



AichiSR

高圧下で合成された微量試料の放射光粉末 X 線回折測定 ：高圧相アルミン酸ストロンチウム SrAl_4O_7 の合成と相安定性

杉浦 環太，佐々木 拓也，丹羽 健，長谷川 正
名古屋大学 大学院工学研究科

キーワード：高圧合成，アルミン酸塩， SrAl_4O_7 ，蛍光体

1. 背景と研究目的

アルミン酸塩は蛍光体やセメント材などのセラミックス材料として様々に利用されているほか，造岩鉱物として高圧相の相形成に関する研究も幅広く行われている．その中でも，本研究ではアルミン酸ストロンチウム（ $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ 系）に着目した．アルミン酸ストロンチウムには SrAl_2O_4 ， $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ などの常圧安定相が存在し，これらの常圧相に Eu などの発光イオンを賦活した蛍光体の合成が報告されている^{[1][2]}．一方，Machida らは常圧相 SrAl_4O_7 を出発試料として水を加えた水熱条件下で高温高圧合成することによって高圧相 SrAl_4O_7 を合成した^[3]．しかしながら，加えた水の効果や生成相への影響については明らかになっていない．また，高圧相 SrAl_4O_7 に発光イオンを賦活した蛍光体の合成も報告されていない．そこで SrAl_4O_7 の相安定性を評価するために，水の量を変化させた SrAl_4O_7 の高温高圧合成を行うとともに，新規 Eu 賦活 SrAl_4O_7 蛍光体を合成することを目的とし，本課題では高圧合成した微小試料の放射光粉末 X 線回折測定を行った．

2. 実験内容

試料の高温高圧処理には DIA 型マルチアンビルプレスを使用した．出発試料は SrCO_3 ， Al_2O_3 および Eu_2O_3 を $\text{SrCO}_3:\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Eu}_2\text{O}_3 = 0.990:2:0.005$ のモル比となるように秤量・混合し，保持温度 1000 °C，保持時間 12 h の条件で焼成した試料を使用した．5~40 wt%の水を加えた出発試料を試料カプセルに充填し，高圧試料セルを 5 GPa まで加圧した．試料セル内のグラファイトヒーターに電圧を印加することで 900 °C まで昇温し，加熱を行った．加熱終了後，常圧まで減圧し，試料を回収した．得られた試料は粉碎し，放射光粉末 X 線回折測定により評価を行った．

3. 結果および考察

出発試料は常圧相 SrAl_4O_7 ではなく， SrAl_2O_4 および Al_2O_3 の混相であったが，出発試料として使用した．5 wt%添加した試料では $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ および $\text{Sr}_2\text{Al}_6\text{O}_{11}$ が生成した．12 wt%添加した試料では $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ が主相であったが，副相として高圧相 SrAl_4O_7 も生成した．また，20，40 wt%添加した試料では高圧相 SrAl_4O_7 が主相として， $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ が副相として生成した．したがって，高圧相 SrAl_4O_7 の合成には少なくとも 12~20 wt%の水を加える必要があると示唆された．また，水を添加した全ての試料で SrAl_4O_7 よりも Al に富んだ $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ が生成していることから，この合成条件下では $\text{SrAl}_{12}\text{O}_{19}$ の方が安定であるか，試料の組成が高圧水熱条件下では仕込み組成からずれた状態になっていると推察される．以上の結果より， SrAl_4O_7 の合成に必要な水の添加量を明らかにすることに成功した．今後，試料の単相合成を目指し，出発組成と合成条件を再検討するとともに，合成した試料の蛍光特性を測定する予定である．

4. 参考文献

- [1] S.H.M. Poort, W.P. Blokpoel, and G. Blasse, *Chem. Mat.*, **7**, 1547-1551 (1995).
- [2] H.T. Hintzen, C.J.M. Denissen, and H.M. van Noort, *Mat. Res. Bull.*, **24**, 247-259 (1989).
- [3] K. Machida, G. Adachi, J. Shiokawa, M. Shimada, and M. Koizumi, *Acta Cryst.*, **B38**, 889-891 (1982).