

B07 タングステン酸塩およびニオブ酸塩系結晶微粒子の水熱合成

(愛知工業大学) ○牧野 弘秀・平野 正典

Email hirano@aitech.ac.jp

【緒言】

正方晶シーライト型構造を持つ CaWO_4 は、従来から青色蛍光ランプ、また、母体結晶として利用されている。一方、 RENbO_4 ($\text{RE}=\text{Y}, \text{Gd}$ など) は室温で単斜晶フェルグソン石型、高温で正方晶シーライト型構造をとることが知られている。これらの結晶材料の特性の報告例は数多くあるが、両物質を端成分とする系について合成を行い、その特性を調べた報告例はほとんどない。本研究では $\text{CaWO}_4\text{-RENbO}_4$ 系結晶微粒子を水熱合成し、得られた生成物の特性を評価した。

【実験手順】

$(1-x)\text{CaWO}_4\text{-}x\text{RENbO}_4$ となるようにテフロン容器に $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 、 $(\text{NH}_3)_4\text{W}_{12}\text{O}_{41} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{EuCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ または $\text{GdCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、 NbCl_5 エタノール溶液を加えた後、弱塩基性条件下にするために NH_3 水を加え、全体の濃度が 0.1mol/L 、全量が 90ml となるように試料溶液を調整した。この試料溶液の入ったテフロン容器を耐圧容器に入れ、回転させながら 240°C 、 5h の条件で水熱処理した。得られた生成物は、洗浄、乾燥、解砕を行った。また、一部の試料は $1000\sim 1300^\circ\text{C}$ 、 1h の条件で熱処理を行った。得られた試料は、粉末 X 線回折による結晶相の同定、格子定数、紫外可視分光光度計による粉体吸光度、分光蛍光光度計を用いた蛍光特性の測定などを行った。

【結果と考察】

Fig.1 に $(1-x)\text{CaWO}_4\text{-}x\text{EuNbO}_4$ となるように調整し、 240°C 、 5h 水熱合成した試料の XRD パターンを示す。実験を行ったすべての試料において正方晶系 Scheelite 型の回折パターンが確認された。また、Fig.2 に同試料の紫外可視吸収スペクトルを示す。 350nm 付近に吸収端が見られ、 $400\sim 550\text{nm}$ において Eu^{3+} 由来の吸収ピークが確認された。

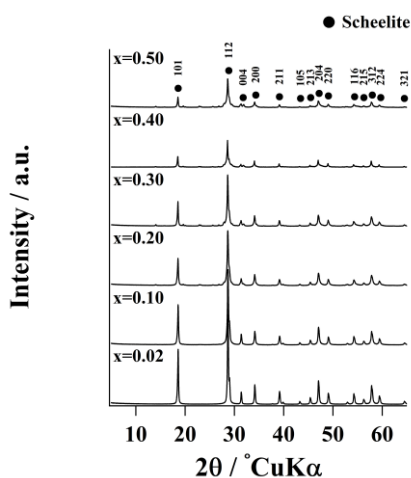


Fig.1 XRD patterns of $(1-x)\text{CaWO}_4\text{-}x\text{EuNbO}_4$ formed under hydrothermal condition at 240°C 5h .

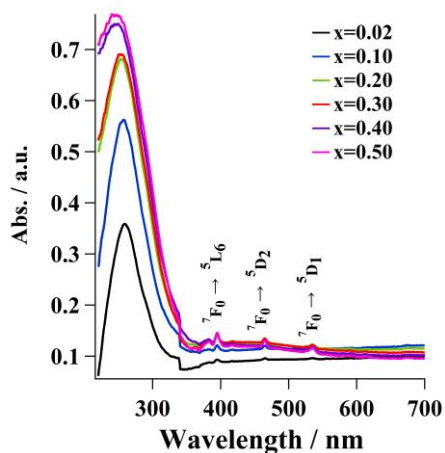


Fig.2 UV-vis absorption spectra of samples.