

アーク溶解法により作製した MnSi_{2-x} の結晶構造

Crystal Structure of MnSi_{2-x} Prepared by the Arc-Melting

EC14 鈴木 星也
指導教員 大杉 功

1. はじめに

熱電半導体とは、半導体の中でも熱を電気に変換する特性に優れた半導体を指す。 MnSi_{2-x} (マンガンとケイ素の化合物)の原料である Mn (マンガン) や Si (ケイ素) は毒性も無く天然に比較的豊富に存在するため、近年熱電半導体として応用するための研究が行われている。本研究室の昨年度の成果により、金属マンガンと半導体ケイ素のアーク溶解法により、 $\text{Mn}_{15}\text{Si}_{26}$ 組成の化合物が合成される可能性が示唆された。そこで今年度は、この試料が $\text{Mn}_{15}\text{Si}_{26}$ の結晶構造を持ち、かつ単結晶であるということを確認することを目的とした。

2. 実験手順

昨年度作製された試料を粉碎し、光学顕微鏡による観察を行い、完全性の高い結晶と思われる試料を選び出した。完全性の高いと思われる結晶粒としては、ファセットが明瞭であることが1つの条件になる。つぎに背面反射ラウエ法を用いて、選び出された結晶粒のファセットに連続X線を入射させ、回折X線をフィルム上に記録した。撮影されたフィルムから、この結晶が単結晶で完全性の高い試料であれば、図1に示すように、結晶格子の対称性を反映した回折図形が記録されるはずである。また、

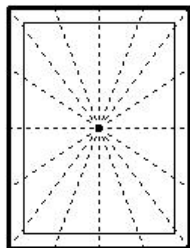


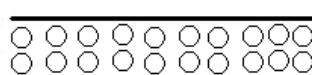
図1 理想的なラウエ斑点の例

は結晶の質を反映す

るので、結晶の完全性が高ければ斑点に割れなどが無く、明瞭で双曲線上に規則的に配列することが予想される。したがって、このような明瞭で規則的配列を示す結晶試料を選び出す必要がある。このように完全性の高い結晶では原子配列の乱れ(結晶格子欠陥)も少なく、図2(a)のような状態であることが期待され、結晶構造解析にとって特に有用である。

以上の実験を複数の試料に対して行って、完全性の高い単結晶試料の候補として3つ選出し、試料番号 #2、#4、#5とした。これらに対して、管電圧 30kV、管電流 20mA、露出時間 2~6 時間の条件でラウエ写真の撮影を行った。その結果の一例を図3に示す。

(a)完全性が高い場合

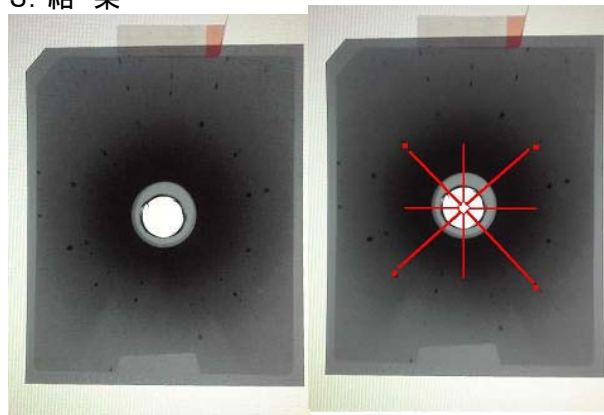


(b)完全性が低い場合



図2 結晶完全性と原子配列

3. 結果



ラウエ写真(左)と、確認された対称性(右)

図3 ラウエ写真で確認された対称性

図3に示すように、鮮明なラウエ斑点が確認された。また、右の図に示されるように、4回対称図形が確認された。これによりこの試料が、完全性の高い単結晶であり、しかも“正方晶対称性”を有することが確認された。

4. 結論

$\text{Mn}_{15}\text{Si}_{26}$ は正方晶であることが一般に知られている。本実験によって観察されたラウエ図形も正方晶を有し、この試料が $\text{Mn}_{15}\text{Si}_{26}$ 単結晶であることが示唆された。

5. 今後の発展

今後は回転結晶法によって結晶対称性の確認を行う必要がある。

文 献

- [1] B.D. Cullity, X線回折要論”, (アグネ社, 1980), pp.135-144.
- [2] 新版, 熱電変換システム技術総覧”, (リアライズ理工センター) pp.68-73