



# 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 ： Ta-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。また、超高压下で合成される窒化物の多くは大気圧下に準安定的に回収できるものが多い。しかしながら、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、回収した試料の物性測定の報告はほとんどないことが現状である。我々は、過去に新規な  $U_2S_3$  型  $Nb_2N_3$  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、 $U_2S_3$  型  $Nb_2N_3$  と同じ構造を有する  $U_2S_3$  型  $Ta_2N_3$ <sup>[2,3]</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 Ta 箔を適当な大きさに成形し、仮圧したステンレスガスケット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 BL2S1 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 15 GPa で合成した試料を、冷凍機の温度を 310 K に設定し、測定した XRD パターンを Fig.1 に示す。解析の結果、 $U_2S_3$  型  $Ta_2N_3$  と NaCl 型 TaN が合成された。

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、 $U_2S_3$  型  $Nb_2N_3$  との比較から、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] Zerr *et al.*, *Adv. Funct. Mater.*, 2009, **19**, 2282-2288
- [3] Friedrich *et al.*, *J. Alloys Compd.*, 2010, **502**, 5-12

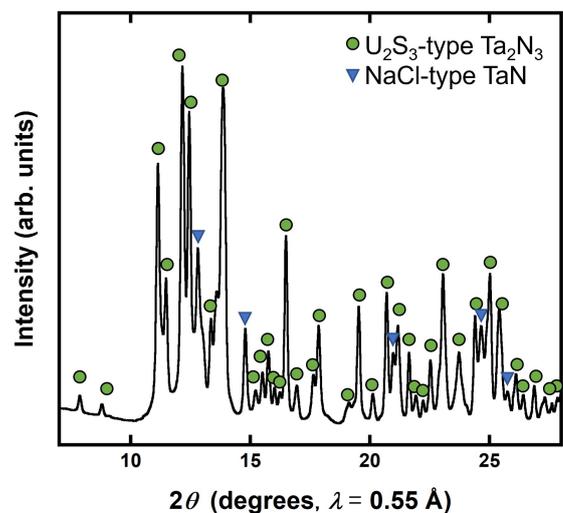


Fig.1 約 15 GPa で合成し、大気圧下に回収した試料の XRD パターン