



# 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 ：新規炭化物の超高圧合成

丹羽 健, 中島 健太, 佐々木 拓也, 長谷川 正  
名古屋大学

キーワード：超高圧, ダイヤモンドアンビルセル, 炭化物

## 1. 背景と研究目的

炭化物は酸化物や窒化物とならび優れた機能性材料として多くの用途が期待されている。特に WC や TaC のように高強度、高融点という性質から硬質材料や高温構造材料としての用途が多い。一方、炭化物の合成では金属と炭素の直接反応から容易に合成されるものもあるが、酸化物などに比べると物質の種類は非常に少ない。この点は、軽元素である炭素を閉じた空間に閉じ込めることができ、新物質の合成において非常に有用な超高圧合成手法であっても、現在までに超高圧下で合成された炭化物は酸化物や窒化物比べ驚くほど少ない。この点について、ただ研究例が少ないだけなのか、高圧を駆使しても炭化物そのものが形成されにくいのか、もしくは合成手法を改良すればどうにかなるのか、などいずれにせよ十分な知見が得られていないのが現状である。そこで本研究では、前駆体に焦点をおき、新しい炭化物合成にアプローチすることとした。遷移金属の超高圧合成において最も簡便な手法は、遷移金属と炭素粉末を任意の比で混合し高温高圧に保持することである。しかしながら、この手法で報告されている炭化物は極めて少ない。そこで我々は前駆体の選定から考え、遷移金属と炭素原子が原子レベルで配位した有機金属錯体を用いることにした。これにより金属と炭素の粉末同士からの合成に比べて新しい物質の合成が期待される。過去に有機金属錯体を用いた炭化物の研究として、マルチアンビルプレスを用いた 8 GPa, 1300 °C における実験から Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub> の合成が報告されている[1]。本研究では、ダイヤモンドアンビルセル(以下 DAC)を用いて、より高い圧力・温度領域における新規 Fe-C 系化合物の合成を試みた。

## 2. 実験内容

超高圧高温実験には DAC とファイバーレーザーを用いた。予備加圧した金属ガスケットに直径約 130 μm の穴をあけ試料室とした。て 80 μm 四方に成形したフェロセン粉末 ((C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>Fe) を圧力媒体の NaCl で挟み込む形で充填した。目的圧力まで室温で加圧後、レーザー加熱を行った。加熱前後および減圧過程において BL2S1 における高圧 X 線回折実験および実験室系における Raman 分光測定から合成物を評価した。

## 3. 結果および考察

予備実験の結果、30 GPa を境に合成される物質が異なることがわかった。低圧では既存の炭化物が合成され回収されるが、より高圧では Fe とダイヤモンドが回収された。そこで 30 GPa における加熱後の高圧その場の回折パターンを取得し、加熱により出現した相について調べた。圧力媒体の NaCl やガスケットの他にいくつか未知ピークが検出された。これらは既存の炭化物や Fe の高圧相では説明が難しい。現在、対象を水素化合物まで広げて新規相を同定中である。今後の展望としては、新規相の構造を決定するとともに、回収された試料も分析することでその素性を明らかにすることを目指す。

## 4. 参考文献

1. Baskakov et al., Inorg. Chem 57(2016)14895