



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 β -SrAl₄O₇ 相の合成と組成決定

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, β -SrAl₄O₇ 相

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 (SrO-Al₂O₃ 系) の高圧相に着目した。アルミン酸ストロンチウムの高圧相としては、Machida らが水熱条件下となるように常圧相 α -SrAl₄O₇ に少量の水を加えた出発試料を高温高圧合成することで高圧相 β -SrAl₄O₇ を合成したことを報告している^[1]。しかしながら、この報告以降に β -SrAl₄O₇ を合成した報告例はない。我々の再現実験においては、試料容器として金属カプセルを使用した実験では β -SrAl₄O₇ は生成せず、BN カプセルを使用した場合にのみ β -SrAl₄O₇ を合成することに成功した。このことから、 β -SrAl₄O₇ 相の合成にはホウ素が必要である可能性が示唆された。そこで本研究では、 β -SrAl₄O₇ 相の結晶構造および組成を再検討するために、様々な組成で合成実験を行い、放射光粉末 X 線回折測定を行った。

2. 実験内容

SrCO₃ と Al₂O₃ を SrAl₄O₇ の組成となるように SrCO₃:Al₂O₃=1:2 のモル比で秤量・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に B₂O₃ を SrAl₄O₇ に対して 10, 50, 120 mol% 添加した混合粉末を出発試料①として使用した。また、SrCO₃:Al₂O₃:B₂O₃=1:1:1 のモル比となるように秤量・混合し、保持温度 900 °C、保持時間 12 h の条件で焼成した試料を出発試料②として使用した。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。BN 試料カプセルに水を添加しない状態の出発試料を充填し、高圧試料セルを 5 GPa もしくは 6 GPa まで加圧した。試料セル内のグラフアイトヒーターに電圧を印加することで 900 °C もしくは 1200 °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 (あいち SR BL5S2) により評価を行った。

3. 結果および考察

出発試料①で高圧合成した試料では、10 mol% では β -SrAl₄O₇ 相はほとんど生成しなかったが、50 mol% 以上で β -SrAl₄O₇ 相が生成していた。このことから、 β -SrAl₄O₇ 相の生成には水ではなく、ホウ素が必要であることが示された。また、先行研究^[1]で報告されている結晶構造では、四面体配位サイトのカチオン-酸素結合距離が BO₄ 四面体の一般的な値と近い。したがって、四面体サイトに B が占有している可能性が高く、 β -SrAl₄O₇ 相の実際の組成は Sr(Al,B)₄O₇ であると推察される。出発試料②は SrAl₂B₂O₇ の単相試料であり、これを高圧合成した試料では β -SrAl₄O₇ 相と SrAl₁₂O₁₉ が生成していた。これらの実験結果を踏まえると、 β -SrAl₄O₇ 相 Sr(Al,B)₄O₇ の実際の組成は SrAl₂B₂O₇ よりも B に富んだ組成であると推察される。今後、リートベルト解析によって占有率の精密化を行い、実際の組成を決定する。

4. 参考文献

- [1] K. Machida, G. Adachi, J. Shiokawa, M. Shimada, and M. Koizumi, *Acta Cryst.*, **B38**, 889-891 (1982).