



# 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 ：新規遷移金属珪化物の超高压合成

丹羽 健，一戸 藍，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：超高压高温合成，ダイヤモンドアンビルセル，珪化物

## 1. 背景と研究目的

遷移金属ケイ化物は，熱電特性や磁性，電気的特性など，興味深い性質を持つ物質群である<sup>[1]</sup>．その合成手法は種々存在するが，高温高压合成手法を用いると常圧下では取り得ない原子配列を有する新規の遷移金属ケイ化物が合成される．本研究では，Ni-Si 系化合物の超高压合成に取り組んだ．過去に我々が取り組んだ実験から，約 20 GPa 以上の圧力で新規 Ni-Si 系化合物の合成を示唆する XRD パターンを取得することができ，その組成比は Ni : Si ~ 1 : 2 である可能性が高い．本課題ではその結晶構造の詳細を明らかにするため，改めて準備した出発物質を用いて実験を行った．

## 2. 実験内容

Ni 塊と Si 塊を組成比が Ni : Si = 1 : 2 となるように秤量し，液体急凝固法によってリボン状の合金を作製し，それを Ar 雰囲気中 900°C で 12 時間アニール処理を行った．アニールの効果を検証するためアニール有る・無しの両試料を高圧合成用を使用した．高圧発生装置にはダイヤモンドアンビルセルを使用した．室温で目的圧力まで加圧し，赤外レーザーを用いて加熱することで，高温高压合成を行った．合成した試料はいちシンクロトロン光センターの BL2S1 にて放射光 X 線回折測定を行った．

## 3. 結果および考察

作製した出発試料について，アニールを行う前の出発試料の XRD 測定を行ったところ，NiSi<sub>2</sub>，NiSi，Si の 3 相のピークが観測された．一方，アニールを行った出発試料の XRD パターンでは，NiSi<sub>2</sub> と Si のピークは検出されたが，NiSi は検出されなかった．上記は Ni-Si 系状態図と大凡整合している．それぞれの出発試料を用いて高温高压合成を行い，常圧回収した試料の XRD パターンを Fig. 1 に示す．Fig. 1 の上段はアニール後の出発試料を使用し，約 26 GPa で合成した試料，下段はアニール前の上出発試料を使用し，約 40 GPa で合成した試料の XRD パターンである．どちらも共通した未知ピークが現れており，新規の化合物の合成が示唆された．また，アニール後の出発試料を用いた合成試料の方では，Si の常圧回収相のピークが見られたが，アニール前の上出発試料を用いた方では Si は見られなかった．出発試料のアニール処理によって，Si が粒成長し，反応しきらずに残ったためだと考えられる．加熱時間を延ばすことですべてを反応させることができると考えられる．新規ピークについて，現在，指数付けを試みており，最終的には構造の詳細を解明する予定である．

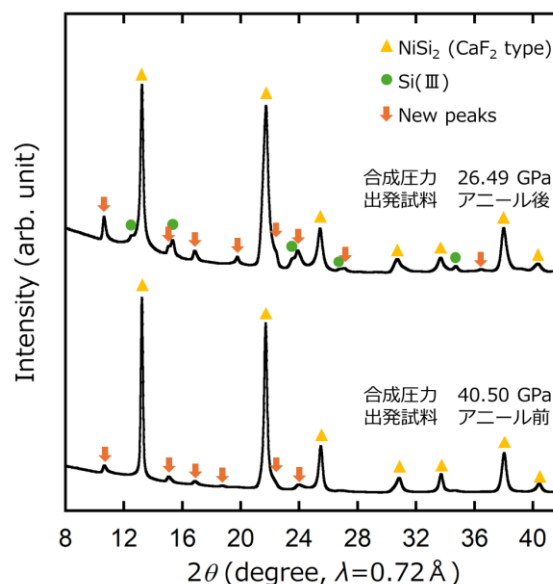


Fig. 1 高温高压合成した試料の XRD パターン

## 4. 参考文献

[1] 坂田民雄，西田勲夫，日本金属学会会報，15 (1976) 11-21