

# Zr を含むナノ粒子化合物の作製と微細構造および発光特性評価

久留米工業高等専門学校 奥山 哲也  
 九州大学大学院工学研究院 金子 賢治

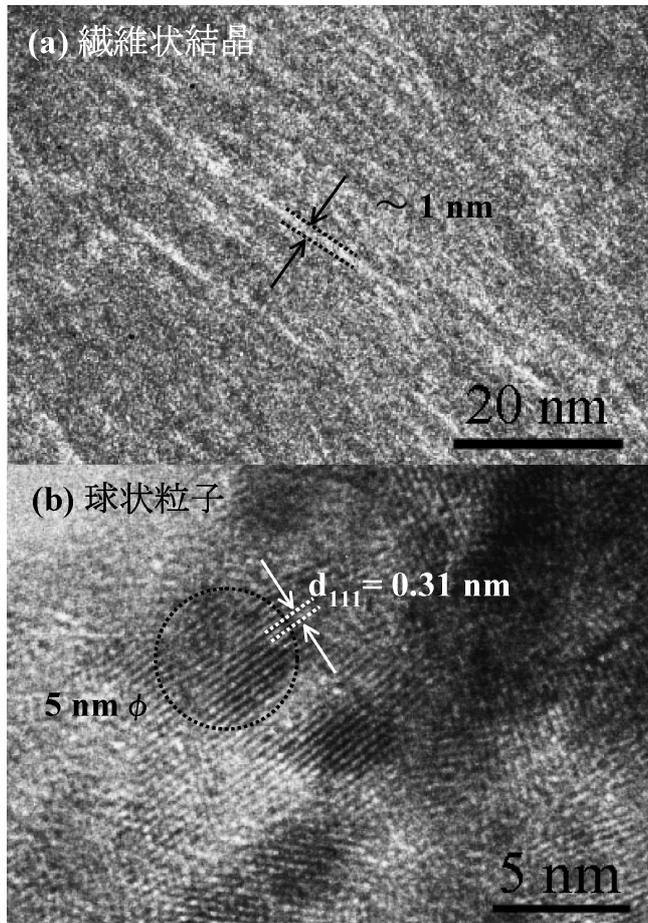


Fig. 1 合成ナノ粒子のTEM観察結果.  
 (a) DFI像, (b) 高分解能像.

次世代デバイスとして期待される有機ELは高寿命化や発光効率の向上等を目指し、発光特性を有する無機物ナノ粒子の添加が検討されている<sup>(1)</sup>。本研究ではジルコニウムを含むナノ粒子の合成を行ってきており、その途中成果について以下に示す。

Fig. 1は等温処理15hrの合成過程で、同一サンプル中に含まれていたナノ粒子の(a)暗視野像、(b)高分解能格子像である。Fig. 1(a)では幅1nm以下の繊維状粒子、(b)では直径5nm前後の結晶性を持つ球状粒子の2種類の生成物が確認できる。図中灰色部は洗浄後の粒子に付着していた有機残留物である。Fig. 1(a)の暗視野像は極めて細い繊維状結晶粒子であり、旧来のTEMでは観察不可能であった。各粒子の構造は現在解析中である。Fig. 2(a), (b)はFig. 1と同一視野からのEDX測定結果であり、(a)ではZrをわずかに含みOとCが検出されている。これより

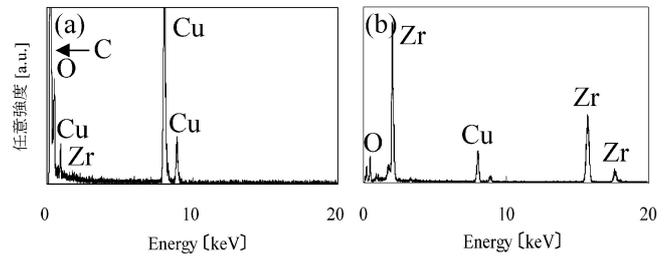


Fig. 2 Fig. 1の観察箇所でのEDX測定結果。  
 (a) 繊維状粒子, (b) ナノ粒子。

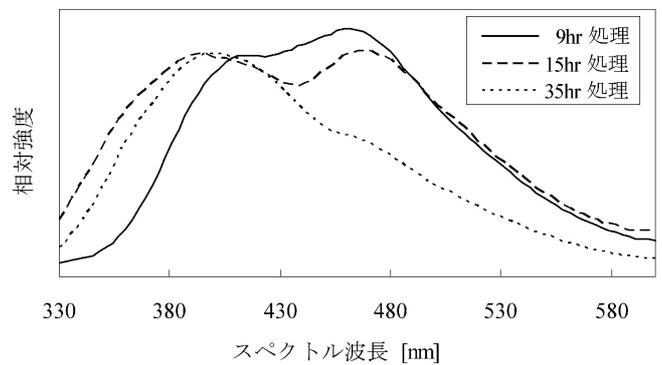


Fig. 3 作製条件の異なるナノ粒子を含むサンプルの蛍光スペクトル測定結果(励起波長310nm)。

Fig. 1(a)の繊維状粒子はZrを含む化合物もしくはZr錯体と予想している。Fig. 2(b)ではZrの $K_{\alpha}$ 線が明瞭に検出されており、 $ZrO_2$ に近い組成比であることが分かった。Fig. 1(b)で示す高分解能像の格子縞間隔が $ZrO_2$ の(111)面に相当することから $ZrO_2$ ナノ球状粒子と推定される。Fig. 3はFig. 1同様の合成条件で、処理時間途中の抜き取りサンプルの蛍光スペクトル結果である。Fig. 3では青色波長域に2種類の発光ピークが出現している。ナノ粒子が観察されなかった短時間処理サンプルでは発光ピークは出現しなかった。Fig. 1で示したTEM微細組織観察結果を考慮すると、Fig. 3で得られた発光ピークは繊維状と球状ナノ粒子の生成と粒子成長に関するものと予想される。各粒子とスペクトルの関連や発光発現機構に関しては化学結合状態や錯体等の構造あるいは配位等のさらなる解析が必要である。

## 文 献

- (1) 吉崎舞祐子, 奥山哲也 他: 日本化学会第89春季年会, (2009), 3L1-13.  
 (2009年7月21日受理)

Nanostructures and Luminescence Properties of Zr Based Nanoparticles Prepared by Solution Growth Technique; Tetsuya Okuyama\*, Kenji Kaneko\*\* (\*Department of Materials Science and Engineering, Kurume National College of Technology, Kurume. \*\*Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University, Fukuoka)  
 Keywords: nanoparticle, fiber nanocrystal, electro luminescence, solution growth, Zr oxide  
 TEM specimen preparation: powder method TEM utilized: TECHNAI-20 (200 kV)