) 発光特性と結晶構造の関係解明と材料設計
- (4) 機構解明のための原子レベルでの観察と計算科学的知見の融合解析

### 4. 研究成果 (紙面の関係で代表的なものを示す)

- (1)  $Li-Nb-Ti-O$  (LNT) 系固溶体による反応場 (加圧場) による低温・短時間合成の確立と機構解明

LNT ( $Li_{1+x-y}Nb_{1-x-3y}Ti_{x+4y}O_3$ ) 材料のユニークな周期構造は、Ti の拡散により進行するが、Ti 濃度の低い場合、24 時間から 10 日間程度、均質材料合成に要する場合もあった。そこで、加圧場を使用し、低温・短時間合成を試みた。その結果、Fig. 2 に示すように加圧場 (0.35 MP) において 1373 K で 1 時間という短時間での均質材料合成に成功した。

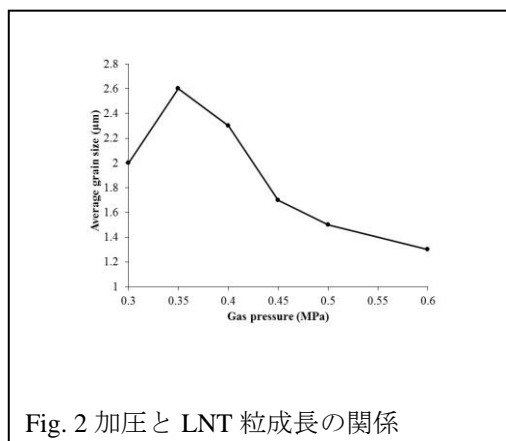


Fig. 2 加圧と LNT 粒成長の関係

なぜ今まで誰も注目していない、常圧の3~4倍というそれほど高くない圧力場で短時間合成ができたのか？そのメカニズムを解明することができた。酸素欠損が存在する材料に、準格子間酸素が導入された場合、ビリヤードのように酸素が拡散することが報告されている。この拡散機構により、インターグロース相の  $Ti^{4+}$  が  $Ti^{3+}$  になる際、酸素欠損が形成し、その方向に粒子成長が起こることが XAFS, TEM, SEM の結果より明らかになった。この加圧場を使ったガス雰囲気炉については、企業との共同研究により特許を2017年12月出願し、2019年2月には登録をすることができた。簡便でコンパクトな装置によるプロセッシング技術であり、この技法の産業界への波及効果が期待できる。

## (2) 組成・結晶構造制御による P 添加 $Ca_2SiO_4$ 系蛍光体の合成と評価

シリケートは結晶構造が多形存在し温度により  $\gamma$ ,  $\beta$ ,  $\alpha'_L$ ,  $\alpha'_H$ ,  $\alpha$  と相転移する。この材料に P を添加することにより、室温でも  $\beta$  や  $\alpha'_L$  相の比率を変えて結晶構造を制御することができ、さらに熱処理を炉冷とクエンチ(急冷)を工夫することにより様々な相を出現させることができた。また、電気炉と加圧ガス雰囲気炉を組み合わせる使用することにより、電気炉だけの場合に比べ、作業時間は1/3以下になった。Fig. 3 はシリケート蛍光体の  $\beta$  相と  $\alpha'_L$  相の界面の TEM 像であり、このように両者が存在することにより発光特性が向上することが分かった。また、 $Eu^{3+}$  イオンと  $Eu^{2+}$  イオンを発光中心イオンとし、 $Eu^{3+}$  イオンについては赤色を、また  $Eu^{2+}$  イオンについては Fig. 4 に示すように出現相により発光波長を青~緑色に変化させることができた。発光特性と結晶構造の関係は、XAFS, SEM, TEM, XRD-リートベルト解析により明確にすることができた。得られた知見は、材料設計への指針となるものであり、同分野に波及効果が期待できる。

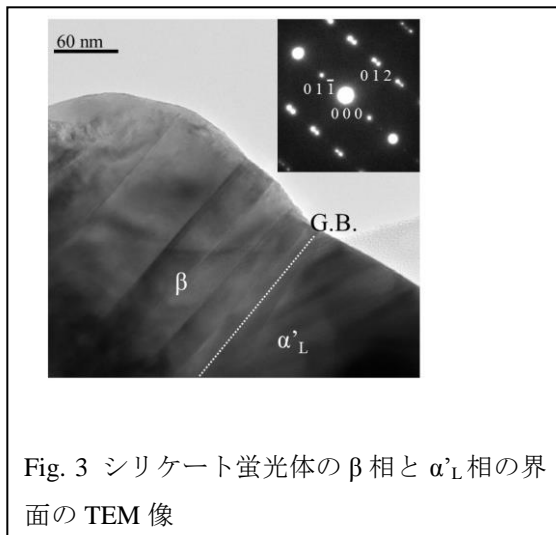


Fig. 3 シリケート蛍光体の  $\beta$  相と  $\alpha'_L$  相の界面の TEM 像

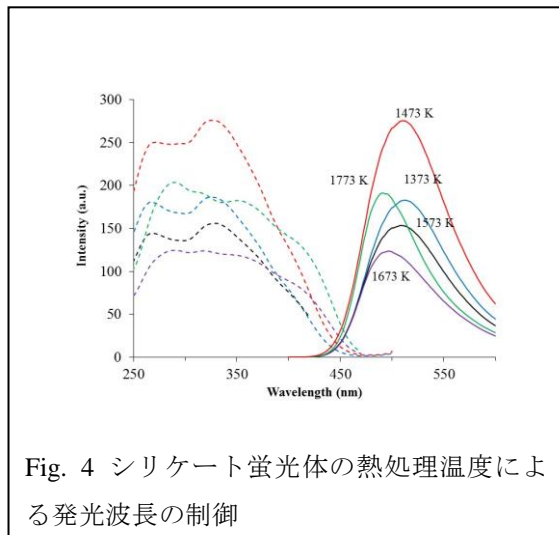


Fig. 4 シリケート蛍光体の熱処理温度による発光波長の制御

## (3) 紫色励起 Li-Ta-Ti-O ( $LTT$ , $Li_{1+x}Ta_{1-x}Ti_xO_3$ ) 系赤色蛍光体の実用化に向けた取り組み

$LTT:Eu,Sm$  蛍光体について、400 nm 励起による色純度の高い赤色発光を示す材料の開発を行ってきた。この材料の実用化に向け、企業との連携により材料のポテンシャルを調査した。その結果、高温・高湿度試験、材料の安定性、内部量子効率 98% を示した。しかしながら、Fig.5 に示した時間応答性は、YAG 蛍光体に比べて低く、この点の改良が今後必要になった。

そこで、課題を解決するため、現在は透明セラミックスを作成する技術を探っており、外部量子効率向上にフォーカスした研究を進めている。

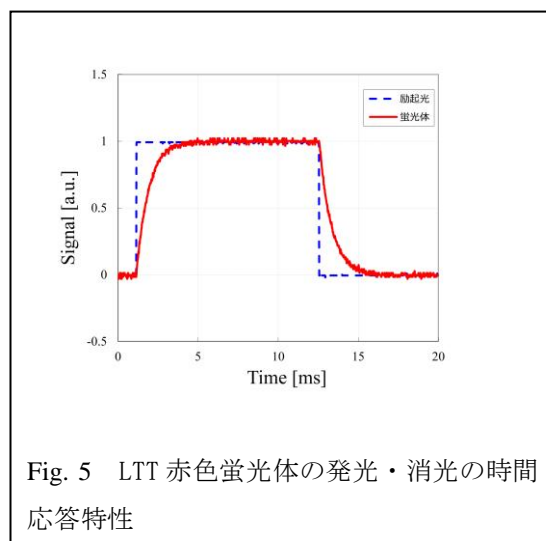


Fig. 5  $LTT$  赤色蛍光体の発光・消光の時間応答特性

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文 すべて査読あり] (計 14 件)

1. [**Perspective article**]: Unique crystal structures and their applications of materials for  $\text{Li}_{1+x-y}\text{M}_{1-x-3y}\text{Ti}_{x+4y}\text{O}_3$  ( $\text{M} = \text{Nb}$  or  $\text{Ta}$ ,  $0.07 \leq x \leq 0.33$ ,  $0 \leq y \leq 0.175$ ), **H. Nakano**, *Advanced Powder Technology*, in press (2019).
2. 様々な反応場中での酸化物合成と元素の価数・配位環境の変化、中野裕美, 紙本小夏, 前田真志, 古田吉雄 *Aichi SR 光センター—2018年度 成果公開無償利用事業報告書* [http://www.astf-kha.jp/synchrotron/publication/files/2018P0101\\_1.pdf](http://www.astf-kha.jp/synchrotron/publication/files/2018P0101_1.pdf).
3. Rapid Sintering of  $\text{Li}_2\text{O-Nb}_2\text{O}_5\text{-TiO}_2$  Solid Solution by Air Pressure Control and Clarification of Its Mechanism, **H. Nakano**, K. Konatsu, T. Yamamoto, Y. Furuta, *Materials*, 11 (2018) 987(1-11). DOI:10.3390/ma10091000
4.  $(\text{Zn}_{2-y}\text{Eu}_y)(\text{Ti}_x\text{Sn}_{1-x})\text{O}_4$  ( $0 \leq x \leq 1$ ,  $0 \leq y \leq 0.5$ ) 蛍光体の合成と発光特性評価 平靖之, 三村和仙, 中村稀星, **中野裕美**, *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, 67(6), (2018) 583-587. DOI: 10.2472/jsms.67.583
5. Syntheses and Luminescence Enhancement of  $\text{Li}_{1+x}(\text{Ta}_{1-z}\text{Nb}_z)_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3\text{:RE}^{3+}$  ( $\text{RE} = \text{Eu}$ ,  $\text{Er}$ ,  $\text{Tm}$  or  $\text{Dy}$ ) Phosphors, G. Saitoh, **H. Nakano**, H. Banno, and K. Fukuda, *Research & Reviews: Journal of Material Science*, 6(1), (2018) 32-39. DOI: 10.4172/2321-6212.1000210
6. 新規蛍光体材料における母体結晶中の発光中心イオンの配位環境および発光特性との関係, **H. Nakano**, K. Kamimoto, G. Saito, S. Yamada, *Aichi SR 光センター—2017年度 成果公開無償利用事業報告書* [http://www.astf-kha.jp/synchrotron/publication/files/2018P0101\\_1.pdf](http://www.astf-kha.jp/synchrotron/publication/files/2018P0101_1.pdf).
7. The Effect of Heat Treatment on the Emission Color of P-Doped  $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$  Phosphor, **H. Nakano**, K. Kamimoto, N. Yokoyama and K. Fukuda, *Materials*, 10 (2017) 1000 (1-10). DOI:10.3390/ma10091000
8. Fabrication and anisotropic electronic property for oriented  $\text{Li}_{1+x-y}\text{Nb}_{1-x-3y}\text{Ti}_{x+4y}\text{O}_3$  solid solution by slip casting in a high magnetic field, **H. Nakano**, S. Furuya, M. Yuasa, T. S. Suzuki, H. Ohsato, *Advanced Powder Technology*, 28, (2017) 2373-2379. DOI:10.1016/j.apt.2017.06.020
9. 白色 LED 開発のための新規蛍光体における Eu イオンの 3+ から 2+ への価数変化と局所構造, **中野裕美**, 古谷彰平, 横山宣幸, 山田鈴弥, *Aichi SR 光センター—2016年度 成果公開無償利用事業報告書* <http://www.astf-kha.jp/synchrotron/publication/files/2016P2005.pdf>.
10. Size-controlling of starting powders for  $\text{Zn}_2(\text{Ti}_x\text{Sn}_{1-x})\text{O}_4\text{:Eu}$  phosphor synthesized by solid state reaction, S. Furuya, **H. Nakano**, S. Fujihara, *J. Soc. Powder Technology, Jpn.*, 53(12) (2016) 779-784. DOI:10.4164/sptj.53.779
11. Enhancement of PL intensity and formation of core-shell structure in annealed  $\text{Ca}_{2-x/2}(\text{Si}_{1-x}\text{P}_x)\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$  phosphor, **H. Nakano**, N. Yokoyama, H. Banno, K. Fukuda, *Mater. Res. Bull.*, 83, (2016) 502-506. DOI:10.1016/j.materresbull.2016.07.002
12. Synthesis and Photoluminescence of New Phosphor  $\text{Ba}_{0.79}\text{Al}_{10.9}\text{O}_{17.14}\text{:Eu}^{2+}$ , S. Furuya, A. Okuzumi, **H. Nakano**, *J. Soc. of Powder Tech., Jpn.* 53, (2016) 226-280. DOI:10.4164/sptj.53.276
13. Decoupling grain growth from densification during sintering of oxide nano-particles, Y. Kinemuchi, **H. Nakano**, K. Kato, K. Ozaki, K. Kobayashi, *RSC Advance*, 6, (2016) 24661-24666. DOI:10.1039/c5ra27844a
14. Enhancement of photoluminescence intensity and structural change by doping of  $\text{P}^{5+}$  ion for  $\text{Ca}_{2-x/2}(\text{Si}_{1-x}\text{P}_x)\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$  green phosphor, S. Furuya, **H. Nakano**, N. Yokoyama, H. Banno, K. Fukuda, *J. Alloys and Compd.*, 658, (2016) 147-151. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.10.172

[学会発表] (計 33 件)

(国際会議発表) (計 10 件)

1. Synthesis of  $\text{Mn}^{4+}$  doped red phosphor by using atmosphere furnace, M. Maeda, K. Kamimoto, **H. Nakano**, 35<sup>th</sup> KJ ceramics, Gangneung, Korea, Nov. 21-24 (2018) 136.
2. Rapid sintering of LNT ( $\text{Li}_2\text{O-Nb}_2\text{O}_5\text{-TiO}_2$ ) with superstructure by air pressure control, K. Kamimoto, **H. Nakano**, 35<sup>th</sup> KJ ceramics, Gangneung, Korea, Nov. 21-24 (2018) 163.
3. **Invite**: Nanoscale phenomena of electroceramics by high-temperature transmission electron microscopy, **H. Nakano**, IFAAP 2018, Hiroshima, 27-may-1th Jun (2018) USB.
4. **Invite**: Rapid synthesis of  $\text{Li}_2\text{O-(Nb/Ta)}_2\text{O}_5\text{-TiO}_2$  solid solution having superstructure by smart processing techniques, **H. Nakano**, Thermec2018, Pari, 8-14<sup>th</sup> Jun (2018) USB.
5. **Invite**: Crystal structure and PL property of Red phosphor using a smart material, **H. Nakano**, WCSM-2018, Osaka, 6-8, March (2018) USB.
6. Synthesis of new oxide and clarification of mechanism for relationship between property and crystal structure, **H. Nakano**, MSU-TUT workshop on advanced material, Moscow, Leninskie Gory, MSU, Faculty of physics, 25-27 Jan., (2018).

7. Luminescence enhancement of  $RE^{3+}$  doped  $Li_{1+x}(Ta_{1-z}Nb_z)_{1-x}Ti_xO_3$  ( $RE$ : Eu, Er, Tm or Dy) phosphors, G. Saito, H. Nakano, 34<sup>th</sup> J-K ceramics, Hamamatsu, Nov.22-25 (2017) USB.
8. Effect of heat treatment on red and green phosphor of  $Ca_{2-x/2-y}(Si_{1-x}P_x)O_4:Eu^{2+}$ , N. Yokoyama, H. Nakano, K. Fukuda, 33<sup>th</sup> K-J ceramics, Daejeon, Korea, Nov.16-19 (2016), 124.
9. **Invite**: Fabrication and anisotropic properties of oriented  $Li_{1+x-y}Nb_{1-x-3y}Ti_{x+4y}O_3$  solid solutions by slip casting in a high magnetic field, H. Nakano, S. Furuya, T. S. Suzuki, H. Ohsato, Thermec 2016, May 29-Jun3, Graz, (2016), 406.
10. Luminescent property and crystal structures of green-emitting phosphors Ba-Al-O:  $Eu^{2+}$ , Aska Okuzumi, S. Furuya, and H. Nakano, Thermec 2016, May 29-Jun3, Graz, (2016), 427.

(国内学会発表) (計23件)

11. Al, P添加シリケート新規蛍光体の合成と発光特性制御、紙本小夏、中野裕美、福田功一郎、粉体工学会春期研究発表会 [予定] 早稲田大 5/9-10 (2019).
12. Al添加による $Ca_2(Si, P)O_4: Eu^{2+}$ 蛍光体の結晶構造変化、紙本小夏、岡本千穂、中野裕美、日本セラミックス協会年会、工学院大学、3/24-26 (2019) 1P062.
13. 様々な反応場中での新規蛍光体酸化物合成と元素の価数・配位環境の変化、中野裕美、第7回あいちシンクロトロン光センター事業成果発表会、愛知芸術文化センター、3/5 (2019) 17-21.
14. 小型ガス雰囲気炉による最適焼成条件の検討と蛍光体合成への応用、前田真志、紙本小夏、中野裕美、古田吉雄、日本セラミックス協会東海支部学術講演会、名古屋大学、12/15 (2018) 49.
15. P添加シリケート蛍光体の固相法による合成と熱処理による発光特性制御、紙本小夏、岡本千穂、中野裕美、第56回粉体に関する討論会講演会、浜名湖リゾート&スパ The OCEAN、9/25-27 (2018) SI-4.
16. P添加シリケートを母体とした青色蛍光体の合成と評価、岡本千穂、紙本小夏、中野裕美、日本セラミックス協会秋季シンポジウム、名古屋工業大学、5-7/9 (2018), 2PW28.
17. 加圧ガス雰囲気炉の技術と酸化物の短時間焼成効果、中野裕美、古田吉雄、粉体工学会、京都リサーチパーク、5/15-16 (2018) 138-139.
18. 新規蛍光体材料における母体結晶中の発光中心イオンの配位環境および発光特性との関係、中野裕美、紙本小夏、齋藤源生、山田鈴弥、あいちシンクロトロン成果報告会、名古屋国際センター、3/23 (2018).
19. 加圧ガス雰囲気炉による $Li_2O-Nb_2O_5-TiO_2$ 系固溶体の短時間合成、中野裕美、紙本小夏、齋藤源生、山本剛久、古田吉雄、日本セラミックス協会年会 東北大、3/16 (2018).
20.  $RE^{3+}$ 添加Li-(Nb,Ta)-Ti-O ( $RE$ : Eu,Tb,Tm,Dy) 蛍光体の組成制御による発光強度向上、齋藤源生、坂本隼規、中野裕美、坂野広樹、福田功一郎、日本セラミックス協会東海支部 学術研究発表会、名工大、12/9 (2017).
21.  $(Ca_{2-x/2-y}Eu_y)(Si_{1-x}P_x)O_4$  蛍光体の発光特性に及ぼす熱処理効果と結晶構造の関係、紙本小夏、横山宣幸、中野裕美、粉体工学会秋期研究発表会、インテックス大阪、10/10-11 (2017).
22. 400 nm励起Li-Ta-Ti-O系 赤色蛍光体材料の実用化に向けた評価、中野裕美、門脇慎一、日本セラミックス協会秋季シンポジウム、神戸大学 9/19 (2017).
23. 溶液法を用いた $Zn_2(Ti_xSn_{1-x})O_4:Eu(0 < x < 1)$ 蛍光体の合成、平靖之、三村和仙、中村稀星、中野裕美、日本材料学会セラミックス材料部門委員会学術講演会、京都工芸繊維大、7/20 (2017) 5-6.
24. Li-M-Ti-O (M: Nb, Ta) 系RGBY蛍光体の発光強度向上とそのメカニズム、齋藤源生、中野裕美、福田功一郎、日本材料学会セラミックス材料部門委員会学術講演会、京都工芸繊維大、7/20 (2017) 3-4.
25. Li-Nb-Ti-O系配向材料創成のための粉体プロセスと異方性電気特性発現、古谷彰平、中野裕美、鈴木達、大里齊、粉体工学会春期研究発表会、早稲田大 5/16-17 (2017).
26.  $(Ca_{2-x/2-y}Eu_y)(Si_{1-x}P_x)O_4$  蛍光体の赤色と緑色発光における熱処理効果、横山宣幸、中野裕美、福田功一郎、日本セラミックス協会年会、日本大学 3/17-19 (2017) G0021.
27. 白色 LED 開発のための新規蛍光体におけるEu イオンの3+から2+への価数変化と局所構造 中野裕美、古谷彰平、横山宣幸、山田鈴弥、あいちシンクロトロン光センター成果報告会、あいち産業科学技術総合センター、3/6 (2017) 61.
28. 新規蛍光体材料における発光中心イオンのEuの価数変化と局所構造解析、古谷彰平、横山宣幸、中野裕美、田渕雅夫、第6回シンクロトロン光研究センターシンポジウム、名古屋大学、3/2 (2017).
29. Li-M-Ti-O(M:Nb,Ta)系RGBY蛍光体の発光強度向上のための最適組成、齋藤源生、古谷彰平、中野裕美、坂野広樹、福田功一郎、日本セラミックス協会 東海支部学術講演会、名城大、12/10 (2016) 74.
30. Tiをドーブした $LiNbO_3$ の高磁場中スリップキャストによるc軸配向セラミックスの合成と異方性電気的特性、古谷彰平、中野裕美、鈴木達、大里齊、日本セラミックス協会 東海支部学術講演会、名城大、12/10(2016) 37.
31.  $Zn_2(Ti_xSn_{1-x})O_4:Eu$ 蛍光体材料合成と焼成時間による発光特性変化とそのメカニズム、古谷彰

- 平, 下田京司朗, 中野裕美, 名古屋大学 田渕雅夫、粉体工学会秋期研究発表会、東京ビッグサイト、11/29-30 (2016).
32.  $Zn_2(Ti_xSn_{1-x})O_4:Eu$  蛍光体材料合成のための固相法と溶液法の比較、古谷彰平、中野裕美、平靖之、藤原忍、29回秋季シンポジウム、広島大学、9/7-9 (2016) 2L03.
33. 固相法による  $Zn_2(Ti_xSn_{1-x})O_4:Eu$  蛍光体材料合成のための初期粒子サイズ制御、古谷彰平、中野裕美、藤原忍、竹田忠彦、木村義衛、粉体工学会春期研究発表会 京都リサーチパーク、5/17-18 (2016) 138-139.

[産業財産権]

○取得状況 (計 1 件)

名称：結晶質酸化セラミックスの短時間製法及び装置

発明者：中野裕美、古田吉雄

権利者：豊橋技術科学大学、フルテック(株)

種類：特許

出願日：29年12月18日

取得年：31年2月1日

番号：特許第 6473495 号

国内外の別： 国内

[その他]

ホームページ等

<http://www.crfc.tut.ac.jp/nakano/index.html>

## 6. 研究組織

### (1) 研究分担者

なし

### (2) 研究協力者

研究協力者氏名：馬渕 守

ローマ字氏名：(MABUCHI, mamoru)

研究協力者氏名：古田 吉雄

ローマ字氏名：(FURUTA, yoshio)