

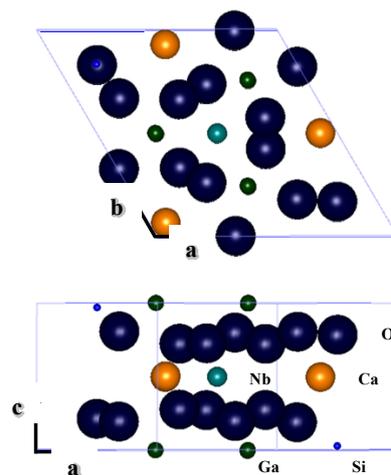
2P047

## Ca<sub>3</sub>NbGa<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>14</sub> (CNGS)の焼結反応過程に関する研究

(東北大・金研<sup>1</sup>, TDK(株)<sup>2</sup>, 東北大・NICHe<sup>3</sup>)○二見 能資<sup>1</sup>, 横田 有為<sup>1</sup>, 佐藤 真人<sup>2</sup>, 遠田 一重<sup>2</sup>, 小野寺 晃<sup>2</sup>, 柳田 健之<sup>3</sup>, 吉川 彰<sup>1,3</sup>

### 【序】

1000 度以上の高温下でも圧電特性を示す単結晶の一つにランガサイト型単結晶がある。ランガサイト型単結晶は電気機械結合定数が高く、融点まで相転移を起こさないなどの特徴を持っている。ランガサイト型単結晶の多くは、Cz 法による作製報告が多いが、近年、我々の研究室では  $\mu$ -PD 法による結晶作製に成功した。このランガサイト型単結晶の一つに Ca<sub>3</sub>NbGa<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>14</sub> (CNGS)がある。結晶構造は、Trigonal 構造(点群:32、空間群:P321)であることが知られている(右図)[1]。



CNGS は CaCO<sub>3</sub>、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub> の 4 成分の原料からなり、効率よく単結晶を作製するために焼結原料の作製が行われる。本発表では、焼結原料の作製過程で生成する中間体の一つを同定できたので報告する。

### 【実験】

CaCO<sub>3</sub>、Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub> の粉末を良く混ぜ合わせて電気炉で焼結した。各原料は高純度なものを用いた。焼結時の温度は約 1100 ~ 1200 度である。焼結時間を変えて粉末エックス線回折 (XRD) を測定して、XRD パターンの焼結反応の時間依存を調べた。そして、XRD データベースにある化合物の XRD パターンと比較して、焼結反応の生成物を帰属した。

[1] H. Jung, A. Yoshikawa et.al., *Journal of Alloys and Compounds*, 339 (2002) 149.

## 【結果】

混合した4種 ( $\text{CaCO}_3$ 、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Ga}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$ ) の粉末試料を 1100 度で 6 時間の焼結を行い、その後、1200 度 6 時間の焼結を 3 回繰り返した。図1に、焼結過程を図示した。図2に、この焼結過程の各点 (A, B, C, D, E) で得られた XRD パターン、及び、報告されている CNGS と  $\text{CaGa}_3\text{Ta}$  の XRD パターンを示した。

A と B の XRD パターンを比較すると、非常に大きく変化しており、焼結反応が進行していることが分かる。C は、さらに反応が進行して、主に CNGS のみが生成していることが分かる。B の XRD パターンを示している化合物の帰属は難しい。C、D、E の XRD パターンを詳しく見ると、CNGS 以外の化合物の XRD パターンが含まれていることが分かる(赤い矢印)。C、D、E と焼結時間の経過とともに、強度が減少していることから反応中間体であると考えられる。

この化合物の XRD パターンを以前に報告されている化合物と比較した結果、 $\text{Ca}_4\text{Ga}_4\text{Ta}_2\text{O}_{15}$  に非常に近いことが分かった。

今回の原料には Ta が含まれておらず、実際に観測されたものは、同じ族に含まれる Nb を含む  $\text{Ca}_4\text{Ga}_4\text{Nb}_2\text{O}_{15}$  であると結論付けた。

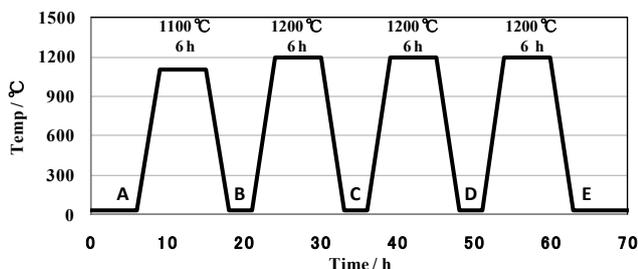


図1 焼結過程 (時間と温度)

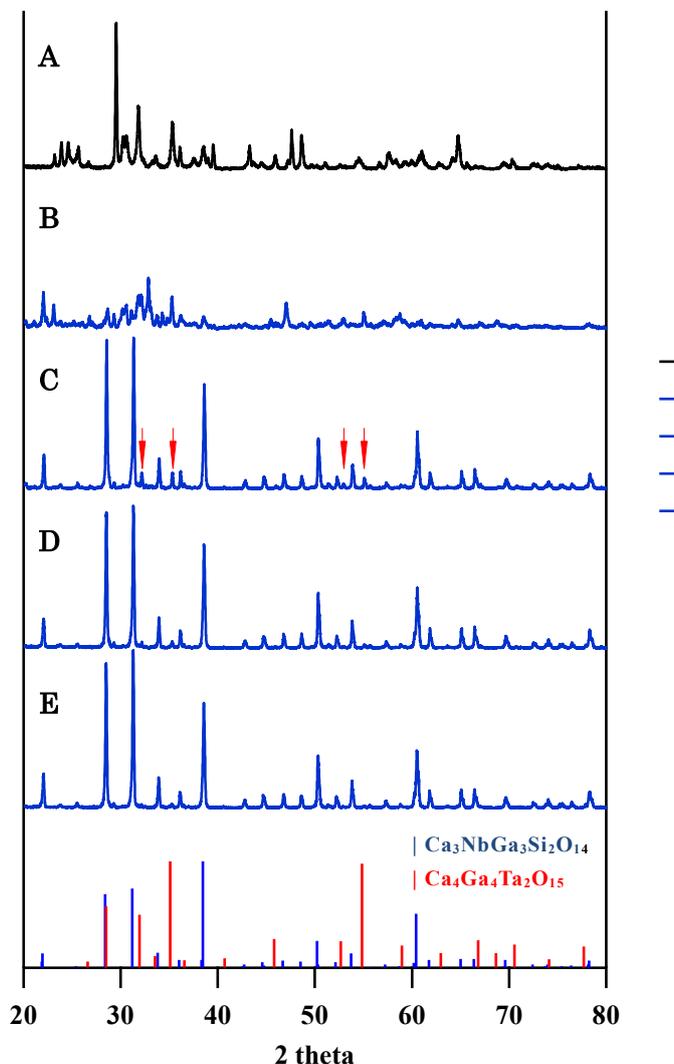


図2 粉末原料の XRD パターンの焼結時間依存