



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

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、メタロイド元素のイオン結合性や共有結合性に起因した磁性や熱電特性などの物性を示す興味深い物質群である。その一方、未発見の物質群も数多く存在するため、現在でも新規物質の開発が精力的に行われている。合成に関しては数万気圧という超高压下でメタロイド元素に富んだ新規化合物の報告もされており、超高压合成手法がメタロイド化合物の物質科学に非常に重要な役割を果たしている。本研究ではシリコンやゲルマニウムと同じ 14 族に属するスズと、タングステンの化合物に着目した。過去に W-Si 系^[1]と W-Ge 系^[2]では化合物が報告されており、特に W-Ge 系では数 GPa の圧力が合成には必要とされている。一方、本研究で取り組む W-Sn 系では、現在のところ化合物合成の報告はない。これは常圧下に限ったことか、超高压下でも合成不可能なのかは不明である。そこで我々は W-Ge 系より高い圧力条件下における W-Sn 系化合物の合成と、得られた新規相の評価に取り組んできたのでその成果について報告する。

2. 実験内容

出発試料の作製には 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、混合したものを用いて、5 GPa, 500 °C, 30 分の条件で作製した。作製した試料は適当な大きさ (50×50×10 μm³) 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 50 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 にて回折パターンを測定した。

3. 結果および考察

過去に当研究室で行った W-Sn 系の合成実験を参考にして、50 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パターンを全て同条件（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。合成試料の回折パターンを解析したところ、どの圧力領域で合成した試料からも強い回折強度の Sn と W が検出されたが、それに加えて新規なピークも多数検出された。40 GPa で出現した新規ピークについて解析したところ正方晶で指数付けすることができた。過去に高压下で合成された WGe₂ の結晶構造や軸比 *c/a* との比較から、MoSi₂ 型 WSn₂ であることが予想される。そこで MoSi₂ 型をモデル構造としてリートベルト解析を行ったところ、信頼度因子が十分小さく、精度良く精密化された。このことから得られた新規相が MoSi₂ 型 WSn₂ であることがわかった。現在、他の合成圧力で見られた新規ピークについても解析を進めており、結晶構造や組成など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