

二重管封入式温度勾配法を用いて作製した SnSe の結晶性におよぼす 冷却速度の影響

Influence of cooling rate on the crystallinity of SnSe fabricated by temperature gradient method
with double tubes seal

中部大工¹, 名大工² ○(B)寺社下 文也¹, 田橋 正浩¹, 高橋 誠¹

後藤 英雄¹, 土屋 雄司², 一野 祐亮², 吉田 隆²

Chubu Univ.¹, Nagoya Univ.², [○]Fumiya Jishage¹, Masahiro Tahashi¹, Makoto Takahashi¹,

Hideo Goto¹, Yuji Tsuchiya², Yusuke Ichino², Yutaka Yoshida²

E-mail: tahashi@isc.chubu.ac.jp

1. はじめに

近年、化石燃料の枯渇や温室効果ガスによる地球温暖化などの環境問題が注目されている。そこで、熱電材料による熱電変換発電から、工場、焼却炉、車等様々な場所で発生する熱損失を有効なエネルギー源として回収することで、エネルギー利用効率の向上、また温室効果ガスの排出がないことから環境問題解決にもつながるはずである。

様々な熱電材料の中でも SnSe は熱電材料の変換効率を表す無次元性能指数 ZT が最大で、 b 軸方向では 2.6 を、 c 軸方向では 2.3 と高い値を示すことが報告された^[1]。しかし、 a 軸方向では ZT が 0.8 と低い値を示すため、結晶方位が揃った SnSe の作製が必要となる。

本研究では前報^[3] に引き続き、単結晶基板上へ融液成長させた SnSe 結晶を対象とした。Fig. 1 に SnSe の状態図を示す^[2]。SnSe は冷却過程において 530 °C 付近で高温 (β) 相から低温 (α) 相へ相変態する。前報では融点直上から相変態以下の温度まで一定の冷却速度で冷却を行ったが、本報では凝固時における冷却速度と相変態温度付近における冷却速度を変化させ、これら冷却速度の違いが結晶性におよぼす影響について調べた。

2. 実験方法

底面が正方形 (10mm×10mm) の形状を有する石英容器の底に (100)MgO 基板を固定し、その上に Sn と Se の組成比が 1:1 とした SnSe 粉末を充填した。SnSe 粉末の蒸発を抑えるため、少量の Se 粉末を重ね、石英容器の内側とほぼ同程度のサイズを有する石英製のロッドを挿入した。Fig.2 に熱処理の温度プロファイルを示す。縦型管状電気炉内に上記試料を設置し、1050 °C まで加熱し試料を熔融させた。この温度で 60 分間保持した後、融点直上から高温相 (β 相) の領域にある 550 °C まで冷却速度 5, 10 °C/hour で冷却させた。さらにここから低温相 (α 相) の領域にある 500 °C まで 5, 10 °C/hour で冷却した。また上記の高温相 550 °C および低温相 500 °C から室温まで炉冷した試料も併せて作製した。このとき、試料の温度勾配は約 3.5 °C/mm であった。

作製した試料を厚さ 0.2 mm 程度に加工した後、結晶性の評価には X 線回折装置を、組成評価にはエネルギー分散型 X 線分光法を用いた。

3. 実験結果および考察

融点上から低温相領域の 500 °C まで一定の冷却速度 5, 10 °C/hour で作製した。Fig. 3 に SnSe 結晶のへき開面に対する 2 θ 回折パターンを示す。主として SnSe(400) に注目した。冷却速度 5 °C/hour で作製した SnSe の半値幅が 0.23° であったのに対して、10 °C/hour の半値幅は 0.18° と小さいことから、冷却速度 10 °C/hour で作製した SnSe の方が結晶性は高いことがわかる。

詳細について当日に報告する。

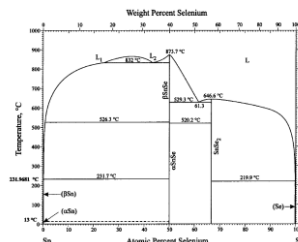


Fig. 1 Phase diagram of SnSe.

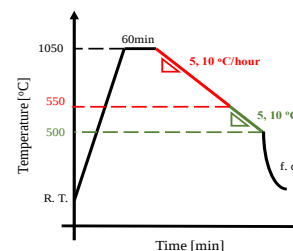


Fig. 2 Temperature profile.

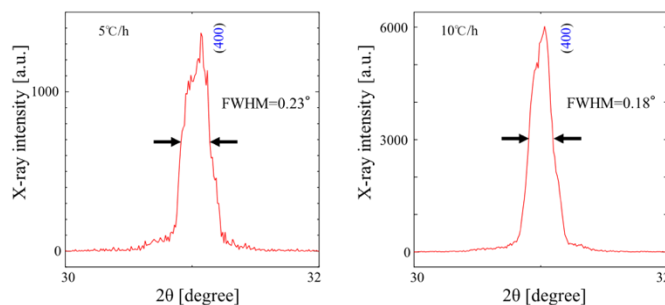


Fig. 3 XRD 2 θ scans of SnSe crystals fabricated by temperature gradient method at cooling rates of 5, 10 °C/hour.

【謝辞】

本研究の一部は、科学研究費補助金 (25289358, 15H04252, 15K14301, 15K14302, 16K06277 及び 16H04512) および谷川熱技術振興基金からの助成を受けて実施したものである。

文 献

- [1] L. D. Zhao et al. : Nature, **508** (2014) 373.
- [2] H. Okamoto: Journal of Phase Equilibria, **19** (1998) 293.
- [3] 辻岡他: 第 77 回応用物理学会秋季学術講演会, 14p-P22-10 (2016).