



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 ：新規 Mn-Sn 系化合物の超高圧合成の試み

丹羽 健, 加藤 有真, 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, スズ, 遷移金属

1. 背景と研究目的

近年、超高圧合成法がシリコンやゲルマニウムを主要元素としたメタロイド化合物の創製に用いられている。特に、磁性や熱電特性、触媒など様々な機能を有しておりユビキタス性の観点からもその物質開発は精力的に展開されている。数万気圧下の高圧力下ではメタロイド原子の融点が下がることも超高圧合成が積極的に展開されている所以である。シリコンやゲルマニウムと遷移金属との組み合わせから多くの機能性材料が合成されているが、周期表でゲルマニウムの下に位置するスズは低融点でありさらに多様な金属間化合物の創製が期待される。前期側 3d 遷移金属とスズ元素の化合物を調べてみると、Mn-Sn 系化合物では CuAl_2 型の MnSn_2 ^[1]が報告されている。Mn-Ge 系についても高圧下で CuAl_2 型 MnGe_2 ^[2]が合成されており、この物質はさらなる高圧下で MoSi_2 型 MnGe_2 への相転移することも報告されている。ゲルマニウムとスズの化学的な類似性から Mn-Sn 系においても高圧下で高密度相が合成される可能性は高い。そこで本研究では超高圧実験手法を用いて、新奇な Mn-Sn 系化合物の合成を目指した。

2. 実験内容

Mn 小片と Sn のショットをモル比 1:2 で秤量し、アーク溶解炉を用いて合金化した。その後、その合金を急冷凝固装置を用いて溶融急冷し、厚さ約 10 μm のリボン状試料を作製した。高圧合成実験にはダイヤモンドアンビルセルを用いた。リボン状試料を適当な大きさ (50×50×10 μm^3) に切断し、NaCl 圧力媒体で上下方向から挟む形で試料室に充填した。圧力は同封したルビーにより決定した。実験は約 20 GPa から 60 GPa までの範囲でおこなった。名古屋大学で高圧合成実験をおこなったのち常圧回収した試料をポリイミドキャピラリーの先端に固定し、回転させながら AichiSR 名大 BL BL2S1 にて回折プロファイルを測定した。

3. 結果および考察

過去に高圧下における Mn-Sn 系の先行研究が存在しないため、60 GPa までの範囲でおよそ 20 GPa ごとに合成実験をおこない試料を回収した。回収した試料の回折プロファイルを全て同条件で測定し、出発相の残存や新規ピークの有無を系統的に調べた。まず出発試料は Sn および Mn_{2-x}Sn , MnSn_2 の混晶であることがわかった。SEM/EDS による元素分析から実験に用いた試料サイズ (50×50×10 μm^3) において、有意な組成の偏りはみられなかったことから、この三相が比較的均一に分布していると考えられる。次に合成試料の回折プロファイルを解析したところ、どの圧力領域で合成した試料からも有意な量の Sn が検出された。そして、40 GPa 以上の圧力で合成した試料の回折プロファイルからは、出発物質に含まれていた Sn と MnSn_2 の回折プロファイルに加えて、共通する新規なピークを観測した。現在、この新規ピークがどういった結晶構造由来のものであるかを解析中である。

4. 参考文献

- [1] Nowotny and Schubert, *Z. Metallk.* 1946, **37**, 17
- [2] Takizawa, *Rev. High Press. Sci. Technol.* 1997, **6**, 102–108.