W 坩堝を使用したマイクロ引き下げ法による $La_2Hf_2O_7$ の結晶育成

Crystal growth of $La_2Hf_2O_7$ by micro-pulling-down method using a W crucible.

東北大金研 [1]，チェコ物理研 [2]，東北大 NICHe[3]，C&A[4]，○(M2)須田貴裕 [1]，横田有為 [1]，堀合毅彦 [2]，山路晃広 [1]，吉野将生 [1]，花田貴 [1]，佐藤浩樹 [3]，豊田智史 [3]，大橋雄二 [3]，黒澤俊介 [1,3]，鎌田圭 [1,3,4]，吉川彰 [1,3,4]

IMR Tohoku Univ.[1], AS CR[2], NICHe Tohoku Univ.[3], C&A[4] ○Takahiro Suda[1] , Yuui Yokota[1], Takahiko Horiai[2], Akihiro Yamaji[3], Masao Yoshino[1], Takashi Hanada[1], Hiroki Sato[3], Satoshi Toyoda[3], Yuji Ohashi[3], Shunsuke Kurosawa[1,3], Kei Kamada[1,3,4], and Akira Yoshikawa[1,3,4]

E-mail: suda@imr.tohoku.ac.jp

【背景】従来の融液成長法と比べて育成速度が速いことで機能性単結晶の材料探索に利用されてきたマイクロ引き下げ法（μ-PD 法）では、一般的に Ir や Pt 製の坩堝が用いられ、Ir や Pt よりも融点が低い様々な単結晶が開発されてきた。一方で、Ir 坩堝の耐熱温度である 2200℃を超える融点を有する高融点材料の結晶育成の報告は少なく、それらの高融点材料は、主に焼結体によってその物性が調べられてきた。しかし、シンチレータ等の発光材料では、透明な単結晶での物性評価が必要であり、μ-PD 法による高融点単結晶の育成技術を確立することが重要である。我々は、前回の応用物理学会にて、Ir や Pt よりも融点が高い W 坩堝を用いた μ-PD 法によって $La_2Zr_2O_7$（融点：2283℃）単結晶の育成に成功したことを報告した[1]。そこで、今回は同様の結晶育成技術を用いることで、さらに高い融点を有する $La_2Hf_2O_7$（融点：2413℃）の育成を試みた。

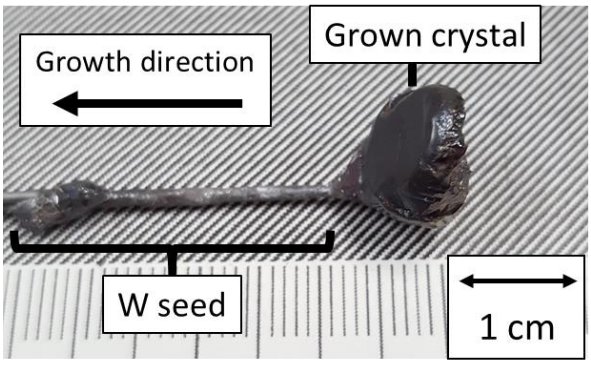

Fig. 1 The grown $La_2Hf_2O_7$ crystal by the μ-PD method.

【実験方法】出発原料として La_2O_3 (5N) と HfO_2 粉末（3N）を用い、$La_2Hf_2O_7$ の組成で混合粉末を作製した。混合粉末は、大気雰囲気下 1600℃、24 時間で焼結を行い、φ3 mm のダイを有する W 坩堝を使用して Ar 雰囲気下にて結晶育成を行った。種結晶として W ロッドを用い、坩堝が酸化されるのを防ぐために、断熱材には脱酸素処理を施した ZrO_2 を使用した。

【結果・考察】W 坩堝を用いた μ-PD 法によって、$La_2Hf_2O_7$ 結晶を育成した。高周波誘導加熱により、W 坩堝が破損することなく、坩堝内の $La_2Hf_2O_7$ 焼結粉末を完全に溶融することができた。坩堝内の原料融液がダイの穴（キャピラリー）を通ってダイの底面に現れたため、W ロッドを接触させ、結晶の引き下げを行った。その結果、Fig.1 に示した $La_2Hf_2O_7$ 結晶を育成することに成功した。得られた結晶は黒色を示したが、これは $La_2Zr_2O_7$ 単結晶の場合と同様であり、育成中に酸素欠損が生じたことに由来すると考えられる。相同定のために育成した $La_2Hf_2O_7$ 結晶の粉末 XRD 測定を行った結果、全ての回折ピークが $La_2Hf_2O_7$ で同定でき、$La_2Hf_2O_7$ 単相であることが確認できた（Fig.2）。より詳細な結晶育成と特性評価については当日報告する。

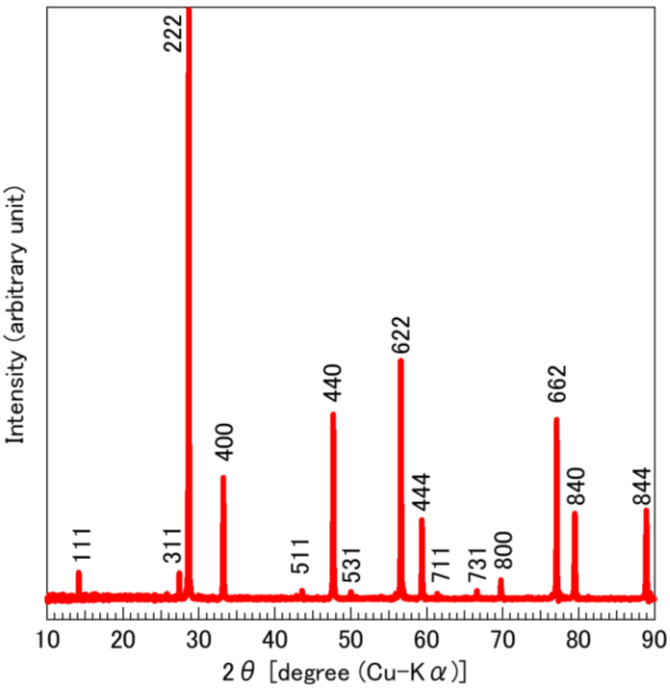

Fig. 2 The XRD pattern of $La_2Hf_2O_7$ grown by the μ-PD method.

[1]須田、吉川ら、第 68 回応用物理学会春季学術講演会 (2021)