

新しい紫外域光学材料応用 KMgF_3 単結晶の作製と光学特性

(東北大・金研) ○藤田智世、Namujilatu、中野憲司、I. M. Ranieri、島村清史、福田承生

Growth and optical properties of KMgF_3 single crystal as new optical material in the UV range

(IMR, Tohoku Univ.) ○T. Fujita, Namujilatu, K. Nakano, I. M. Ranieri, K. Shimamura and T. Fukuda

1. はじめに

フッ化物系単結晶材料は広範囲にわたる高い透過性を持つため、紫外域での光学材料として有望である。しかし精密な雰囲気制御、あるいは高い原料純度が必要などのため、その単結晶作製は困難との認識があった。

最近我々は独自の方法でフッ化物単結晶の作製に成功した。コルキライト型 LiCaAlF_6 や LiSrAlF_6 、シーライト型 LiYF_4 、 LiLuF_4 などがその例で、これらは紫外全固体波長可変光源として有用であることを報告してきた。

今回我々は紫外域での新しい光学材料として KMgF_3 に着目した。複屈折を最小限にし、大型化したときでの均質性達成ということを考えあわせると、Cubic の構造を持つ材料が良いと思われるが、 KMgF_3 は Cubic の構造を持つため理論的には複屈折が起こらない。今回 KMgF_3 の単結晶成長、結晶性、並びに光学特性について検討したので報告する。

2. 実験

原料は高純度の KF 、 MgF_2 、 CeF_3 を用いた。単結晶作製は抵抗加熱型 Cz 炉、白金坩堝を用い、 $\text{CF}_4(6\text{N})$ の雰囲気下で作製した。また結晶の引き上げ速度、回転数はそれぞれ 1.5mm/h 、 15rpm とした。相同定に粉末 X 線回折法 (XRD)、組成分析には ICP、赤外域及び紫外域での透過スペクトル測定にはそれぞれ FT-IR、UV 吸収スペクトロメーターを用い行った。また高温での挙動、格子定数の変化は高温 X 線回折を用い調べた。高温 X 線回折は N_2 ガス雰囲気下で測定を行った。

3. 結果と考察

KMgF_3 は化学量論組成を持つが、 KF が蒸発しやすいことを考慮に入れ、 KF -rich の組成で出発原料を準備することにし、 $\text{KF}:\text{MgF}_2=0.51:0.49$ となるように原料を秤量した。結晶成長に先立ち、炉内を $10^{-4}\sim 10^{-5}\text{torr}$ 程度の真空にした。その後 $600^\circ\text{C}\sim 850^\circ\text{C}$ 程度まで温度が上昇したところで炉内を CF_4 雰囲気にした。結晶を作製するにあたり KMgF_3 の種結

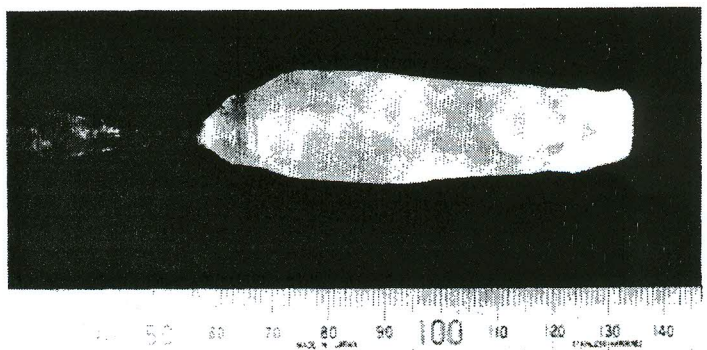


図 1: $\langle 100 \rangle$ 方位で作製した KMgF_3 単結晶

PRODUÇÃO TÉCNICO CIENTÍFICA
DO IPEN
DEVOLVER NO BALCÃO DE
EMPRÉSTIMO

晶がなかったため、初めに KMgF_3 と同じ Cubic の構造を持つ CaF_2 の種結晶を用いることにした。この種結晶で結晶作製を行ったところクラック等のない透明な結晶を得ることができたので、この結晶から KMgF_3 $\langle 100 \rangle$ 方位の種結晶を切り出した。図 1 に $\langle 100 \rangle$ 方位の種結晶を用いて作製した KMgF_3 単結晶を示す。結晶の表面は原料(KF)の蒸発で少し白濁しているように見えるものの、結晶内部は透明であった。結晶の底部に白濁物質、クラックが見られた。これは KF の蒸発が激しいため結晶成長が進むにつれ組成がずれたことに起因しているのではないかとと思われる。

次にこの結晶から $\langle 111 \rangle$ 方位の種結晶を切り出し、 $\langle 111 \rangle$ 方位での単結晶の成長を試みた。図 2 に KF の蒸発を少なくするためにより緩い温度勾配で $\langle 111 \rangle$ 方位の種結晶を用いて作製した KMgF_3 の単結晶を示す。クラック等のない直径約 20mm、長さ約 60mm の対称性のよい単結晶が得られた。

次に Ce をドーブした Ce:KMgF_3 の単結晶成長も試みた。 KMgF_3 と同様の条件でクラック等のない高品質な単結晶が得られた。

図 3 に成長結晶に対する XRD の結果を示す。結晶は KMgF_3 単相であることがわかった。また格子定数の結晶化率依存性もほとんどなかった。

図 4 に格子定数の温度依存性を示した。温度の上昇に対して格子定数が直線的に増加していることがわかった。この結晶は 700°C までの温度では分解せず、 KMgF_3 単相を示した。

赤外での吸収スペクトルを測定したところ 3500cm^{-1} から 3700cm^{-1} の範囲で吸収が見られなかったことから OH^- 基は結晶内にほとんど含まれていないことがわかった。真空紫外域での吸収スペクトルを測定したところ高い透過率を示した。

これらの結果を考えあわせ、 KMgF_3 が真空紫外域での新しい材料として有用であることがわかった。

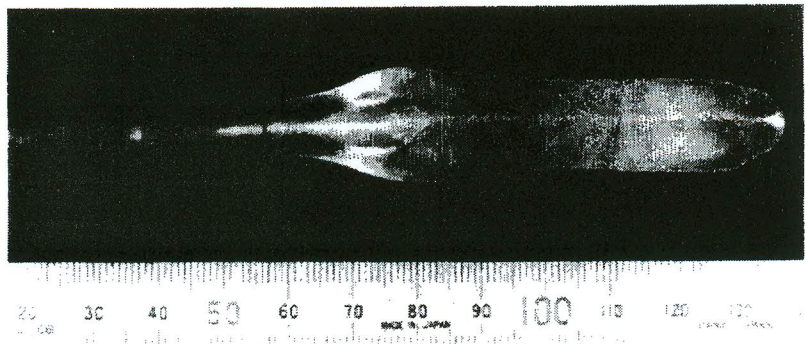


図 2: $\langle 111 \rangle$ 方位で作製した KMgF_3 単結晶

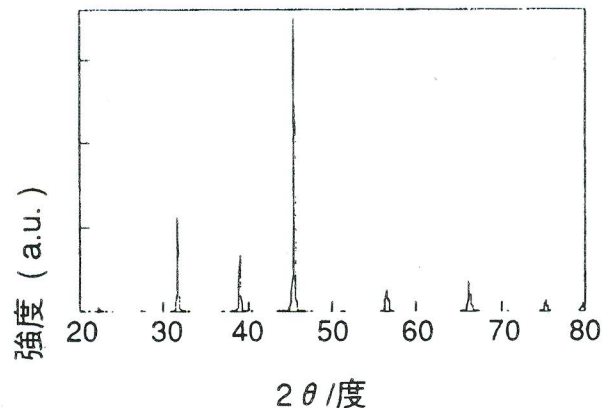


図 3: KMgF_3 単結晶の粉末 XRD 結果

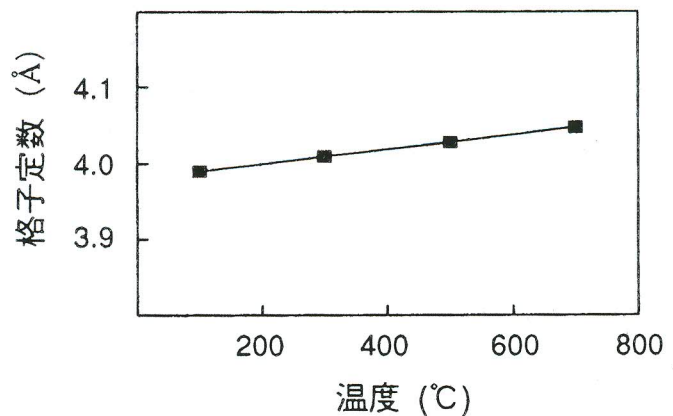


図 4: 格子定数の温度依存性