



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 W-Sn 系化合物の超高压合成の試み

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：超高压, 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

圧力は温度と同様に物質の状態を決める重要なパラメータであり、数十 GPa という超高压領域では大気圧下では合成が困難な物質の創製が可能である。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は、機能性材料として応用されているものもあり、結晶構造や、磁性、熱電特性といった物性は非常に興味深いものである。また、同じ 14 族に属しているスズも化学的に似た化合物が生成できる可能性があり、新規物質の合成が期待される。遷移金属とスズの組み合わせに注目すると、W-Sn 系の化合物は今まで一つも報告がなく大気圧下では合成が困難であることがわかる。一方で、W-Si 系<sup>[1]</sup>と W-Ge 系<sup>[2]</sup>では化合物が報告されている。特に W-Ge 系では高压実験手法を用いて合成されており、W-Sn 系においても高压下で新たな化合物が合成できる可能性がある。そこで本研究では、超高压実験手法を用いて新奇な W-Sn 系化合物の合成を目指した。

### 2. 実験内容

出発試料の合成には DIA 型マルチアンビルプレスを用いた。原料には W 粉末と Sn 粉末をモル比 W:Sn=1:2 で秤量、混合したものをを用いて、5 GPa, 500 °C, 30 分の条件で合成した。合成した試料は適当な大きさ (50×50×10 μm<sup>3</sup>) に加工して使用した。高压合成実験にはダイヤモンドアンビルセルを用いた。NaCl 圧力媒体で出発試料を上下方向から挟む形で試料室に充填した。高压実験は 10 GPa から 40 GPa までの範囲で行い、圧力は同封したルビーの蛍光によって決定した。名古屋大学で高压合成実験したあと、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 の名大 BL BL2S1 にて回折プロファイルを測定した。

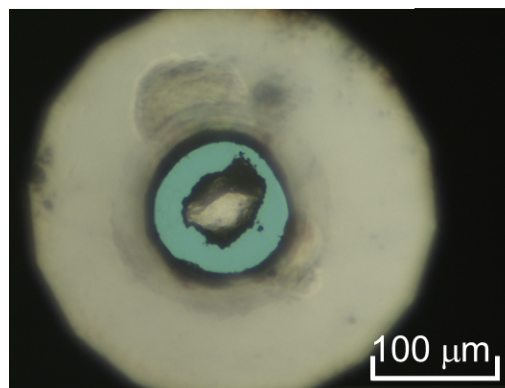


Fig.1 試料充填後の試料室

### 3. 結果および考察

過去に高压下における W-Sn 系の先行研究がないため、40 GPa までの範囲でおよそ 10 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（室温大気圧下）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 と W に加えて微量の SnO<sub>2</sub> が確認できた。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 と W に加え、新規なピークが検出された。現在、得られた新規ピークについての解析を進めており、その結晶構造の同定および体積弾性率や相安定性を明らかにする予定である。

### 4. 参考文献

- [1] Zachariasen, *Z. Phys. Chem. Stoichiom. Verwandtschafts*, **128** (1927) 39-48
- [2] Popova *et al.*, *Inorg. Mater.*, **14** (1978) 533-535