



高圧下で合成された微量試料の常圧および高圧その場回折測定 ：高圧合成された VP₄ の圧縮特性

張 仲景, 丹羽 健, 佐々木 拓也, 長谷川 正
名古屋大学 大学院工学研究科

キーワード：高圧合成法, ダイヤモンドアンビルセル, 遷移金属リン化合物

1. 背景と研究目的

等モルの元素比で構成された合金および酸化物には、端成分だけでは説明できない新奇な特性が見出されている[1,2]. こうした多成分による物性への効果が注目を集め、近年その物質系を広げて活発に研究が行われている. 我々は高温高圧手法を用いて多成分系の物質合成を遷移金属リン化合物に拡張する研究に取り組んでいる. 特に、超高圧合成法は蒸気圧の高いリンを含む化合物の合成に非常に有効である. 現在、前期側の様々な遷移金属を含んだ TMP_4 組成をとる多成分系リン化合物の超高圧合成に成功しつつある. 本課題では、体積弾性率への多成分効果を調べる足掛かりとして、超高圧合成された端成分 VP₄ の圧縮特性を高圧その場放射光 X 線回折測定を用いて調べた.

2. 実験内容

試料の高温高圧合成には DIA 型マルチアンビルプレス高圧力発生装置を使用した. 出発試料には金属粉末と赤リンを V:P = 1:6 のモル比になるように Ar 雰囲気グローブボックス内で 30 分混合し、高圧試料セルに充填した. 試料準備の段階でのリンの欠損を考慮し少し多めにリンを入れた. その後、4~5 GPa まで室温で加圧し、試料セル内のグラファイトヒーターへの電圧を印加により 1000-1200 °C で 60 分間加熱した. 加熱終了後、常圧まで減圧し、合成した試料を常圧常温下で回収した. 得られた試料は粉碎し、ダイヤモンドアンビルセルに充填し、BL2S1 (AichiSR) にて 0~10 GP の範囲で高圧その場 XRD 測定をおこなった.

3. 結果および考察

高圧合成した試料の回折パターンにはわずかな不純物相が検出されたが、ほぼ全てのピークが目的相である VP₄ 型で説明できた[3]. 次にこの粉末試料をメタノールとエタノールの混合液（体積比 メタノール：エタノール=4：1）および圧力測定用のルビーとともにダイヤモンドアンビルセルに充填し、高圧その場 XRD 測定を行った. 図 1 に 0~10 GPa の範囲で取得した回折パターンを示す. 新たなピークは検出されず、VP₄ は 10 GPa まで室温下で安定であることがわかった. なお 2~5.3 GPa で 20°付近に見られるブロードなピークは金属ガasket由来である. 現在、VP₄ の各圧力における格子定数を計算しその圧縮特性を評価している.

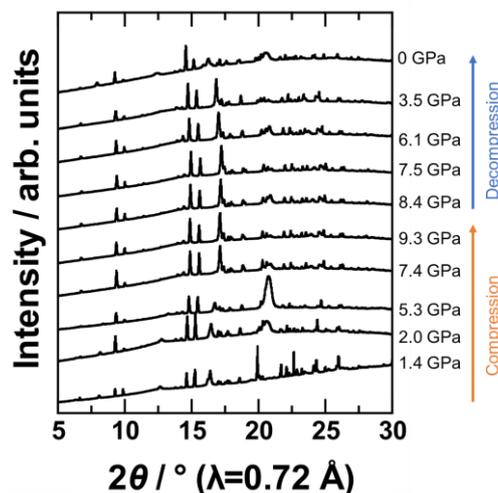


図 1. VP₄ の高圧その場 XRD パターン

4. 参考文献

- [1] Cantor et al., Materials Science and Engineering A. 375–377 (2004) 213–218.
- [2] Braun et al., Advanced Materials. 30(51) (2018) 1805004.
- [3] Jeitschko et al., J. Solid State Chem. 52 (1984) 320-326.