

(※本報告書は英語で記述してください。ただし、産業利用課題として採択されている方は日本語で記述していただいても結構です。)

 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日 Date of Report 2013/4/5
課題番号 Project No. 2012A0040 実験課題名 Title of experiment 中性子全散乱測定による Si 系非晶質材料の局所構造解析 実験責任者名 Name of principal investigator 野崎洋 所属 Affiliation (株)豊田中央研究所	装置責任者 Name of responsible person 大友季哉 装置名 Name of Instrument/(BL No.) NOVA/BL21 実施日 Date of Experiment 2012/6/13-15, 2012/11/9-11

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)  
Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form.
Si 系非晶質材料: $\text{Si}_6\text{HLi}_6$ , $\text{Si}_6\text{H}_6\text{Li}_1$ , $\text{Si}_6\text{H}_3\text{Li}_3$ , $\text{Si}_6\text{D}_3(\text{OD})_3$ , $\text{Si}_6\text{D}_6$ の粉末試料。 非晶質炭素膜: プラズマ CVD 法により合成した非晶質炭素膜。(a)3kV と (b)2kV の印加電圧で合成し、原料には H の代わりに D を用いた。

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.
<p><b>【実験方法】</b></p> 粉末試料を、グローブボックス中または大気中でバナジウム容器に封じた。全散乱測定は、J-PARC の BL21 (NOVA) で室温において実施した。計数が同程度になるように、それぞれの試料で、数時間から十数時間測定した。 測定した散乱関数から、バックグランドなどを差し引き、構造因子 $S(Q)$ を抽出した。さらに $S(Q)$ をフーリエ変換することで、動径分布関数 $G(r)$ を求めた。

## 2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

**【結果】** 図 1 に Si 系非晶質材料の構造因子  $S(Q)$  を示す。試料に軽水素 H が含まれている  $\text{Si}_6\text{HLi}_6$ ,  $\text{Si}_6\text{H}_6\text{Li}_1$ ,  $\text{Si}_6\text{H}_3\text{Li}_3$  は, H からの複雑な散乱で, バックグラウンドをうまく除去しきれなかった。一方,  $\text{Si}_6\text{D}_3(\text{OD})_3$  と  $\text{Si}_6\text{D}_6$  は, 比較的良好な  $S(Q)$  が得られた。これらの試料は, 過去に報告されたシロキセンなどの構造と近い構造を有していると考えられる[1]が, 今後シミュレーションなどにより, 実データと合致する構造を調べる。ちなみに  $\text{Si}_6\text{HLi}_6$ ,  $\text{Si}_6\text{D}_6$  は結晶ピークを有していたので, X 線回折測定も行い, Rietveld 法による結晶構造解析を試みている。構造がある程度決定すれば, 結晶 PDF による解析が可能と考えられる。

図 2 にそれぞれの試料に対する動径分布関数  $G(r)$  を示す。約  $4\text{\AA}$  以下の領域は, 試料による差はほとんど見られず, グラファイトの基本構造中の C-C 結合距離に由来するピークが観測された。一方, グラファイトの層間に対応するピークは観測されておらず, 試料は, グラファイトの層部分の構造のみ (グラフェン) を有すると考えられる。 $Q$  が  $4\text{\AA}$  以上の領域は,  $3\text{kV}$  で合成した試料の  $G(r)$  にゆらぎが見られ, 何らかの長距離構造が存在することを示唆した。 $2\text{kV}$  で合成した試料は, この長周期のゆらぎは小さかった。このことから,  $3\text{kV}$  で合成した試料は,  $2\text{kV}$  の試料よりも大きなグラフェン状の構造を有していると考えられる。

### 【今後の課題】

- ・逆モンテカルロシミュレーション (RMC) による短・長距離構造の詳細な解析。
- ・ $\text{Si}_6\text{HLi}_6$  の  $\text{Si}_6\text{D}_6$  の結晶構造解析。
- ・H を含む試料のバックグラウンド除去法の検討。

[references]

[1] P Deák et al., Phys. Rev. Lett. **69**, 2531 (1992).

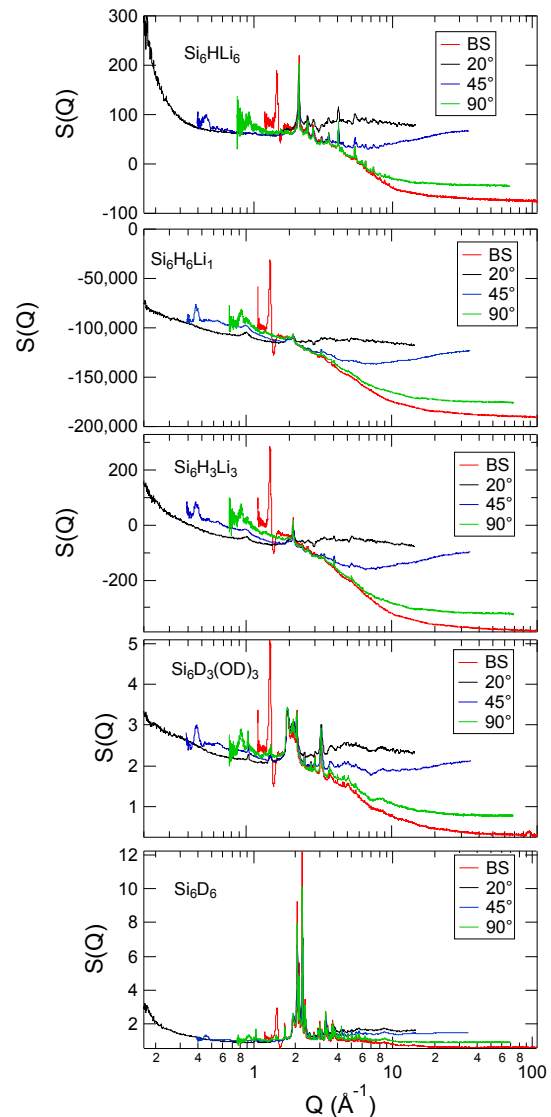


図 1 Si 系非晶質材料の動径分布関数  $G(r)$

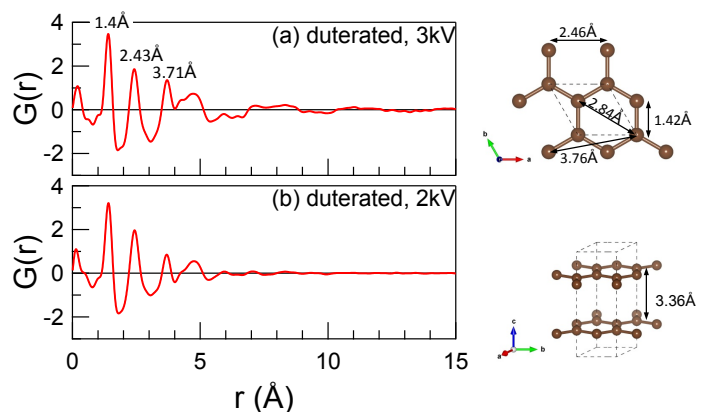


図 2 非晶質炭素膜の動径分布関数  $G(r)$