

岡山大学 惑星物質研究所 共同利用・共同研究 成果報告書

受入年度：2023 年度 ~~前期・後期~~・随時

提出日：2024 年 5 月 13 日

共同利用研究の種類： 国際共同研究・一般共同研究・設備共同利用・ワークショップ

課題名： 高密度構造から出現する準安定緩和構造の高圧合成

共同研究員氏名： 遊佐 齊

所属・職名： 国立研究開発法人物質・材料研究機構 グループリーダー

分担者氏名： 山崎 大輔

分担者所属・職名： 岡山大学 惑星物質研究所 准教授

分解反応に伴う In_2O_3 準安定相構造凍結の微細組織

はじめに

高圧下において合成される物質は、常圧下に取り出した場合、準安定相として構造が凍結される場合もあるが、可逆的に元の低圧相に戻る場合が多い。あるいは、構造が緩和され、低圧相とは異なる準安定相に構造を変化することも多い。こうしたことは、凍結相のみを判断基準とする高圧回収実験において、高圧相として誤判断をする原因にもなっている。一方で、高圧構造の凍結可否の問題に大きく踏み込んだ高圧研究は少ない。今回、我々は、スピネルの高圧下での分解反応から細粒化された粒子間に高圧相が残存することを見出した。その、電子顕微鏡観察による微細構造の結果を報告する。

実験

常圧下で合成した MgIn_2O_4 スピネルを KAWAI 型マルチアンビルプレスで 23GPa, 1600°C の条件で 10 分保持し、分解反応 ($\text{MgIn}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{MgO} + \text{In}_2\text{O}_3$) を起こしたものを回収した。高エネルギー加速器研究機構 (PF BL18C) で X 線回折実験をおこなった後、FIB により薄片化し、走査型 (FE-SEM) および透過型電子顕微鏡 (FE-TEM) により観察した。

結果

酸化インジウム (In_2O_3) は、高温高圧回収実験により、常圧相の bixbyite 構造から corundum 構造への相転移が報告されてきたが、共同研究員が以前におこなった高圧 X 線回折実験により、その corundum 構造は 8 GPa を超える高圧下では実際は $\text{Rh}_2\text{O}_3(\text{II})$ 型構造であり、減圧時の構造緩和によって、corundum 構造は生成したものであることが確認されている [1]。今回の回収試料の X 線回折パターン上には、およそ 50% の $\text{Rh}_2\text{O}_3(\text{II})$ 型構造の残存が確認されている。FE-SEM での観察 (図 1) によると、分解相は 50~200nm の細粒結晶粒の集合体であることがわかる。これは、分解反応に伴う、粒成長抑制効果が細粒に留まる原因となっていると考えられる。TEM 像 (図 2) では、 In_2O_3 粒子に構造緩和に伴うラメラ状組織が認められる。これについては、現在、引き続き、格子像や STEM による解析等をおこなっている。本研究の一部は、国際会議 [2] で報告された。

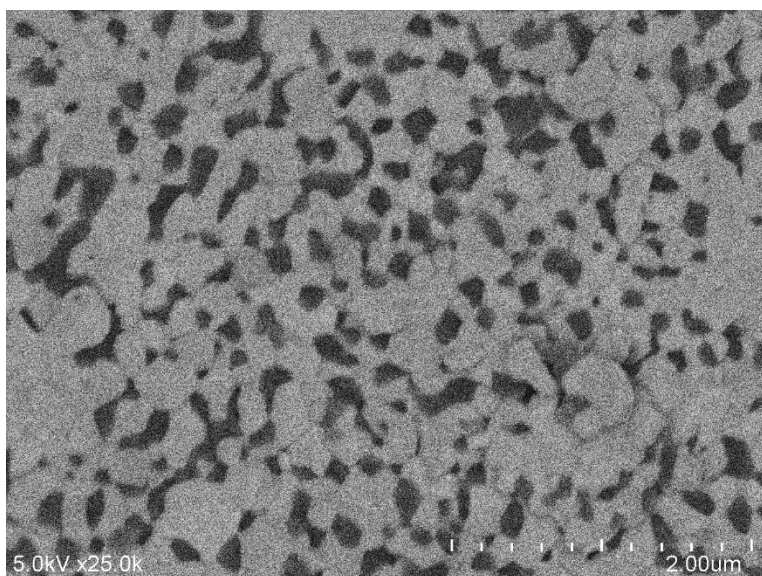


図1：回収試料の SEM compo 像。明色部、暗色部はそれぞれ In₂O₃ と MgO を示す。

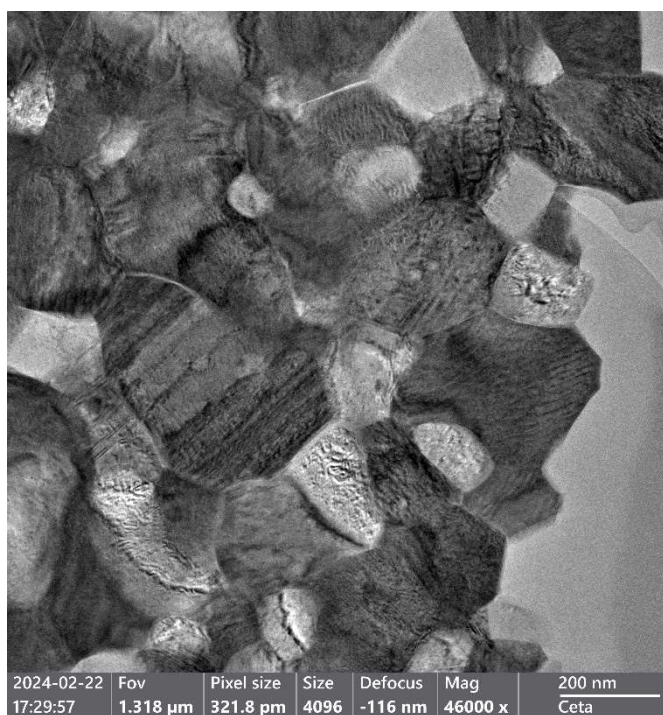


図2：回収試料の TEM 像。

[1] H. Yusa, T. Tsuchiya, N. Sata, and Y. Ohishi, “Rh₂O₃(II)-type structures in Ga₂O₃ and In₂O₃ under high pressure: Experiment and theory”, **Phys. Rev. B**77, 064107 (2008).

[2] H. Yusa, M. Miyakawa, and D. Yamazaki, “High-pressure corundum and related structures of sesquioxide: doping and structural relaxation”, MRM2023/IUMRS-ICA2023. (2023).