



## 超高压下で合成されたバナジウム窒化物のマイクロ XAFS 測定

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, 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、超伝導性などの特性を活かし、実用材料として広く知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压下では、大気圧下とは全く異なる窒化物群の創成が報告されており、超高压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、窒素間結合を構造中に有する二窒化物が超高压下で合成されることがわかってきた。これらの高压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。そこで我々は超高压下で合成した新規なバナジウム二窒化物  $\text{VN}_2$  を含む試料に対して 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

超高压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 V 金属箔を適当な大きさに成形し、仮圧したレニウムガスケットに開けた試料室に圧力測定用のルビー、断熱材の NaCl 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、ファイバーレーザーを使用することで高温高压状態を実現した。試料の相同定は SPring-8 BL10XU 及び AichiSR BL2S1 による XRD 測定によって行った。その後、大気圧下に回収した試料は、おおよそ  $50\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$  程度の大きさの箔状の形態であり、カプトンフィルム上に固定し、あいち SR の BL5S1 にて V の K 吸収端を対象にマイクロ XAFS 測定を行った。

### 3. 結果および考察

本課題で使用した V-N 系試料は、76.1 GPa での合成後に大気圧下に回収したもので、回収した試料は d-VN,  $\text{VN}_2$ , NaCl（断熱材）で説明することができた。初めに、透過法での測定を試みたところ、試料由来のシグナルが得られなかった。これは、高压力の印加により試料が薄くなり、X 線を十分吸収しなかったことが原因として考えられる。したがって、今回の XAFS 測定では蛍光法にてスペクトルを取得した。今後、前回 BL11S2 で測定した XAFS スペクトルや今回測定した参照試料の XAFS スペクトルと比較し、今回得られた XANES スペクトルの解析を詳細に行うことで、高压合成された新規窒化物中の金属元素の価数状態について明らかにする予定である。