超音波を用いた(Bi,Sb)₂Te₃系熱電変換材料の合成

Synthesis of (Bi,Sb)₂Te₃-based materials using ultrasonic irradiation 信大繊維 ^{O(B)}福田 実紀¹, 滝沢 辰洋²

Shinshu Univ. Faculty of Textile Sci. and Tech., Miki Fukuta¹, Tokihiro Takizawa² E-mail: 17f3080a@shinshu-u.ac.jp¹, ttakiz1@shinshu-u.ac.jp²

(Bi,Sb)₂Te₃ 系化合物半導体は室温付近で高い性能を示す熱電変換材料として知られている。熱電変換材料の輸送特性を高めるためには粒子を適切な大きさに制御する必要がある。本研究の目的は粉末状の元素単体から(Bi,Sb)₂Te₃ 系化合物を合成することであるが、この際に超音波を照射しながら試料温度を制御することで合成された粒子径の制御も試み、結晶状態を確認した。

合成方法としては、Bi, Sb, Te 粉末を黒鉛るつぼ(内径 36 mm)に入れ、超音波発振器(定格周波数 19.5 kHz, 最大出力 600 W, ホーン直径 32 mm)で加振する。合成の温度条件を保つために、るつぼに巻いたリボンヒーターから熱も加えた。Fig.1.のように放射温度計でるつぼの表面温度を測定し、300~350 $^{\circ}$ で 1 時間照射、試料を取り出して粉砕後、さらに 300~350 $^{\circ}$ で 1 時間 照射した。

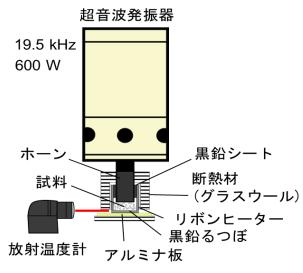


Fig.1. 合成装置概要

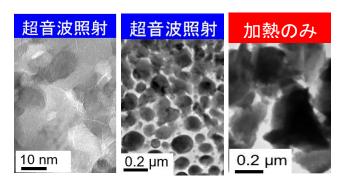


Fig.2. TEM 画像

この試料は XRD で測定した結晶構造から Bi₂Te₃ 系化合物であると同定することができた。粉末試料を TEM で観察したところ、Fig.2. で示すように直径 0.1~0.2 µm の粒子がみられたが高分解像からは、この粒子は約 10 nm の 微結晶の集合であることが確認できた。合成条件の違いによる比較をするために超音波照射を併用せずに加熱のみの手法で合成した試料も評価したが、この場合の粒子径は大きく 0.5 µm 程度の大きさを持つ粒子であることがわかった。また粒子の形状は超音波照射を併用したものは球形に近いものであったのに対し、加熱のみで合成したものは比較的に角張っていた。

同粉末試料は相の安定化および輸送特性評価のため、金型に入れて直径 15 mm, 厚さ 1 mm程度の錠剤に常温で圧縮成形し、Ar雰囲気下で3時間程度アニールした。その他の評価については発表時に報告する。