



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 ：Eu 賦活ケイ酸ストロンチウム蛍光体の高圧合成

北原 拓海, 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：高圧合成法, 蛍光体, ケイ酸塩, SrSi_2O_5

1. 背景と研究目的

白色 LED は青色 LED と蛍光体を組み合わせ、それぞれの発光の混色により白色光を実現する白色光源であり、ディスプレイのバックライトや照明などに利用されている。そのため、用途に応じた発光特性を有する蛍光体の開発は重要である。一般的な無機蛍光体は母体材料となる無機化合物に発光中心となる金属元素を少量賦活することで構成される。中でも、2 価の Eu を賦活した蛍光体は Eu^{2+} に由来する 4f-5d 遷移による発光を示し、母体材料の結晶構造によって発光波長が変化する。本研究では、ケイ酸ストロンチウムに Eu を賦活した $\text{SrSiO}_3\text{:Eu}^{2+}$ 蛍光体に着目した。 SrSiO_3 は合成圧力によって α 相（常圧）から δ 相（4 GPa）、 δ' 相（6 GPa）へと相転移し、それぞれの高圧多形で異なった発光特性を示すことが報告されている^[1]。また、ケイ酸ストロンチウムには 16 GPa, 900 °C の条件下で合成される SrSi_2O_5 ^[2] があるが、Eu を賦活した蛍光体としての報告はない。そこで本研究では、高圧合成を用いた Eu 賦活 SrSi_2O_5 新規蛍光体の合成とその発光特性の評価を目的とし、高圧合成した試料の放射光 X 線回折測定を実施した。

2. 実験内容

試料の高圧合成には 2 段式川井型マルチアンビルプレス高圧発生装置を使用した。原料粉末 SrCO_3 、 SiO_2 および Eu_2O_3 をそれぞれ目的の化学量論組成となるように秤量し、アルミナ乳鉢・乳棒で 1 時間、エタノールを加えて湿式混合した。混合粉末をペレット状に成型し、電気炉を用いて大気中・1300 °C で 12 時間焼成した。その後、3% H_2 +97% N_2 混合ガス気流中・1000 °C で 12 時間焼成することで還元処理を行った。焼成した出発試料を高圧合成セルに充填し、マルチアンビルプレスを用いて目的圧力まで加圧した後、ヒーターに電流を流すことによって目的温度で加熱した。その後、加熱電源の出力を切ることで室温まで試料を急冷した。常圧まで減圧した後、試料を回収した。得られた試料は粉碎し、あいち SR の粉末 X 線回折ビームライン BL5S2 において放射光粉末 X 線回折測定を行った。

3. 結果および考察

出発試料はほぼ単相の α 相 SrSiO_3 であった。この出発試料を 14 GPa・900 °C および 14 GPa・1200 °C で高温高圧処理した試料では SrSi_2O_5 、 α 相 SrSiO_3 および Stishovite 相 SiO_2 が生成した。より合成圧力を上昇させた 16 GPa・1200 °C で高温高圧処理した試料では SrSi_2O_5 相、 Sr_2SiO_5 相および Stishovite 相 SiO_2 が生成したことを確認した。したがって、14 GPa および 16 GPa において目的とする SrSi_2O_5 相の合成に成功した。また、14 GPa と 16 GPa の合成結果を比較すると、16 GPa で合成した試料の方が SrSi_2O_5 相の回折ピークの半値幅が減少したことから、より合成圧力が高いほうが SrSi_2O_5 相の結晶性が向上すると考えられる。以上の結果より、本研究では高圧合成によって Eu 賦活 SrSi_2O_5 相の合成に成功した。今後は、 SrSi_2O_5 相の単相合成を目指すとともに、合成した試料の発光特性を測定する予定である。

4. 参考文献

- [1]. K.-I. Machida, G.-Y. Adachi, J. Shiokawa, M. Shimada, M. Koizumi, K. Suito, and A. Onodera, *Inorg. Chem.*, **21**, 1512–1519 (1982).
- [2]. H. Kojitani, M. Kido, and M. Akaogi, *Phys. Chem. Miner.*, **32**, 290–294 (2005).