



## 超高圧下で合成された微小試料の局所構造解析

丹羽 健, 浅野 秀斗, 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, 窒化物, マイクロ XAFS

### 1. 背景と研究目的

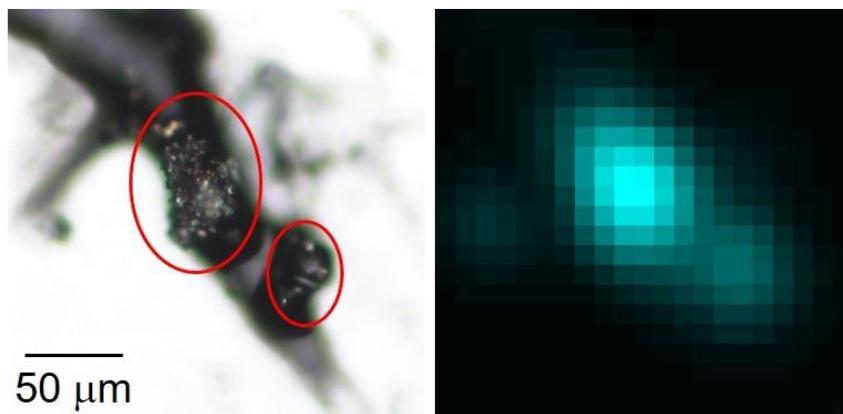
遷移金属窒化物は、硬質性や耐摩耗性、超伝導性などの物性を有し、実用材料として広く用いられている物質も多い。大気圧下においては、窒素及びアンモニアフロー中での窒化反応や、複分解反応、化学気相法などによって合成されている。その一方で、数十ギガパスカルの超高圧下では、大気圧下とは全く異なる窒化物群の創成が報告されている。したがって、超高圧下で合成される新規窒化物の物性にも興味を持たれている。近年までに、ほぼすべての遷移金属において、大気圧下で合成される窒化物とは異なる新規な窒化物が超高圧下で合成されることがわかってきた。これらの高圧合成される窒化物は、主に X 線回折測定によってその結晶構造について精力的に研究が行われているものの、窒化物中の元素の価数状態については実験的な報告は未だされていない。そこで我々は超高圧下で合成し大気圧下に回収した窒化物に対して、XAFS 測定を行い、窒化物中の金属元素の価数状態の同定を目指した。

### 2. 実験内容

超高圧高温発生装置にはレーザー加熱式ダイヤモンドアンビルセルを用いた。市販の VN 粉末または NbN 粉末を適当な大きさに成形し、仮圧したステンレスガasketもしくはレニウムガasketに開けた試料室に圧力測定用のルビー及び液体窒素とともに封入した。目的の圧力まで室温下で加圧した後、レーザーを照射することで高温高圧状態を実現した。大気圧下に回収した試料は、おおよそ  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$  程度の大きさの箔状の形態で、カプトンフィルム上に固定した。回収した試料の XRD 測定による相同定を行った後、あいち SR の BL11S2 にてマイクロ XAFS 測定を行った。

### 3. 結果および考察

左図に今回測定した V-N 系試料の光学顕微鏡写真及び、右図に測定時に得られた試料の V 吸収端近傍のエネルギーにおける透過 X 線強度のマッピング画像を示す（濃いほど吸収が大きい）。右図の青い部分が試料に対応しており、右の光学顕微鏡写真と比較すると、試料の形態を反映した画像が得られていることがわかる。したがって、超高圧実験から回収した数十ミクロンの微細試料でも場所を特定し測定できることがわかった。今後、測定した XANES スペクトルを詳細に解析し、超高圧合成された新規窒化物中の金属元素の価数状態を明らかにする予定である。



左図 XAFS 測定を行った V-N 系試料の光学顕微鏡写真  
右図 透過 X 線により得られたイメージング画像