



# 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 Fe-Si 系化合物の超高圧合成の試み

丹羽 健, 有賀 甚, 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, 遷移金属ケイ化物

## 1. 背景と研究目的

遷移金属ケイ化物は毒性を持つ元素を持たず、環境に無害で有望な熱電材料である。特にケイ素含有比が高い化合物は熱的・化学的安定性に優れるため、電極材料や熱電変換材料等への応用が期待されている<sup>[1]</sup>。常圧下で合成されるケイ化物の多くは、TM:Si=1:2 (TM: 遷移金属) 組成の化合物が多いが、最近、当研究室にて 15 GPa の高圧力下で、現在報告されているケイ化物より Si に富んだ化合物の合成に成功した。また、ケイ素と同族であるゲルマニウムでも、3 GPa 以上で MnGe<sub>4</sub>, FeGe<sub>4</sub>, CoGe<sub>4</sub> のような Ge に富んだ遷移金属ゲルマニウム化合物の合成が報告されている<sup>[2]</sup>。これらの研究成果は、高圧力下で Si や Ge に富む新規化合物の合成が期待できることを示唆している。過去の Fe メタロイド化合物の研究では、例えば Fe-Ge 系で FeGe<sub>4</sub><sup>[2]</sup>の超高圧合成が報告されているが、Fe-Si 系では既存の FeSi<sub>2</sub> よりも Si に富む化合物の報告はまだない。我々は一昨年度より 40 GPa までの圧力領域で Fe-Si 系の超高圧合成に取り組んでおり、新しい知見が得られたので報告する。

## 2. 実験内容

超高圧合成実験用の出発試料には、Fe 塊 (99.9%) と Si 塊 (99.999%) をアーク溶解により合金化した後、液体急凝固法により作製した厚さ約 20 μm のリボン状試料を用いた。超高圧合成実験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。リボン状試料を適当な大きさ (80×80×20 μm<sup>3</sup>) にカットし、予備加圧したステンレスガasket にあけた試料室に、NaCl 圧媒体で挟む形で充填した。目的の圧力まで室温で加圧した後、レーザーを照射することで高温高圧状態を実現した。名古屋大学で高圧実験を行った後、常圧回収した試料をダイヤモンドアンビルセルに充填し、名大 BL2S1 (AichiSR) にて 0-10 GP の範囲で高圧その場 XRD 測定をおこなった。

## 3. 結果および考察

新規 Fe-Si 系化合物の弾性特性を調べるため、高圧合成した試料を常圧下で回収し、0-10 GPa の範囲で各圧力におけるその場測定から格子定数を求め、格子体積を算出した。静水圧性を確保するためにメタノールとエタノールの混合液 (体積比メタノール:エタノール=4:1) を圧力媒体として使用した。Fig.1 には新規 Fe-Si 系化合物の回折ピークの遷移を赤い矢印で示した。格子定数および格子体積の圧力依存性から、軸圧縮挙動の異方性や体積弾性率を求めている。

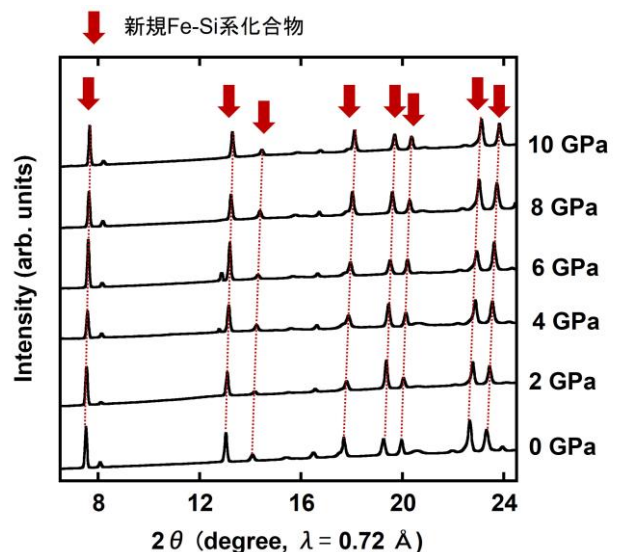


Fig.1 各圧力下における高圧その場 XRD パターン

## 4. 参考文献

- [1] Schlesinger, Chem. Rev., **90** (1990) 607  
[2] 滝沢博胤, 島田昌彦, 素材物性学雑誌, **4** (1991) 64-74