

窒化物高圧構造探索による新たな超硬質高密度材料開発のための調査研究

Research study on high-pressure structures in nitrides for developing high-density and high-hardness materials

目的 Purpose

- ・ 難削材料機械加工の需要増加により切削工具材料の高度化要請
- ・ 窒化物は優れた硬質特性と鉄系材料との低親和性が特徴
- ・ 耐摩耗性に優れた新規窒化物硬質材料の開発の推進
- ・ Increased demand for precision machining in key industries calls for advancement of cutting tools materials. Super hard nitrides have an advantage in wear resistance for cutting ferrous metals.

概要 Outline

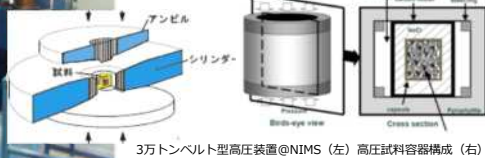
- ・ 高温高圧メタテシス合成法による新規5d遷移金属窒化物探索と焼結体作成
- ・ 計算科学による窒化物の物性予測と体積弾性率測定による硬質構造の追究
- ・ 放射光硬X線による高圧下XRDおよびXAFS実験技術開発と窒化物への適用
- ・ We facilitate interactions among high-pressure synthesis, crystal structural analysis and computational prediction toward the development of hard materials in nitrides.

高圧下メタテシス反応による難窒化物質合成

Nitrides syntheses using metathesis reactions under HP

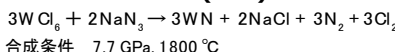


- ・ 大容量ベルト型装置 (NIMS) を利用した高温高圧下における化学反応 (メタテシス反応) で難窒化物質合成を実現している。メタテシス反応とは、例えば $AB + CD \rightarrow AC + BD$ となる反応である。現在までに、新規硬質WN化合物と ReN_2 二次元硬質層状膜の合成に成功している。さらに、本ベルト型装置を用いて、切削材料試験に使用する実用大焼結体合成をおこなっている。



3万トンベルト型高圧装置@NIMS (左) 高圧試料容器構成 (右)

窒化タングステン(WN)合成



合成条件 7.7 GPa, 1800 °C



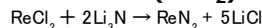
Kawamura, Yusa, Taniguchi (2018) JACERS101, 949-956. 超硬質物質



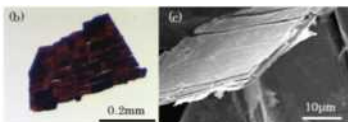
切削材料試験用WN焼結体合成

WC型構造

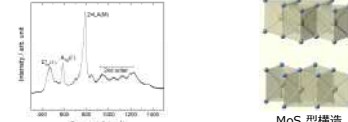
窒化レニウム(ReN_2)合成



合成条件 7.7 GPa, 1600 °C



Kawamura, Yusa, Taniguchi (2014) APL 100, 251910. 二次元層状物質



MoS₂構造ReN₂のラマンスペクトル

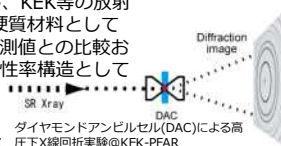
放射光X線と計算による窒化物硬質構造探索

Collaboration between SR Xray experiments and DFT calc.

- ・ 合成された各種窒化物に関して、DACで加圧し、KEK等の放射光X線(SR Xray)を利用し体積弾性率を求め、硬質材料としての最適構造を追究している。また、DFT計算予測値との比較および構造安定性の検証もおこなっている。高弾性率構造としてのWC構造の優位性が認められた。

高圧合成した窒化物の体積弾性率

Compo.	ReN ₂	TaN	TaN	TaN	Ta ₂ N ₅	WN	W ₂₂ N ₄
K _v (GPa)	173 GPa	318 GPa	351 GPa	295 GPa	286 GPa	342 GPa	
S.G.	P6 ₃ /mmc	P6 ₂ m	P6 ₂ m	Fm3m	P6 ₃ /mnc	P6 ₂ m	P6 ₃ /mmc
Struct.	MoS ₂	TaN	WC	NaCl		WC	
Type							
Ref.	Kawamura + (2012)	Yusa (2014)	Yusa (2014)	Yusa (2014)	Yusa + (2014)	Kawamura + (2013)	Kawamura + (2013)



ダイヤモンドアンビルセル(DAC)による高圧下X線回折実験@KEK-PFAR

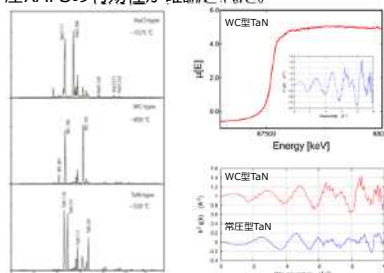


DFT計算用PCクラスター@AISTによるTaNの結晶構造と体積弾性率計算

δ -TaN P6₂m $K_v=356$ GPa

放射光硬X線高圧下XRDとXAFS実験

- ・ KEK(PF-AR)からの硬X線は重元素試料や圧力媒体への透過性の面で優位性があるため、5d元素を含む窒化物のXRDその場観察実験に適している。高圧装置(MAX80)によるエネルギー分散法により窒化タンタル高圧相が2.8GPaでWC型からNaCl型への転移することが確認された。さらに、新手法として同装置を使用した高エネルギーXAFS実験をTaのK吸収端(67.5 keV)により試みた。結果、高圧相同定への高圧XAFSの有効性が確認された。



TaN高圧相のその場観察XRDパターン (左) とXAFSスペクトル (右)



キュービック型高圧下その場観察装置 (MAX80) @KEK-PFAR

今後の展望と課題

- ・ ホウ化物、炭化物を含めた3,4,5d遷移金属窒化物の硬質特性の系統的研究
- ・ 広範囲なDFT計算による高硬度物質候補の提示とビッカース硬度の高精度予測
- ・ 標準試料による窒化物の窒素定量法の確立

