



高圧合成における高配位構造の探索と凍結性に関する研究

遊佐 斉

国立研究開発法人物質・材料研究機構

キーワード：超高压合成, 酸化ガリウム, 蛍光体

1. 背景と研究目的

最近、酸化ガリウム (Ga_2O_3) の高圧相のコランダム構造にクロムをドープすることで、250~620 nm の広い可視領域光の励起において、赤色蛍光を示すことを報告した^[1]。ここでは、ルビー ($\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{3+}$) と同様の R1,R2 の狭線の蛍光を示し、その蛍光強度はルビーより強いため、ダイヤモンドアンビルセル (DAC) での圧力スケールとしての応用が示されている^[1]。合成は大型ベルト装置により 7.7 GPa, 1200°C、1 時間の条件でおこなわれたが、その後の合成研究で、結晶粒は合成時間とともに大きく増加する傾向が見られた。今回、様々な保持時間で合成した試料について、結晶粒成長の時間相関を調べるとともに、合成された結晶粒の同定をおこなったので報告する。

2. 実験内容

測定に利用したコランダム型 $\text{Ga}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{3+}$ は、NIMS のベルト型高圧装置 (NIMS:FB30H) を用いて、固相反応法により合成した。合成条件は、7.7 GPa, 1200 °C であり、6 分、1 時間、10 時間、47 時間の保持後、急冷減圧により試料を取り出した。試料をポリイミドのキャピラリーに取り付け、BL2S1 において単色 X 線回折実験 (17.14 keV) をおこなった。検出器は PILATUS 1M を用い約 100 mm のカメラ長で測定した。

3. 結果および考察

DAC の極小試料室内での圧力マーカーとしての結晶粒サイズは 10 μm 以下のものが求められる。ルビーは常圧相であるため粉碎後 700°C 程度でアニールすることで、蛍光スペクトルへの歪みの影響を取り除くことができるが、コランダム型 $\text{Ga}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{3+}$ は、600°C 以上でアニールすると低圧相の β 構造へ戻ってしまうため、粉碎は適さず、高圧合成時の粒成長制御が必要となる。合成時間と結晶粒成長の相関を Fig. 1 に示す。また、各々の試料の X 線回折図形 (XRD) を Fig. 2 に示す。各合成条件とも、ほぼコランダムの単相から成り、6 分の合成時間により DAC 内で最適な 10 μm 以下の結晶が得られることがわかった。

4. 参考文献

1. H. Yusa and M. Miyakawa, *Inorg. Chem.* **63**, 2695 (2024).

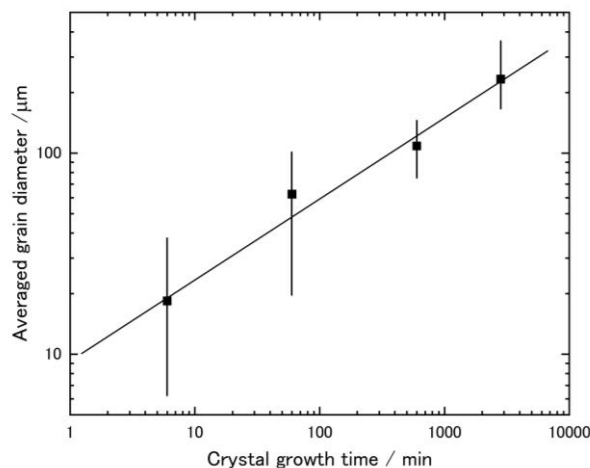


Fig.1 コランダム型 $\text{Ga}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{3+}$ の高圧合成時間と平均粒径の相関

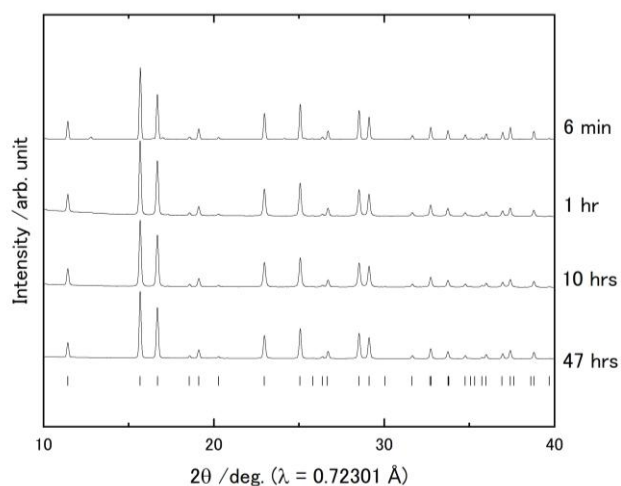


Fig. 2 コランダム型 $\text{Ga}_2\text{O}_3:\text{Cr}^{3+}$ の合成時間別 XRD