



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 ：高圧相 FeGe₄ の高圧合成と結晶構造解析

水野 聖也, 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, ゲルマニウム化合物

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、MnGe₄^[1]、FeGe₄^[2]および CoGe₄^[2]などの Ge に富んだ化合物の合成が報告されている。しかしながら、詳細な結晶構造が報告されていない物質も複数あり、結晶構造を決定することができれば、理論計算による物性予測や元素置換による物性制御の可能性が期待される。そこで本研究では、6~10 GPa の高圧力領域において、Fe-Ge 系高圧相 FeGe₄ を合成し、放射光 X 線回折測定による結晶構造解析を実施した。

2. 実験内容

試料の高圧合成には DIA 型 1 段式および川井型 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:Ge = 1:4 および 1:5 となるように秤量した Fe 塊・Ge 塊をアーク溶解した後、単ロール法により液体急冷した試料を使用した。出発試料を充填した高圧試料セルに圧力を印加し、6~10 GPa・600 °C・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碎し、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

Fe:Ge = 1:4 および 1:5 で作製した出発試料は Ge と FeGe₂ の混相試料であった。これらの出発試料を 6 GPa および 10 GPa の圧力で高圧合成した試料の XRD パターンには、微量の Ge と FeGe₂ 以外に常圧相では帰属されない未知ピークが出現した。この未知ピークを含む XRD パターンは先行研究で報告されている FeGe₄ と類似した XRD パターンであったことから、FeGe₄ が生成したといえる。しかしながら、先行研究で報告されていた格子定数ではすべての回折線を説明することが困難であった。そこで、指数付けを行ったところ、MnGe₄^[3] と類似した直方晶系の単位格子で指数付けされた。また、出発組成および合成圧力によって、FeGe₄ の回折線がシフトしており、FeGe₄ が不定比性を示すことが明らかとなった。今後は、結晶構造決定およびリートベルト解析による結晶構造精密化を実施し、組成や合成圧力による不定比性の変化を調査するとともに、物性の調査を行う。

4. 参考文献

- [1] H. Takizawa, T. Sato, T. Endo, and M. Shimada, *J. Solid State Chem*, **88**, 384-390 (1990).
- [2] 林 高廣, 島田 昌彦, 滝沢 博胤, 遠藤 忠, 第 37 回 高圧討論会要旨集, **P221** (1996)
- [3] H. Takizawa, *J. Ceram. Soc. Japan*, 126, 424-433 (2018).