



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 ：物性測定用極微小試料の超高圧合成と評価

丹羽 健, 虎澤 綾佑, 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, 窒素化合物, その場観察

1. 背景と研究目的

2004年に約45 GPaでPtN₂が合成されたことを皮切りに、現在までに6種類全ての白金族元素の多窒化物(TMN₂, TM=白金族元素)の合成が報告されている。^[1-6]これら多窒化物の合成にはレーザー加熱式ダイヤモンドアンビルセル(LH-DAC)が用いられてきたが、その試料サイズは微小なため、材料特性を実測に基づき評価した研究例は非常に少ない。^[7]申請者のグループではRuN₂の電気化学特性を含む物性の解明に焦点を当てて実験に取り組んでいる。RuN₂はおよそ30 GPa以上で合成され、常圧下に回収可能である。しかしPtN₂と異なりラマンピークなどは観測されないため、実験室系にて高圧その場で合成の有無およびその状態を評価することは難しい。そこで、あいちSRBL2S1にてレーザー加熱後の試料の高圧その場測定を行い、RuN₂の合成の有無および定性的な合成量を評価した。

2. 実験内容

実験には株式会社ニラコ社製のルテニウム(Ru)を用いた。高圧発生装置にはDACを用い、予備加圧したSUSガasketにパルスレーザーで穴を開け試料室とした。事前に押し固めて約50~80 μmの大きさのRuペレットに成形し、液体窒素と共に試料室に充填した。目的圧力である30 GPaまで室温下で加圧後、赤外レーザーをDACの片面からRu箔に照射し、加熱を行った。約30分間加熱後、レーザー照射を止めることで室温に急冷した。サンプルは約30 GPaに保持された状態でBL2S1にてX線回折測定を行った。得られた2次元パターンを1次元化して相同定を行った。

3. 結果および考察

Figureに高圧その場で取得したXRDパターンを示す。狭い回折角ではあるが、測定されたピークはRuN₂, Ru, N₂で付けることができた。以上より、超高圧下におけるRuの窒化によりRuN₂が合成されたことが確認できた。その一方、今回の実験結果は先行研究^[1]と比較してRuN₂の回折強度が相対的に弱く、電気化学特性を測定するには試料表面の窒化が不十分である可能性が高い。今後、この試料をさらに加熱し、できる限り均一に窒化された試料を合成する予定である。

4. 参考文献

- [1] Niwa *et al.*, *Chem.-A Eur.J.*, **20**(2014) 13885-13888
- [2] Young *et al.*, *Phys.Rev.Lett.*, **96**(2006) 1-4
- [3] Niwa *et al.*, *Inorg.Chem.*, **53**(2014) 697-699
- [4] Crowhurst *et al.*, *J.Mater.Res.*, **23**(2008) 1-5
- [5] Crowhurst *et al.*, *Science*, **311**(2006) 1275-1278
- [6] Gregoryanz *et al.*, *Nat.Mater.*, **3**(2004) 294-297
- [7] Niwa *et al.*, *AIP Advances.*, **12**(2022) 055318-4

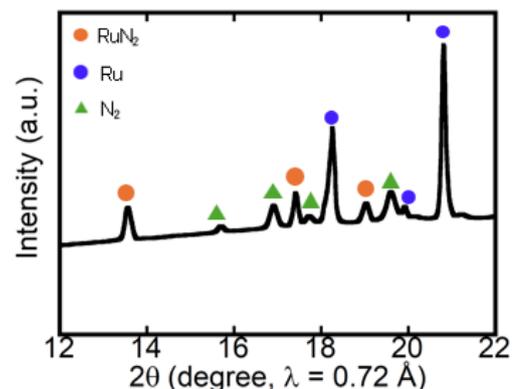


Fig. 高圧その場 XRD パターン