



# 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 ： Co-N 系試料の熱膨張挙動の調査

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：超高压合成, 遷移金属窒化物, 熱膨張

## 1. 背景と研究目的

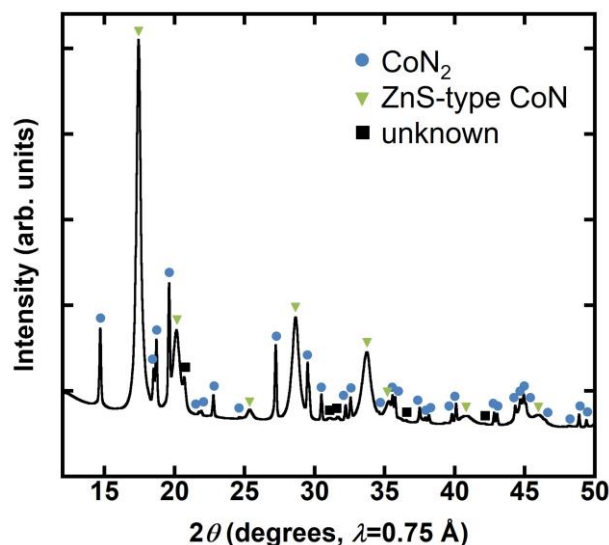
数十ギガパスカルの超高压力下では、大気圧下での合成が困難な物質の創成が可能となる。大気圧下で合成される窒化物には、硬質性や耐摩耗性、超伝導性など様々な物性を有し、実用材料として用いられる物質も多い。したがって、超高压下で合成される窒化物の物性にも興味を持たれている。高压合成される窒化物は、圧縮挙動について精力的に研究が進められている一方で、合成後の試料サイズが数十マイクロメートル程度であり、回収した試料の物性測定は難しいことから、他の物性測定の報告は少ないことが現状である。我々は、過去に新規な  $Nb_2N_3$  の超高压合成に成功し、回収した試料の低温下での X 線回折測定をもとに、その熱膨張挙動を明らかにした<sup>[1]</sup>。本研究では、過去に合成が報告されており、低温下で強磁性の発現が期待されている  $CoN_2$ <sup>[2]</sup> について低温 X 線回折実験を行うことでその熱膨張挙動を調査した。

## 2. 実験内容

試料の合成には、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 Co 箔を適当な大きさに成形し、仮圧したステンレスガasket にあけた試料室に圧力測定用のルビー、液体窒素と共に封入した。目的の圧力まで室温下で加圧したのち、レーザーを照射することで高温高压状態を実現した。大気圧下に回収した試料はポリイミドキャピラリーの先端に固定し、あいち SR の名古屋大学 BL 2S1 にて試料を回転させながら回折プロファイルを測定した。また、試料の冷却には、ビームラインに備え付けの窒素吹きつけ型冷却装置を用い、実験を行う前に熱電対を用いて温度較正を行った。今回の実験では、温度を変えて、15 の X 線回折パターンを取得した。

## 3. 結果および考察

約 38.8 GPa の高压力下で合成した試料の 296.7 K で測定した X 線回折パターンを Fig.1 に示す。  $CoN_2$  と ZnS 型構造を有する CoN が合成された。ZnS 型 CoN の回折ピークは非常にブロードであり、これは高压力下では NiAs 型構造を有する CoN が減圧時に ZnS 型構造へ相転移することが原因であると考えられる。現在、各温度で取得した X 線回折パターンを解析し、熱膨張係数の算出に取り組んでおり、磁化測定等の結果と合わせて、遷移金属窒化物の低温下での振る舞いを明らかにする予定である。



## 4. 参考文献

- [1] Asano *et al.*, *Inorg. Chem.*, 2020, **59**, 7915-7918  
[2] Niwa *et al.*, *Inorg. Chem.*, 2017, **56**, 6410-6418

Fig.1 38.8 GPa で合成し、大気圧下に回収した試料の 296.7 K での X 線回折パターン