

【実施課題番号】 2005B0835

【実施課題名】 ワイドギャップシリコン化合物の高温高压合成

【実験責任者】 岐阜大学工学部 久米徹二 【使用ビームライン】 BL10XU

【実験結果】 ダイヤモンドアンビル高压セル (DAC) と赤外レーザー加熱の技術を用いて、新しい構造を持つシリコン化合物の合成を試みた。出発物質は、不活性ガス Ar とペレット状の粉末 Si であり、DAC の試料室 (直径、厚さ約 100 μm) にあらかじめ封入されている。DAC は 2 個用意し、初期圧力はそれぞれ約 5 GPa、2 GPa であった。ビームライン BL10XU において、圧力下で赤外レーザー加熱を行いながら、その場 X 線回折実験を行い試料の評価を行った。

図 1 に結果を示す。一番上にあるスペクトルは、加熱前、1.3 GPa の圧力下での試料の回折パターンであり、固体 Ar と Si の回折線が観測されている。G はガasketからの信号である。赤外線レーザー照射により 1000 $^{\circ}\text{C}$ 以上まで加熱し、その場 X 線回折測定を行った結果 (On heating)、弱いながらもいくつかの新しい回折線を観測することができた。その後、急冷し 1 気圧まで減圧したときに得られた回折パターン (図 1 の下の 3 つのスペクトル) をみると、新しい回折線の出現が確認できる。明らかに Si、Ar ではなく、またガasketや圧力マーカのルビーとも異なっている。次に回収した試料に対しラマン散乱実験も行った。図 2 は、同一試料から得られたラマン散乱スペクトルであるが、試料の場所により得られるスペクトルは大きく異なっている。特に上の 2 つは出発物質の Si のスペクトルとは大きく異なっており、新しい物質の合成が示唆される。2 つの独立した実験を行ったが、回収試料は同様のスペクトルを示した。残念ながら試料の大部分は未反応の Si であり、多く見積もっても試料全体の数%程度しか反応していないようである。現在の所、構造に関する詳細は不明であるが、本実験結果は、新しい Si 化合物合成の可能性を示しているようであり、今後実験条件 (不活性ガスの種類、圧力、温度) を変えることにより、生成条件と構造が明らかになるものと期待される。

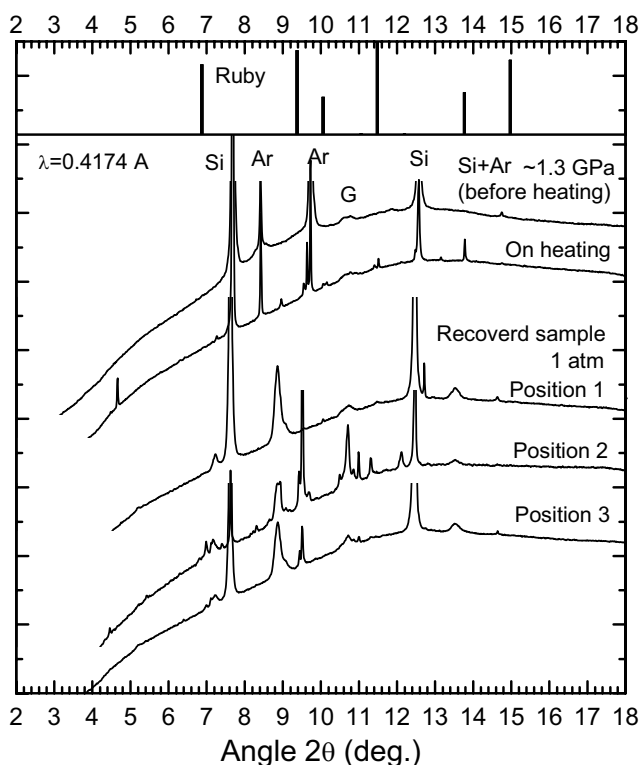


図 1. 高温高压下における Si と Ar 混合物の X 線回折パターン。G はガasketの信号を表す。

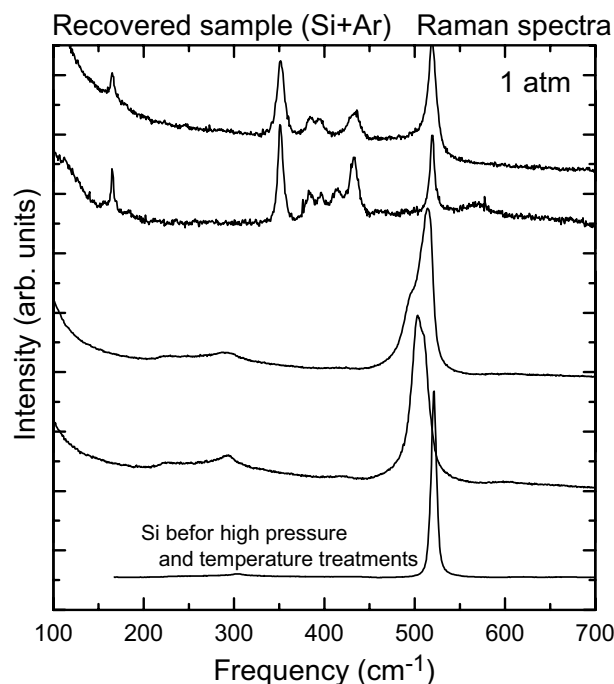


図 2. 回収された試料のラマンスペクトル。一番下は、通常の Si。2 種類のスペクトルが観測される。