実験番号：2024N6003（4 シフト）

BL2S1

超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 3d 遷移金属珪化物の圧縮特性

丹羽 健，古川竜乃介，佐々木 拓也，長谷川 正
名古屋大学工学研究科

キーワード：超高圧合成，珪化物，その場観察

1. 背景と研究目的

遷移金属–メタロイド系化合物は，磁性や熱電特性，触媒特性などの様々な特性を有する物質群である．そのうちの一つである遷移金属ケイ化物では，Si/*TM* 比（*TM*：遷移金属元素）の低い化合物は金属結合性を示し，合金的な結晶構造をとる一方，Si/*TM* 比の高い化合物はその結合に共有性やイオン性が加わるため特徴的な結晶構造をとる傾向にある[1]. 遷移金属-メタロイド化合物は高圧力下での新物質探索の対象として注目されており，近年には 10 GPa 以上の圧力範囲において新規な遷移金属ケイ化物である $CrSi_5$ や $MnSi_5$ の合成が報告された[2]．これらの新規相は常圧下で合成されている $CrSi_2$ や Mn_4Si_7[3] よりも Si/*TM* 比が高く，高圧下では新しい物質群の創製が多いに期待される．本研究では，最近 10 GPa で合成に成功した新規 Fe-Si 系化合物の弾性特性に着目し，高圧その場放射光 X 線回折測定から室温高圧下における相安定性および弾性の解明に取り組んだ．

2. 実験内容

高温高圧合成には川井型 2 段式マルチアンビルプレス高圧発生装置を使用した．高温高圧合成の出発試料には，Fe 塊と Si 塊を所定のモル比で秤量し，アーク溶解をして合金化した後に，単ロール法により溶融急冷した試料を用いた. 出発試料を充填した高圧試料セルに圧力を印加し, 10 GPa, 800 °C, 60 min の条件で高圧合成した．減圧回収し粉砕した試料を軽く押し固め，圧力測定用のルビーと，メタノールとエタノールの混合液を圧力媒体にしてダイアモンドアンビルセルに充填し，BL2S1 (AichiSR) にて 0~30 GPa 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

Fig.1 に測定により得られた粉末 X 線回折プロファイルを示す．20 度付近のピークはガスケットに用いたステンレス（bcc-Fe）由来であるが，他のピークは新規に合成した Fe-Si 系化合物で説明できた. 加圧に伴いピークがシフトしているものの，本実験でおこなった最高圧力まで新たな回折ピークは出現しなかった．以上より，10 GPa で合成した新規 Fe-Si 系化合物は，室温圧縮では少なくとも 32 GPa まで相転移を示さず安定であることがわかった．現在，体積弾性率の算出など圧縮特性の定量的な解析に取り組んでいる．

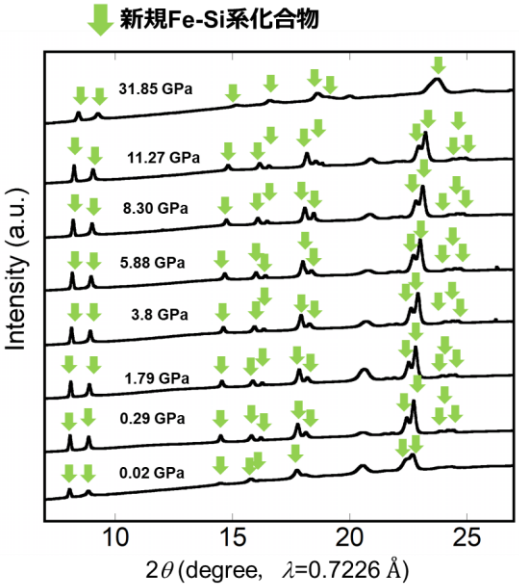

Fig.1 各圧力における回折プロファイル

4. 参考文献

[1] 滝沢博胤，島田昌弘，素材物性学雑誌, 4, 64 (1991)
[2] 高野航一，名古屋大学学位修士論文 (2021)
[3] M.I.Fedorov，G.N. Isachenko，*Jpn. J. Appl. Phys.*, 54, 07JA05(2015)