18p-A26-14

多成分系ガラスから形成した ZnO の構造評価：顕微鏡学的および分光学的研究

Structure of ZnO crystallized in multi-component glass: Microscopic and spectroscopic study

東北大院工 [1]，物材機構 [2]　○高橋 儀宏 [1]，木下 幹夫 [1]，宮崎 孝道 [1]，長田 実 [2]，寺門 信明 [1]，藤原 巧 [1]

Tohoku Univ. [1], NIMS [2],　○Yoshihiro Takahashi[1], Mikio Kinoshita[1], Takamichi Miyazaki[1], Minoru Osada[2], Nobuaki Terakado[1], Takumi Fujiwara[1]

E-mail: takahashi@laser.apph.tohoku.ac.jp

【緒論】ガラスから析出する結晶相は，従来の合成法で得られる結晶材料とは異なるモルフォロジーや物理特性が期待される．酸化亜鉛（ZnO）は優れた機能性結晶であり，その光物性や磁気特性は欠陥により誘起される．本研究では ZnO を多量に含む多成分系ガラスからの ZnO 結晶形成メカニズムや欠陥構造について調査した．

【実験方法】ZnO 単相の結晶化が報告されている $10K_2O$–$5CaO$–$45ZnO$–$25B_2O_3$–$9Al_2O_3$ 組成を調査ガラスとした．[1] 白金坩堝を用いた溶融急冷法により得られたガラスを徐歪・切削加工などを施し，熱処理することで ZnO 結晶化ガラスを得た．ガラスおよび結晶化試料は走査型／透過型電子顕微鏡（SEM／TEM），電子線後方散乱回折法（EBSD），顕微ラマン分光法などで評価した．

【結果・考察】680ºC で 3 h 熱処理したガラスにおいて，試料表面からの樹状成長（長さ：~20–70 μm）が観察された．この樹状結晶は ZnO 単結晶であり，成長方向は *a* 軸であることを TEM と EBSD により確認した．また EBSD による方位差（KAM）マップから，歪みが ZnO 樹状結晶に存在し，この歪みは周囲のガラス相と結晶界面に局在していることを見出した．さらにラマン測定による ZnO の E_{2H} モード解析により，析出結晶は圧縮応力を受けていることが判明した．これら結果から，自由度の高い環境下で ZnO は結晶化しているのではなく，周囲の高粘性の過冷却液体から強い抵抗を受けながら樹状結晶が成長しているものと考えられる．

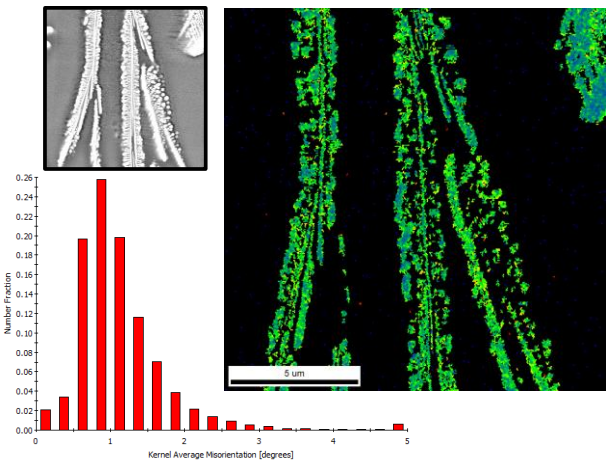

FIG. 1.　SEM image of ZnO dendrites in glass-ceramics obtained at 680°C for 3 h and the corresponding KAM (Kernel Average Misorientation) map (blue to red for KAM = 0 to 5°), and its KAM distribution.

【参考文献】1) H. Masai, T. Ueno, Y. Takahashi, T. Fujiwara, J. Am. Ceram. Soc. **94**, 2452 (2011).

© 2014 年　応用物理学会