

受入年度：2021 年度 随時

提出日： 2022 年 5 月 30 日

共同利用の種類： 国際共同利用・○一般共同利用・設備共同利用・ワークショップ

課題名： 窒化炭素物質の高温高压合成

共同研究員氏名： 財部 健一

所属・職名： 岡山理科大学・理学部 特任教授

分担者氏名： 匠 正治

分担者所属・職名： 福岡大学・理学部 助教

分担者氏名： _____

分担者所属・職名： _____

研究報告・ワークショップ実施報告：

引き続き sp^3C-N 結合からなる窒化炭素 C_3N_4 の高温高压合成を目指している。本物質はダイヤモンドを超える体積弾性率を有すると期待されている未合成物質である。直近の目標を部分的に sp^3C-N 結合を含む $C_2N_2CH_2$ 結晶（堆積弾性率約 260GPa, ダイヤモンドの 60%）のマルチアンビル合成においた。本物質は、レーザー加熱ダイヤモンドアンビル装置を用いた 40 万気圧での高温高压合成で合成できている（岡山理科大学、寒川匡哉、博士論文、2012、貴研究所との共同研究を含む）。ただし試料形状はナノサイズ粒子でありこれまで試料回収は叶わなかった。また、本方式で合成ができることを見出したことは有意義であったが、レーザー加熱ダイヤモンド方式では温度勾配と圧力勾配があり本試料合成では単相合成とすることは、色々の工夫をしてみたができなかった。この点を飛躍的に克服するには、マルチアンビルを用いた高温高压合成が優れていることは論をまたないが、幸運にも貴所・山崎准教授らが世界に先駆けて 30 - 40 万気圧程度でのマルチアンビルを開発し共同利用に供して頂いたのでさっそく高温高压合成を今回行った。何度かの失敗を重ねた上で Spring-8 のプレスを利用してマルチアンビル高温高压合成を行い、昇圧・昇温・降温・降圧のプロセスを降圧時の僅かなブローアウト音の検出を除いては終わることができ、回収試料の調査に進むことを期待したがコロナによる貴研究所利用が遅れて今般漸く分析にまで到達することができた。

結果はたいへん明快で予想のとおり $C_2N_2CH_2$ 結晶の合成ができていた。現在は、追加的分析としてラマン散乱測定を行うことと、その結果も含めて報告としてまとめ

るべく準備中である。

今後は、大目標である sp^3C-N 結合のみからなる窒化炭素 C_3N_4 の高温高压合成を目指す。その大きなポイントとなるのが、水素を含まない CN 出発物質の合成であるが、すでにこの点についての協力者を得て合成を進めている。考えているような出発試料が準備次第、40万気圧程度でのマルチアンビル高温高压合成で、30年来の未合成物質である窒化炭素 C_3N_4 の合成にチャレンジしたい。

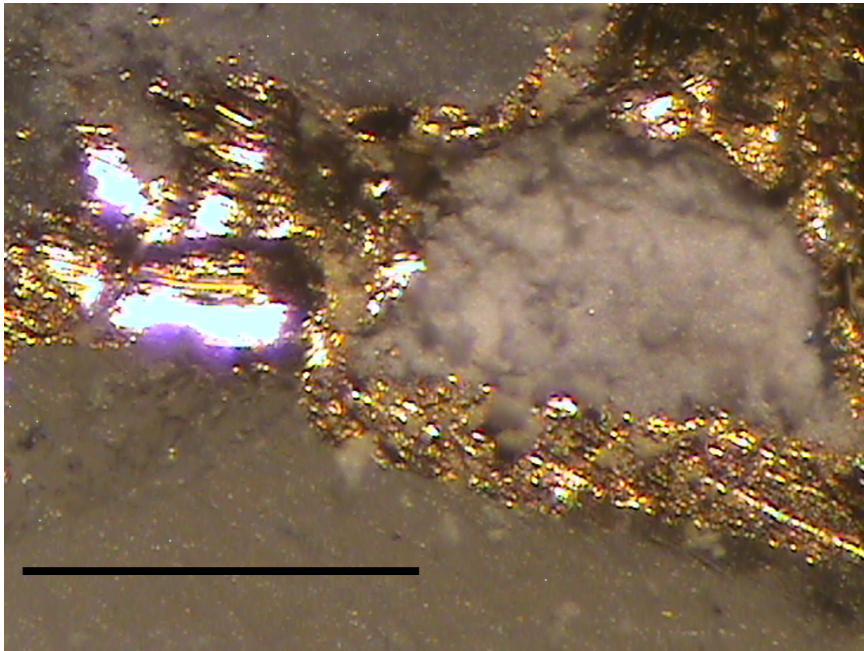


図 1. 回収された金カプセル内の試料の光学顕微鏡写真。スケールバーは 0.5 mm を表す。

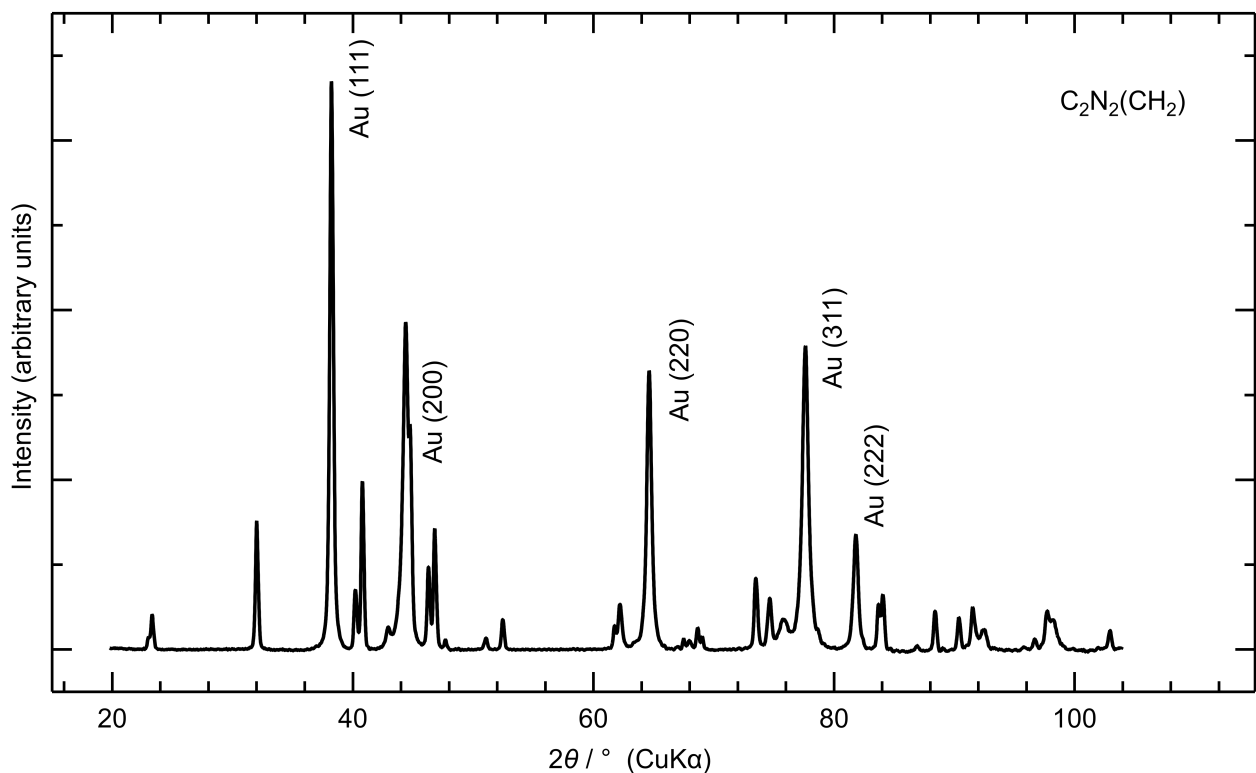


図 2. 回収された試料の粉末 X 線回折パターン. Rigaku 社製のマイクロフォーカス回転対陰極 X 線発生装置 MicroMax-007 HF と多層膜集光光学系 Varimax DW による測定結果. Au を除く回折ピークは斜方晶 $C_2N_2CH_2$ 結晶と微量の副相で同定できる。詳細は今後報告する。