



AichiSR

# 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 ： 超高圧下における新規遷移金属炭化物の合成

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

キーワード：超高圧, ダイヤモンドアンビルセル, 炭化物

## 1. 背景と研究目的

申請者の所属する研究グループでは超高圧実験手法を駆使して新奇な窒化物や酸化物の創製に取り組んでいる。最近の先端的な研究から多数の新奇窒化物の合成に成功し、他の研究グループの研究結果と併せると、超高圧下で合成される窒化物には常圧下とは全く異なる物質群・物質科学が存在することがわかってきた。その一方、炭化物も酸化物や窒化物と並ぶ優れた機能性物質であり、超高圧実験技術が新奇炭化物の創製に強く貢献することが期待される。しかしながら、現在までに酸化物や窒化物ほど新奇炭化物の合成に成功したという報告は多くない。したがって、本質的に新奇な炭化物が超高圧下で合成されないのか、それとも何か技術的な問題があるのかも含めよくわかっていないのが現状である。

超高圧下における簡便な（遷移金属）炭化物合成方法は、炭素粉末と遷移金属を混合して超高圧高温下に保持することである。しかしながら、この手法では元来安定な炭化物が主として合成されるが、新奇な炭化物の合成は難しい。そこで我々は有機金属錯体を超高圧高温下で処理することで新奇な炭化物を創製する研究に取り組んでいる。現在までにフェロセン ( $C_{10}H_{10}Fe$ ) を 75 GPa までの圧力範囲で高温処理することで、低圧では既報の Fe 炭化物が創製されることを明らかにし、現在さらに高い圧力でおこなった実験についてもデータを解析している段階である。本研究では Fe と同族の Ru の有機金属錯体であるルテノセン ( $C_{10}H_{10}Ru$ ) に対しても 68 GPa までの実験をおこない Ru 炭化物合成の有無について調べた。超高圧下における Ru-C 系の研究は 1, 2 例報告されているが、本当に合成されたかも含めて不明な点も多く本研究によってその一端が解明されることが期待される。

## 2. 実験内容

超高圧下における合成実験にはダイヤモンドアンビルセル (DAC) を用いた。予備加圧したステンレスガasketに直径約 100  $\mu m$  の穴をあけ試料室とした。そのあと四角形に成形したルテノセン ( $C_{10}H_{10}Ru$ ) 粉末を圧力媒体の 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

予備実験として 20 GPa 以上の圧力で実験をおこない、その試料を常圧下に回収し XRD 測定したところ Ru に加えて不明なピークが何本か検出された。ルテノセンは Ru, C, H によって構成されており、Ru の水素化物は常圧下に回収できず、また常圧下では Ru-C 系には炭化物が存在しないため、未知ピークは超高圧下で合成された Ru の炭化物由来である可能性が高い。そこで超高圧下で合成相を確認するため、68 GPa 以上の圧力で加熱した試料の室温高圧その場 XRD 測定をおこなった。BL2S1 における高圧その場 XRD 測定から、高圧その場では立方晶で指数付けできるピークを観察した。その後、減圧過程のプロファイルを測定すると、8 GPa までこの立方晶ピークは検出されたが、常圧回収された試料からは予備実験とおなじく、Ru と未知ピークが検出された。現在、全体の相関係や炭化物創製の可能性を含めて解析中である。