



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、2022 年度第 1 期に引き続き、高压力下でマンガンまたはマンガン窒化物を高温高压処理を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マンガン粉末または事前に作製した窒化マンガンを使用した。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、圧力媒体として液体窒素または KCl を使用した。液体窒素は高压力下では固体化し、窒素源としても働く。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。高压高温下での反応前後の状態の試料をあいち SR の名古屋大学 BL2S1 にて高圧その場 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

事前に合成した正方形に歪んだ NaCl 型 MnN を KCl 圧媒体中に再度充填し、高圧その場 SXRD 測定により試料を観察した。Fig.1 に高圧その場 SXRD 測定結果を示す。42.8 GPa で取得した SXRD プロファイルには出発物質である正方形に歪んだ NaCl 型 MnN, KCl (圧媒体) と Re (ガスケット) のピークのみが見られた。一方で、42.8 GPa から 56.1 GPa に加圧すると、図中の赤矢印で示した位置に回折ピークが出現し、その後、ファイバーレーザーの照射による試料の加熱処理を行うとピーク強度は増大した。構造解析の結果、新規な高压相 NiAs 型 MnN が構造相転移により生成したことが明らかになった。

現在、大気圧下に回収した試料及び減圧過程での高圧その場測定によって得られた 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。

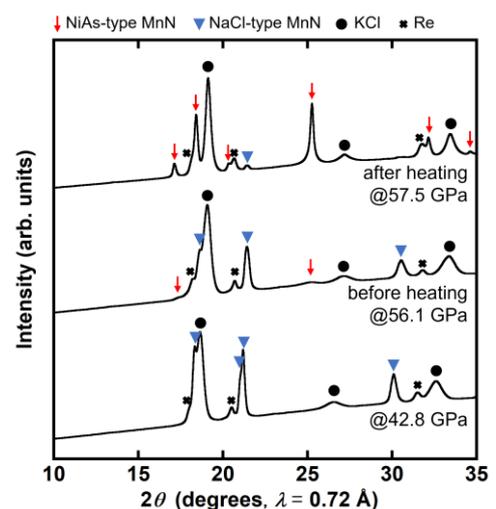


Fig.1 KCl 圧媒体中で測定した Mn-N 系試料の高圧その場 X 線回折パターン