



高圧下で合成された微量試料の常圧および高圧その場回折測定 ：多成分リン化合物の圧縮特性

丹羽 健, 張 仲景, 佐々木 拓也, 長谷川 正
名古屋大学 大学院工学研究科

キーワード：高圧合成法, ダイヤモンドアンビルセル, 遷移金属リン化合物

1. 背景と研究目的

黒リンは黒鉛と似ていて、2次元リン層が積層した構造を持ち、その特異な電気伝導性、熱伝導性、光学特性が報告されている。CrP₄型遷移金属リン化合物中のリンは、黒リンの配列と特徴が似ており、こちらも優れた機械的と電氣的な特性が期待されている[1]。しかしながら、遷移金属リン化合物の合成において、常圧下では遷移金属とリンとの融点や蒸気圧等に大きな差があり、合成が難しい。そこで本研究では、超高圧合成法を用いることでリンに富むリン化合物の合成を目指した。またそれと同時に、常圧で報告されていない新規な多成分系リン化合物の作製及びその物性の解明も目的とした。ここでは、高温高圧下で合成された多成分リン化合物に対して放射光高圧その場 X 線回折測定を行い、格子の圧縮挙動などを調べたので報告する。

2. 実験内容

試料の高温高圧合成には DIA 型マルチアンビルプレス高圧力発生装置を使用した。リン化合物を構成する遷移金属として V, Cr, Mn, Mo から 3 種類を選び、等モル比率でアーク溶解した。その後、アーク溶解法にて合成した合金を粉砕し、金属と赤リンが、金属 : P=1 : 2 のモル比になるように Ar 雰囲気グローブボックス内で 1 時間混合した。合金とリンを混合した出発試料を高圧試料セルに充填し、室温下で 5 GPa まで加圧したのち、試料セル内のグラファイトヒーターへの印加により 900 から 1200 °C の温度下で 30-120 分間保持をした。加熱終了後、常圧まで減圧し、高圧試料セルから試料を回収した。得られた試料は粉砕し、ダイヤモンドアンビルセル (DAC) に充填し、名大 BL2S1 (AichiSR) にて 1 気圧から 10 GPa の範囲で室温下高圧その場 XRD 測定をおこなった。

3. 結果および考察

まず(V, Cr, Mn)P₄ と (V, Cr, Mo)P₄ の 2 種類のリン化合物合成を試みた。XRD 測定の結果、両組成の試料にて CrP₄型リン化合物の合成が確認された。合成された粉末試料を、圧力媒体であるメタノール-エタノール混合液と共に DAC の試料室に充填し、高圧その場 XRD 測定をおこなった。(V, Cr, Mn)P₄ はピーク強度が弱く格子定数を精密に算出することが難しかったが、(V, Cr, Mo)P₄ は格子定数を決定するのに十分な S/N のピークを得ることができた。その結果、図 1 に示すように体積圧縮および軸圧縮異方性を示すことがわかった。現在さらに詳細を解析中である。

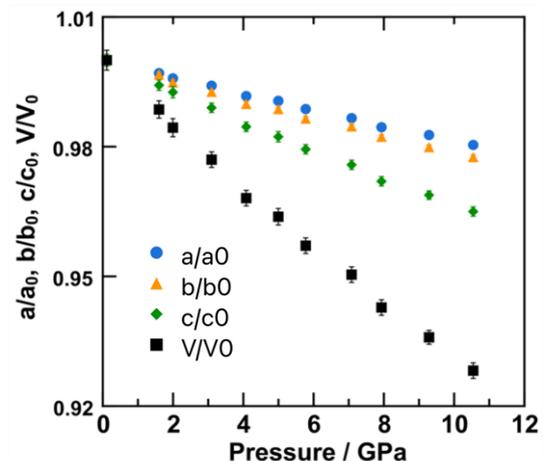


図 1. (V, Cr, Mo)P₄ の圧縮特性

4. 参考文献

[1] A. Castellanos-Gomez, J. Phys. Chem. Lett. 6 (2015) 4280–4291.