



# 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 ：超高压下で合成された Pb-Ni 化合物の XRD 測定

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

キーワード：超高压, マルチアンビルプレス, 高密度相

## 1. 背景と研究目的

第6周期の Tl, Pb, Bi の中で Bi は同族の元素とは異なり, 3d 遷移金属との二元系において基本的には化合物を作らず, 固溶もしない. これは Bi と 3d 遷移金属元素との間に働く相互作用が無極性であることと関係している<sup>[1]</sup>. しかし近年, Cu-Bi 系や Co-Bi 系, Fe-Bi 系といった常圧では非固溶な二元系にでも, 超高压高温下において CuBi<sup>[1]</sup>や CoBi<sub>3</sub><sup>[2]</sup>などの新規な金属間化合物が合成されたという実験結果が報告された. Pb も Bi 同様に多くの 3d 遷移金属との間に大きな溶解度ギャップを持ち, 常圧下において 3d 遷移金属との化合物はほとんど報告されていない. こうした非固溶な二元系の中で, 本研究では, 超高压高温合成手法を用いて Ni-Pb 二元系における新規化合物の合成を合成しその結晶構造を解明することを目的とした.

## 2. 実験内容

高温高压実験には DIA 型マルチアンビルプレスを用いた. Ni と Pb をモル比 1:1 で混合した粉末を出発試料として用いた. 合成圧力 3~7 GPa, 合成温度 750~1000 °C, 保持時間 30 分の条件で実験を行った. 合成試料を常圧下に回収後, 粉末 X 線回折測定と SEM-EDX を用いて相同定, 組成分析を行った. XRD 測定は Cu 線源の他にあいち SR BL2S1 における放射光回折測定もおこなった. BL2S1 では合成した試料を細かく砕き, 直径 100 μm のガラスキャピラリーに充填し, ω軸方向を回転させながら回折パターンを取得した. X 線の波長は 0.75 Å, カメラ長 100・200 mm, X 線のビームサイズは 75 μm であった.

## 3. 結果および考察

Ni と Pb の混合粉末を 6 GPa, 750 °C で加圧・加熱後, 常圧に回収した試料に対して XRD 測定を試みた. Pb を多く含んでいるせいか, 試料は延性を示し, 十分なサイズまで細かくできなかった. さらに, Pb を含んでいるため直径 100 μm のキャピラリーでも試料が良く詰まっている場所では, X 線を完全に吸収してしまっており回折パターンを得ることができなかった. 一方, 試料の充填率が低い場所では回折パターンを測定することができたが, デバイリングの方位角方向に強度のムラが存在し, 十分な質のデータを得ることは難しかった. しかしながら, 得られたパターンで解析を試みたところ, 過去に薄膜でのみ合成が報告されている Ni-Pb 系化合物<sup>[3]</sup>, の合成に成功したことがわかった. 現在詳細を解析中であると共に, 単相の合成および良質なパターンの取得に向けた改良を検討中である.

## 4. 参考文献

- [1] G.Kai, *et al.*, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **56**, 5620 (2015)
- [2] S. Tence, *et al.*, *J. Phys.:Condens. Matter*, **26**, 395701 (2014)
- [3] R. Ricci. Bitti, *et al.*, *C. R. Hebd. Seances Acad. Sci. B*, **266**, 565 (1968)