

新潟大学研究推進機構超域学術院 研究プロジェクト  
年次報告書（2010年度）

(1) 研究プロジェクト名

次世代照明用発光材料の開発

(2) 研究プロジェクト構成員・職・氏名

リーダー 佐藤 峰夫（自然科学系・教授）

メンバー 戸田 健司（自然科学系・准教授）

石垣 雅（超域学術院・助教）

上松 和義（工学部・技術専門職員）

(3) 研究成果の概要

①2010年度に設定した計画（何をどこまで行うか）

エネルギー消費の大きな既存照明から省エネルギー型固体照明への転換の流れが世界的に加速している。本プロジェクトは、既存照明を代替する次世代照明に関する蛍光体の開発を目的としている。前年に引き続き、「エネルギー変換機能を装備する特異な結晶構造とはどのようなものか」という観点から、新規な蛍光体を開発する取り組みを行ってきた。

2010年度は特にプロジェクトの外部評価において指摘があった「エンジニアリング的研究」に重点をおいて取り組んだ。取り組みは、実用化を目的とした外部機関との共同研究であり、具体的には国家プロジェクトへの参画による実用化評価、照明器具メーカーとの大型共同研究および新規な合成方法に関する特許化とそれに基づく大学発ベンチャーの創設である。また、蛍光体材料研究の分野における研究交流および次代を担う若い優秀な研究者の育成を目的として国際学会の開催も行った。内容を下記に列挙する。

1. 大型国家プロジェクトへの参加

- NEDO 省エネルギー革新技術開発事業「高輝度・高効率な電界電子放出型光源の研究開発」（高知FELよりの再委託）
- NEDO 技術開発機構実施事業「希少金属代替材料開発プロジェクト」（産総研、パナソニック、三菱化学、東北大、新潟大学）メンバーである戸田健司准教授がプロジェクトサブリーダーとして蛍光ランプ用蛍光体の開発を担当(新規組成の探索及び、希土類低減・希土類フリー蛍光体)

2. 民間企業との共同研究

大手照明器具メーカーとの大型共同研究により LED 用蛍光体の開発を行っている。

### 3. 新規な蛍光体合成法に関する研究

一酸化ケイ素を利用した独自の気相合成法を開発し、特許申請を行った。この特許に基づき大学発ベンチャーN-ルミネセンス株式会社を発足させた。また、希土類フリーでは現在最も高い量子効率を示す Rb-V 系蛍光体の室温での合成法を開発し、特許申請を行った。

### 4. 国際学会の開催

蛍光体材料に関する国際学会 Phosphor Safari 2010 を韓国・成均館大学と共同して、韓国の水原 (Suwon) 市で開催した。

#### ②上記①の計画の進展状況

NEDO 技術開発機構実施事業「希少金属代替材料開発プロジェクト」では、新規組成を持つ蛍光体のスクリーニングを行った。2011 年の中間審査にて概ね良好との評価を受け、プロジェクト後期二年間の継続が決定した。民間企業との共同研究では、有望な組成を見だし、特許を順次出願するに至っている。新規な蛍光体合成法に関するエンジニアリング的研究として行っている一酸化ケイ素 SiO<sub>2</sub> を使った合成法については、特許出願を行った。この特許に基づき大学発ベンチャーN-ルミネセンス株式会社を発足させた。現在、国内および国外の複数社より本技術の技術移転の可能性に問い合わせを受けている。本研究内容は、応用物理学会においてインパクトの強い研究として”マスコミプレビュー発表”に選ばれた。また、ディスプレイに関する国際学会 The 17th International Display Workshops(IDW'10)では IDW '10 Outstanding Poster Paper Award を受賞し、Invited paper の掲載も決まった。Rb-V 系蛍光体の合成研究は、出願した特許に基づき JST の研究成果最適展開支援プログラム A-STEP に申請し、採択が決定した。

#### ③上記①の計画の自己評価

学問的な成果だけでなく、外部機関との共同研究を含めた幅広い取り組みにより実用化を目指していることが評価されてきた。それにより、国内外を問わず蛍光体材料について招待講演や執筆に関する依頼が多くなっている。次世代照明用蛍光体に関する多くの成果が上がりつつあり、概ね順調である。

#### ④研究成果を踏まえた今後の研究計画

最終年度に向けて、総合的な研究データの評価による蛍光体材料の設計指針の確立を行う。また確立した設計指針に基づく蛍光体材料の探索だけでなく、応用を目的とした次世代照明をデバイスとして外部機関と共に試作し、その評価を行う予定である。

## ⑤研究発表実績

同プロジェクトによる研究成果の全部又は一部を学会誌等に発表したものについては、次に記載した区分の順に所要事項を記入すること。(別紙を添付しても可。)

ア 学会誌等 (発表者名, テーマ名, 学会誌名, 巻, 年月日)

1. "Microwave synthesis technique for long phosphorescence phosphor SrAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>:Eu<sup>2+</sup>,Dy<sup>3+</sup> using carbon reduction", T. Ishigaki, H. Mizushina, K. Uematsu, N. Matsushita, M. Yoshimura, K. Toda and M. Sato, Materials Science and Engineering B, Vol.173, pp.109 - 112(2010) (2010.10.15)
2. "Synthesis and luminescence property of new phosphate phosphor, RbPO<sub>3</sub>:Tb", A. Toda, K. Uematsu, T. Ishigaki, H. Mizushina, K. Uematsu, N. Matsushita, M. Yoshimura, K. Toda and M. Sato, Materials Science and Engineering B, Vol.173, pp.168 - 170(2010) (2010.10.5)
3. "Synthesis and Characterization of CaZnGe<sub>2</sub>O<sub>6</sub>", H. Hatakeyama, Y. Narumi, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, and M. Sato, Key Engineering Materials, Vol.445, pp.187 - 190(2010) (2010.7.26)
4. "Synthesis and characterization of low-dimensional structure", M. Nishiya, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, and M. Sato, Key Engineering Materials, Vol.445, pp.191 - 194(2010) (2010.7.26)
5. "Low temperature synthesis method of La<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub> and evaluation of the photocatalytic activity", M. Ohashi, T. Ishigaki, K. Uematsu, K. Toda, and M. Sato, Key Engineering Materials, Vol.445, pp.217 - 220(2010) (2010.7.26)
6. " Morphology control of phosphors synthesized by microwave heating method", A. Toda, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, and M. Sato, Key Engineering Materials, Vol.445, pp.233 - 236(2010) (2010.7.26)

イ 口頭発表 (発表者名, テーマ名, 学会等名, 年月日)

1. Synthesis of Bredigite related silicate for blue - green emission phosphor  
Tadashi Ishigaki, Satomi Seki, Kazuyoshi Uematsu, Kenji Toda, Mineo Sato  
3rd Workshop on PHOTOLUMINESCENCE IN RARE EARTHS: PHOTONIC MATERIALS AND DEVICES (PRE'10), The CNR Research Area, Firenze, Italy, 29 - 30 April 2010  
2010.4.29, [PRE10-77] Poster
2. Synthesis of broadband emission phosphor Ca<sub>2</sub>K<sub>2</sub>Mg<sub>2</sub>(V<sub>1-x</sub>P<sub>x</sub>)<sub>3</sub>O<sub>12</sub> (x=0~0.5) for white light emitting diodes  
M. Maeda, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, and M. Sato  
Fourth International Conference on Science and Technology of Advanced Ceramics (STAC-4), June 21-23, 2010, Mielparque-Yokohama, Yokohama, Japan  
発表日 : 2010.6.21, 発表番号 : PP-21 ポスター 発表賞受賞
3. Melt-Quench synthesis using arc imaging furnace for phosphor materials  
T. Ishigaki, K. Toda, M. Yoshimura  
LS-12/WhiteLED  
(THE SCIENCE AND TECHNOLOGY OF LIGHT SOURCES 12TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM)  
(WHITE LEDS AND SOLID STATE LIGHTING 3RD INTERNATIONAL CONFERENCE)  
Eindhoven University of Technology, Eindhoven, Netherlands, Jul. 11-16
4. Broad excitation band Barium silicate phosphors for LEDs, Ba<sub>4</sub>Si<sub>6</sub>O<sub>16</sub>:Eu<sup>2+</sup> and Ba<sub>5</sub>Si<sub>8</sub>O<sub>21</sub>:Eu<sup>2+</sup>  
T. Ishigaki, K. Sato, K. Uematsu, K. Toda, M. Sato  
LS-12/WhiteLED  
(THE SCIENCE AND TECHNOLOGY OF LIGHT SOURCES 12TH INTERNATIONAL SYMPOSIUM)  
(WHITE LEDS AND SOLID STATE LIGHTING 3RD INTERNATIONAL CONFERENCE)  
Eindhoven University of Technology, Eindhoven, Netherlands, Jul. 11-16
5. Synthesis and properties of Na<sub>3</sub>YSi<sub>2</sub>O<sub>7</sub>:Eu<sup>3+</sup> phosphor for fluorescent lamp  
T. Sakamoto, S. Kousaka, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda and M. sato

Fourth International Conference on Optical, Optoelectronic and Photonic Materials and Applications, August 15-20, 2010, Budapest, Hungary Europa Hotels & Congress Center, Budapest  
発表日2010.8.16 発表番号A-0255 ポスター発表

6. Synthesis of Eu<sup>2+</sup> -doped A-site and oxygen -deficient Perovskite related host for photoluminescent materials  
ISHIGAKI TADASHI, HATSUMORI TOMOKI, SAKAMOTO TATSUYA, UEMATSU KAZUYOSHI, TODA KENJI, SATO MINEO

Fourth International Conference on Optical, Optoelectronic and Photonic Materials and Applications, August 15-20, 2010, Budapest, Hungary Europa Hotels & Congress Center, Budapest  
発表日2010.8.16 発表番号A-0306ポスター発表

7. The Combinatorial phosphor materials synthesis using arc imaging furnace

T. Ishigaki, K. Toda, M. Yoshimura, K. Uematsu, M.Sato

6th International workshop on combinatorial materials science and technology

2010年10月27(水) ~10月29日(金) 北海道ルスツリゾートホテル

発表日:2010年10月27日 発表番号O-1 口頭

8. Rapid screening method of phosphor materials using fluidized bed furnace

Masanori Arai, Kazuyoshi Uematsu, Tadashi Ishigaki, Kenji Toda, and Mineo Sato

6th International workshop on combinatorial materials science and technology

2010年10月27(水) ~10月29日(金) 北海道ルスツリゾートホテル

発表日:2010年10月28日 発表番号4 ポスター

9. Long persistent properties of calcium germanate CaGe<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Hiroyuki Shimizu, Tadashi Ishigaki, Kazuyoshi Uematsu, Kenji Toda, Mineo Sato

The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3), November 14 - 18, 2010

発表日:2010.11.15 発表番号:S7-P032 形式:poster

10. Synthesis of Novel Borophosphate Phosphors for White Light LEDs

N. Sato, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, M. Sato

The 3rd International Congress on Ceramics (ICC3), November 14 - 18, 2010

Osaka International Convention Center, Japan 発表日:2010,11.15, 発表番号:S7-P037 poster

11. Crystal Chemistry of Silicate Phosphors

M.Inoue, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, M. Sato

The 3rd International Congress on Ceramics(ICC3), November 14 - 18, 2010

Osaka International Convention Center, Japan 発表日:2010,11.15, 発表番号:S7-P048 poster

12. Synthesis of Mn<sup>4+</sup> doped red emitting phosphor for a white LED

K. Seki, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda and M. sato

2010 International Symposium on Crystal Growth (Phosphor safari 2010),

Sungkyunkwan University, Suwon, Korea, Nov. 9-11, 2010

発表日:2010.11.10 発表番号:PP16, ポスター

13. Synthesis of CaMgGe<sub>2</sub>O<sub>6</sub>:Mn<sup>2+</sup> phosphor for the field emission lamp

S. Sato, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, M. Sato, H.Sasaoka, M.Ohoka, K.Nishimura

2010 International Symposium on Crystal Growth (Phosphor safari 2010),

Sungkyunkwan University, Suwon, Korea, Nov. 9-11, 2010

発表日:2010.11.10, 発表番号:PP-24,ポスター

14. New rare earth-free red emitting phosphor SiP<sub>2</sub>O<sub>7</sub>:Mn<sup>2+</sup> under near UV light excitation

M. Maeda, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, and M. Sato

2010 International Symposium on Crystal Growth (Phosphor Safari 2010)

Sungkyunkwan University, Suwon, Korea, Nov. 9-11, 2010

発表日:2010,11.10, 発表番号:PP22, ポスター

15. Synthesis of Ba<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>:Eu<sup>2+</sup> by gas-solid phase method

T. Sakamoto, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda and M. sato

2010 International Symposium on Crystal Growth (Phosphor Safari 2010)  
Sungkyunkwan University, Suwon, Korea, Nov. 9-11, 2010  
発表日:2010.11.10 発表番号:PP23 ポスター

16. Growth of Silicate Phosphors from the Vapor Phase  
T. Ishigaki, K. Toda, T. Sakamoto, K. Uematsu, M. Sato  
The 17th International Display Workshops (IDW'10), December 1-3, 2010  
Fukuoka International Congress Center  
発表日:2010.12.02, 発表番号:PHp-7, ポスター ポスター賞受賞

17. Synthesis of Ce<sup>3+</sup>-Tb<sup>3+</sup> Co-activated Phosphate Phosphor in Air Condition  
N. Sato, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, M. Sato  
The 17th International Display Workshops (IDW'10), December 1-3, 2010  
Fukuoka International Congress Center 発表日:2010.12.02, 発表番号:PHp-13, ポスター

18. Synthesis of Eu<sup>3+</sup> doped novel borotungstate and borosilicate phosphors for White LEDs  
M.Inoue, S.Seki, K. Uematsu, T. Ishigaki, K. Toda, M. Sato  
The 17th International Display Workshops (IDW'10), December 1-3, 2010  
Fukuoka International Congress Center 発表日:2010.12.02, 発表番号:PHp-14, ポスター

19. High Throughput Synthesis "Melt-Synthesis Technique" for Photoluminescence Materials Using by Arc Imaging Furnace  
T. Ishigaki, K. Uematsu, K. Toda, M. Sato, M. Yoshimura  
The 17th International Display Workshops (IDW'10), December 1-3, 2010  
Fukuoka International Congress Center 発表日:2010.12.02, 発表番号:PHp-27, ポスター

20. Synthesis of gallium nitride using a fluidized bed  
Masanori Arai, Kazuyoshi Uematsu, Tadashi Ishigaki, Kenji Toda and Mineo Sato  
環太平洋化学会議 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies 2010年12月15~20日  
場所 Kamehameha Halls II and III (Convention Center) ハワイコンベンションセンター  
発表日12月18日, 発表番号:1198 poster

21. Synthesis and properties of MOF compound with rare earth elements and 2,4-PDC  
Ryosuke Matsumura, Yoshiyuki Sato, Kazuyoshi Uematsu, Tadashi Ishigaki, Kenji Toda, Mineo Sato  
環太平洋化学会議 2010 International Chemical Congress of Pacific Basin Societies 2010年12月15~20日  
場所 Kamehameha Halls II and III (Convention Center) ハワイコンベンションセンター  
The International Chemical Congress of Pacific Basin Societies  
発表日:2010.12.17 発表番号:647

学会以外の講演については下記がある。

1. 第3回次世代照明技術展 専門セミナー (2011.01)
2. 社団法人電子情報技術産業協会 第7回JEITA電子材料セミナー (2010.12)
3. 応用物理学会マスコミプレビュー発表会"気体から創る次世代照明用発光材料 レトルトパックの保護フィルムから蛍光体が出来た！(2010.9)
4. 燕商工会議所工業部会主催新技術講演会「LED 照明 の現状と課題そして展望」(2010.06)

#### ウ 出版物 (著者名, 書名, 出版社名, 年月日)

1. "発光・照明材料[希土類を含まない蛍光体材料]", 戸田健司, 日刊工業新聞社(2010), 担当部分:182-193 (2010.12)

2. "変換効率の高い新しい蛍光体の開発トレンド", 戸田健司, 石垣雅, 上松和義, 佐藤峰夫, マテリアルステージ, Vol.10(技術情報協会), pp.61 - 65(2010) (2010.4.10)

3. "ナノ粒子蛍光体", 石垣雅, 戸田健司, 上松和義, 佐藤峰夫, セラミックス, Vol.45, No.2(日本セラミックス協会), pp.109 - 112(2010), 担当:109-112 (2010.12)

#### ⑥競争的資金の応募・採択状況

プロジェクト認定期間中における競争的資金への応募・採択状況を構成員毎に記載する。ただし、学内者のみとし、プロジェクト推進経費等の学内公募の研究費は除くものとする。

(記載事項：代表者名、研究費の名称、研究期間、総額、採否の別)

佐藤峰夫

- 平成23年度 科研費 基盤研究(B) 無機材料合成に対するマイクロ波水熱合成法の有用性の検証、代表者 佐藤峰夫、H23～25年度、18,328,000円、不採択

戸田健司

- NEDO 省エネルギー革新技术開発事業「高輝度・高効率な電界電子放出型光源の研究開発」(代表者西村一仁(高知FEL)総額2億3300万、新潟大学配分は2700万で申請、平成21年から23年、採択)
- NEDO 技術開発機構実施事業「希少金属代替材料開発プロジェクト」(産総研、パナソニック、三菱化学、東北大、新潟大、代表者 赤井智子(産総研)、サブリーダー 戸田健司(新潟大)、総額6億2900万、新潟大学配分は6900万で申請、平成21年から25年、採択)
- 平成23年度 科研費 基盤研究(A) 気相-固相スーパーハイブリッド合成法を用いた蛍光体の開発、代表者 戸田健司、H23～25年度、36,100,000円、不採択
- 研究成果最適展開支援事業(A-STEP) 起業挑戦タイプ「照射波長可変型植物工場用照明システムの構築と実用化」FSステージ 探索タイプ、代表者 戸田健司、総額1億4660万円、平成22年から25年、不採択

石垣雅

A-STEP「FSステージ 探索タイプ」、無機蛍光体の室温合成の実用化、代表者 石垣雅、1700,000円、平成23年度、採択

上松和義

- 平成23年度 科研費 基盤研究(C)、マイクロ波プロセッシングによる電池用正極材の導電材によるコアシェル化、代表者 上松和義、H23～25年度、3,460,000円、不採択

#### ⑦研究成果による知的財産権の出願・取得状況

- 蛍光体及び蛍光体含有組成物、並びに、それを用いた発光装置、照明装置及び画像表示装置  
戸田健司、佐藤峰夫、石垣雅、上松和義、関聡美、下村康夫  
特許公開2010-121068  
発光ピークの半値幅が広く、発光装置の色再現性の向上に有効な、青色～黄緑色に発光する新規アルミノシリケート系蛍光体を提供する。
- 蛍光体、蛍光層形成用組成物、蛍光層及び発光装置  
戸田健司、佐藤峰夫、上松和義、石垣雅、川上 義貴、梅田 鉄  
特許公開2010-275370

励起光源が半導体発光層素子である場合であっても、励起光により青色に発光し、耐久性の改善された蛍光層を形成することを可能にする新規な蛍光体を提供すること。

- 蛍光剤及びその製造方法、並びに蛍光層形成用組成物、蛍光層及び発光装置  
戸田健司、佐藤峰夫、上松和義、石垣雅、川上 義貴、梅田 鉄  
特許公開2010-275371  
励起光源が半導体発光層素子である場合であっても、励起光により十分な輝度で緑色に発光することが可能な新規な蛍光剤を提供すること。
- 蛍光体及びそれを製造する方法、並びに蛍光層形成用組成物、蛍光層及び発光装置  
戸田健司、佐藤峰夫、上松和義、石垣雅、川上 義貴、梅田 鉄  
特許公開2010-275372  
励起光源が半導体発光層素子である場合であっても励起光により青色又は緑色に発光し、還元雰囲気下での焼成を必要とすることなく製造することが可能な新規な蛍光体を提供すること。

共同研究等の知的財産保護のため、2010年に公開になったもののみを示す。その他の出願は2010年度では5件以上である。

#### ⑧新聞等のメディアに掲載された事項

プロジェクトに関するもので、学外向けのメディアに取り上げられた場合は、その内容を記載すること。

- 電波新聞、2010年6月10日、特集記事号において本研究室の蛍光体に関する取り組みが二面に渡り掲載された。
- 日経産業新聞、2010年9月7日、「新潟大 緑色蛍光体3倍明るく」 SiO<sub>2</sub>を用いた気相合成に関し、報道された。