



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 ： Si に富む新規 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, 遷移金属ケイ化物, Fe-Si 系化合物

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。そのうちの一つである遷移金属ケイ化物では、Si/TM 比（TM：遷移金属元素）の低い化合物は金属結合性を示し、合金的な結晶構造をとる。一方、Si/TM 比の高い化合物はその結合に共有性やイオン性が加わるため特徴的な結晶構造をとる傾向にある。遷移金属メタロイド化合物は高圧力下での新物質探索の対象として注目されており、遷移金属ゲルマニウム化合物などは様々な新物質が合成されている^[1]。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 CrSi₅ や MnSi₅ の合成が報告されている^[2]。これらの新規相は常圧下で合成されている CrSi₂ や Mn₄Si₇^[3]よりも Si/TM 比が高く、高圧下では Si/TM 比がより高い化合物が合成される傾向にある。そこで本研究では、Fe-Si 系を対象とした 8~14 GPa の圧力範囲における Si に富む新物質探索を行い、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。高温高圧合成の出発試料には、Fe 塊と Si 塊をモル比 1:4 となるように秤量し、アーク溶解をして合金化した後に、単ロール法により熔融急冷した試料を用いた。出発試料を充填した高圧試料セルに圧力を印加し、6~14 GPa, 700~800 °C, 0~60 min の条件で高圧合成した。減圧して回収した試料を粉砕した後、SEM-EDX 分析およびあいちシンクロトロン光センター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

単ロール法により作製した出発試料は α -FeSi₂ と Si の混相であった。出発組成 Fe:Si=1:4, 10 GPa・700 °C・60 min の条件で合成した試料では出発試料の α -FeSi₂ と Si の他に既存の物質では説明できない未知ピークが出現した。この試料を SEM-EDX により組成分析したところ、出発試料の α -FeSi₂ と Si 以外に α -FeSi₂ よりも Si に富む化合物の生成が示唆された。出発試料が残存していたことから反応性を高めるために、同様の出発試料を 10 GPa・800 °C・60 min の条件で合成したところ、同様の未知ピークが出現した。 α -FeSi₂ と Si の回折線は最強線が僅かに存在する程度であり、SEM-EDX 組成分析でもこれらに対応する部分が認められなかったことから、ほぼ単相の新規 Fe-Si 系化合物が生成したと結論した。今後、SEM-EDX による詳細な組成分析により新規 Fe-Si 系化合物の組成を決定した後に、粉末 XRD パターンから未知結晶構造解析を行う予定である。

4. 参考文献

- [1] 滝沢博胤, 島田昌弘, 素材物性学雑誌, 4, 64 (1991)
- [2] 高野航一, 名古屋大学学位修士論文 (2021)
- [3] M.I.Fedorov, G.N. Isachenko, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 54, 07JA05 (2015)