



AichiSR

高圧下で合成された微量試料の放射光粉末 X 線回折測定 ：大容量プレスを用いた新規 Fe-Si 系化合物の高圧合成

古川 竜乃介, 佐々木 拓也, 丹羽 健, 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, 金属間化合物, ケイ化物

1. 背景と研究目的

遷移金属-メタロイド系化合物は、磁性や熱電特性、触媒特性などの様々な物性や特性を発現する物質群である。この物質群は高圧研究の対象としても注目され、多数の新規化合物合成が報告がされている。高圧力下で合成される遷移金属-メタロイド系化合物は、常圧下で合成される化合物と比べてメタロイド元素に富む傾向にある。遷移金属-Ge 系に着目すると、3~7 GPa 程度の圧力範囲で VGe_2 や Cr_4Ge_7 ^[1], $MnGe_4$ ^[2]などの Ge に富んだ化合物の合成が報告され、近年には 15 GPa 以上の圧力範囲で $CrGe_{1.77}$ や $CrGe_2$ が合成されている^[3,4]。一方、Ge と同族の Si から構成されるケイ化物については、高圧下での合成は報告されてこなかったが、近年 10 GPa 以上の圧力範囲において新規な遷移金属ケイ化物の合成が報告されつつある。そこで本研究では、10~14 GPa の超高圧力領域において、新規 Fe-Si 系化合物の合成を目的として物質探索を行い、本課題では高圧合成した試料の放射光 X 線回折測定を実施した。

2. 実験内容

試料の高圧合成には川井型 2 段式マルチアンビルプレス高圧発生装置を使用した。高圧合成の出発試料にはモル比 Fe:Si = 1:5, 1:4, 1:3.5 となるように秤量した Fe 塊・Si 塊をアーク溶解した後に、単ロール法により溶融急冷した試料を使用した。出発試料を充填した八面体高圧試料セルに圧力を印加し、10~14 GPa・700~800 °C・0~60 min の条件で高圧下での加熱を行った。減圧して回収した試料を粉砕し、SEM-EDX 分析およびあいちシンクロトロン光センターの BL5S2 粉末 X 線回折ビームラインにおいて放射光粉末 X 線回折測定を行った。

3. 結果および考察

出発試料はいずれの組成においても、 α - $FeSi_2$ および Si の混相であった。出発組成 Fe:Si = 1:5, 10 GPa・700 °C・60 min の条件で合成した試料では出発の α - $FeSi_2$ と Si の回折ピークに加え、既知の化合物では説明できないピークが多数出現した。また、出発組成を 1:4 および 1:3.5 とし、同条件で合成した試料にも同様の新規ピークが出現した。いずれの試料でも出発相が残存していることから、完全に反応が進行していない、もしくは急冷および減圧時に分解している可能性が示唆される。新規ピークから結晶構造の決定を試みたが、結晶系および格子定数の決定に至らなかった。出発試料が残存していることから、ピークの重なりなどによって、指数の決定に必要なピークが十分でなかったと推察される。今後は組成や圧力、温度条件を変化させ合成を行うことで、単相の新規 Fe-Si 系化合物を合成し、結晶構造解析や物性の調査を行う。

4. 参考文献

- [1] H. Takizawa, T. Sato, T. Endo, M. Shimada, *J. Solid State Chem.*, **73**, 427 (1988).
- [2] H. Takizawa, T. Sato, T. Endo, M. Shimada, *J. Solid State Chem.*, **88**, 384 (1990).
- [3] T. Sasaki, K. Kanie, T. Yokoi, K. Niwa, N.A. Gaida, K. Matsunaga, M. Hasegawa, *Inorg. Chem.*, **60**, 1767 (2021).
- [4] T. Sasaki, K. Noda, N.A. Gaida, K. Niwa, M. Hasegawa, *Inorg. Chem.*, **60**, 14525 (2021).