

ブリッジマン法による $MnSi_{2-\delta}$ の作製Production of $MnSi_{2-\delta}$ by the Bridgman technique5EC25 吉森 拓也
指導教員 大杉 功 教授

1. 概要

本実験の目的は、完全性の高い $MnSi_{2-\delta}$ の単結晶を作製するために、ブリッジマン法を用いて結晶を育成し、X線解析法を用いて結晶構造を観察し、その詳細を検討することである。実験装置にはシリコニット発熱体を用いた縦型ブリッジマン炉を使用し、炉を上昇させながら下から結晶の育成を行う。ブリッジマン炉の整備を終え、炉内の温度分布を測定し、 $MnSi_{2-\delta}$ 結晶の作製を行い、X線解析法による同定を行なった。

2. はじめに

新世紀を迎えて、環境にやさしいエネルギーの開発及び利用技術は世界的にかなり重要である。そのため熱電材料は、小さな温度差でも発電効率が変わらず未利用熱の有効利用を可能にする材料として注目されている。その一つが、耐熱・耐食性半導体の3d遷移金属ケイ化物である。しかし、これらの化合物の結晶構造の詳細は明らかにされていない。そこで本研究では、 $MnSi_{2-\delta}$ に注目し、結晶構造の解析を目指している。

3. 実験

図1に、使用したブリッジマン炉の構造を示す。

- ①は長さ 40cmのシリコニット発熱体である。これによって炉内を温める。
- ②は、直径 4.5cm 長さ 125cmの炉芯管である。
- ③、④は、熱電対で、③はヒーター全体の温度を測定するために、④は炉の中心の温度を測定するために用いる。

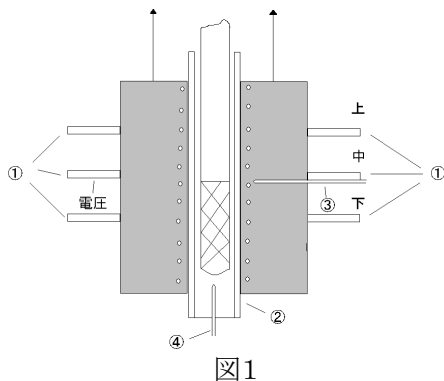


図1

- [1] 図1の様に中段の発熱体にだけ電流を流し、炉内の温度分布を測定する。
- [2] [1]の結果に基づき熱流の等価回路をつくり、炉内の温度特性を評価する。
- [3] 上、中、下段の全てに電流を流して温度が安定したら、炉を上昇させながら炉内の温度分布を測定する。

[4] $MnSi_{2-\delta}$ の融点近くに温度分布を調整し、結晶を育成する。

[5] X線解析法を用いて育成結晶の構造を観察する。

4. 結果

本実験では、10gの $MnSi_{2-\delta}$ の単結晶を作製することを試みた。その結果、図2のような結晶が得られた。るつぼの先端からグレー多孔質の物質、球状生成物、茶色の透明な物質、黒色付着物という構造が見られた。球状生成物をX線解析法を用いて解析した結果を図3に示す。

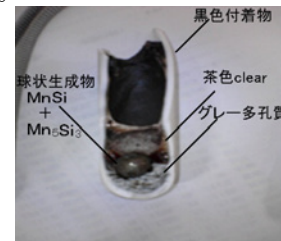


図2

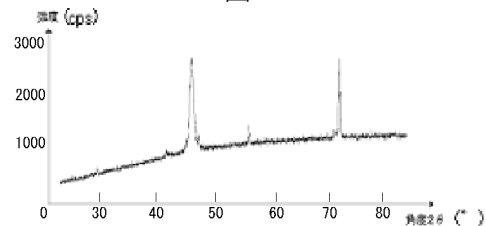


図3

図3のグラフとJADEのデータベースICDD-PDFを比較したところ、球状生成物は $MnSi$ と Mn_5Si_3 との二相から成ることが分かった。

5. 考察

単相の $MnSi_{2-\delta}$ 結晶が育成されなかったのは、次のような要因が考えられる。

るつぼ内に試料を入れる時、底にSiを配置、その上をMnで覆った。その後混合せずにそのままの状態に結晶の育成を行なったという点。炉を上昇させているときに炉内の温度が外気温に左右され不安定だったという点である。

改善策としては、まず試料を秤量したのち、一度アーク溶解してから $MnSi_{2-\delta}$ を作成し、砕き、るつぼ内に入れるということ、外気温に左右されないように室内を常に一定の温度に保つということである。

文献

中江 秀雄: 結晶成長と凝固、アーク承風社
瓦井 秀宜、西田 勲夫: マンガンケイ化物 $MnSi_{2-\delta}$ 焼結体の創製