



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 ：新規な遷移金属窒化物の超高压合成と評価

丹羽 健，浅野 秀斗，佐々木 拓也，長谷川 正
名古屋大学工学研究科

キーワード：超高压合成，ダイヤモンドアンビルセル，遷移金属窒化物，高圧その場 X 線回折

1. 背景と研究目的

数十ギガパスカルの超高压力下では，大気圧下での合成が困難な物質の創成が可能となる．大気圧下で合成される窒化物には，硬質性や耐摩耗性，超伝導性など様々な物性を有し，実用材料として用いられる物質も多い．高压力下では大気圧下では合成されない高配位な結晶構造の窒化物の合成が報告されており，それらの結晶構造や物性に関しては非常に興味深い．金属窒化物の中でも，Mn-N 系に関しては高压力下での合成実験報告が他の物質系に比べると少なく，物質探査が十分であるとはいえない．そこで本研究では高压力下で Mn を直接窒化することで新規な窒化物を発見しキャラクタリゼーションを行うことを目的とした．

2. 実験内容

試料の合成には，レーザー加熱式ダイヤモンドアンビルセルを用いた．出発物質には市販の Mn 粉末を適当な大きさに成形したものを使用した．仮圧したステンレス板またはレニウム板をガスケットとし，圧痕の中心にあけた試料室に圧力測定用のルビー，液体窒素と共に封入した．液体窒素は高压力下では固体化し，圧力媒体及び窒素源として働く．目的の圧力まで室温下で加圧したのち，レーザーを照射することで高温高压状態を実現した．高压高温下で反応させた状態の試料をあいち SR の名古屋大学 BL2S1 にて高压その場 X 線回折測定を行い回折プロファイルを取得した．また，大気圧下に回収した試料はポリイミドキャピラリーの先端に固定し，あいち SR の名古屋大学 BL2S1 にて試料を回転させながら回折プロファイルを測定した．

3. 結果および考察

予備実験として約 11 GPa の圧力で合成した試料の X 線回折パターンを Fig 1 上に示す．30 GPa の圧力で合成が報告されている NaCl 関連構造の MnN^[1]が合成されていることがわかった．また，約 60 GPa で合成した Mn-N 系試料の X 線回折パターンを Fig 1 下に示す．約 60 GPa で合成を行い，大気圧下に回収した試料では，非常にブロードな MnN 及び未知の回折ピークが得られた．これらのブロードなピークは高压力下で合成された化合物が減圧に伴い分解または相転移をしたことが原因であると考えられる．

現在，大気圧下に回収した試料及び高压その場測定で得られた X 線回折パターンを解析し，その結果を踏まえて高压力下での Mn-N 系物質の振る舞いを明らかにする予定である．

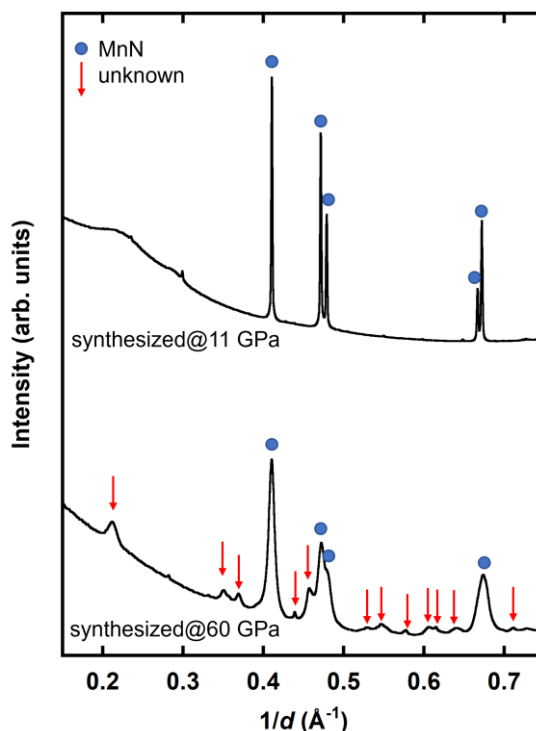


Fig 1 各圧力で合成した Mn-N 系回収試料の X 線回折パターン，(上)11 GPa，(下)60 GPa

4. 参考文献

[1] D. Huang *et al.*, Crystals, 9, 511 (2019)