



# 高圧下で合成された微小試料の常圧および高圧その場回折測定 ：新規遷移金属ケイ化物の超高圧合成<sub>II</sub>

丹羽 健, 柴垣 湧, 佐々木 拓也, 長谷川 正  
名古屋大学工学研究科

キーワード：高圧合成, 金属間化合物, 結晶構造

## 1. 背景と研究目的

申請者の所属する研究室では遷移金属と半金属からなる新規な金属間化合物の超高圧合成に取り組んでいる。半金属の含有量が多い化合物は結合の共有結合性が増加し、特に組成比遷移金属：半金属=1:2の遷移金属二ケイ化物  $MSi_2$  (M: 遷移金属元素) は良好な熱電変換特性などの物性が報告されている[1,2]。研究全体として Mn-Si 系, Cr-Si 系, Ti-Si 系において高圧下で新規遷移金属二ケイ化物を合成することに取り組んでいるが、ここでは新規化合物の報告がない Ti-Si 系の結果を報告する。

## 2. 実験内容

Ti 塊と Si 塊をそれぞれ目的の組成比となるよう秤量し、アーク溶解した後、液体急凝固法により作製した薄帯試料を高圧合成用の出発試料として用いた。高圧力発生装置にはダイヤモンドアンビルセル (DAC) を用いた。試料を目標圧力まで室温で加圧した後、ファイバーレーザーを照射し加熱することで高温高圧合成を行った。圧力は試料室に同封したルビー蛍光スペクトルの圧力依存性及び NaCl の状態方程式から算出した。合成した試料はあいちシンクロトロン光センターの BL2S1 にて、高圧その場放射光 XRD 測定により評価した。

## 3. 結果および考察

今回は出発組成 Ti:Si = 1:2, 1:3 の試料の合成結果について報告する。作製した出発試料は状態図と合致する XRD パターンを示した。Fig. 1 の下図に 1:2 の試料を約 50 GPa で加熱した XRD パターンを示す。20, 30, 40, 50 GPa で試料の加熱を試みたが、新規化合物の合成には至らなかった。そこで出発組成を Si-rich に変更し、再度加熱を試みた。Fig. 1 上図に 1:3 の試料を約 40 GPa で加熱した XRD パターンを示す。組成比を変更したところ、約 40 GPa で Ti-Si 系では説明できない新規ピークが出現し、新規相の合成が示唆された。XRD パターンから  $TiSi_2$  が残存していることがわかり、新規相は 1:3 より Si rich な化合物であることが予想される。またこの試料について減圧過程を測定すると、ピーク強度が減少することから、この新規相は高圧相であると考えられる。今後はより Si-rich な出発組成の試料を用いて新規相の単相化を目指す。

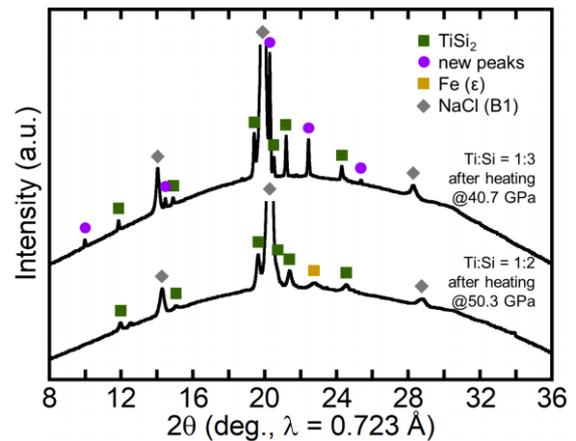


Fig. 1 出発組成 Ti:Si = 1:2 の試料を約 50 GPa で加熱した XRD パターンと出発組成 Ti:Si = 1:3 の試料を約 40 GPa で加熱した XRD パターン

## 4. 参考文献

- [1] Fedorov *et al.*, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **54** (2015) 07JA05
- [2] Burkov, *Phys. Status Solidi(A)*, **215** (2018) 1800105