



高圧下で合成された微量試料の常圧および高圧その場回折測定 ：CrN_x 薄膜試料の常圧および高圧その場回折測定

丹羽 健, 東 源大, 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

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。常圧下では窒素に富んだ遷移金属多窒化物の合成報告は少ないのに対して、高温高圧下では遷移金属多窒化物の合成が多くされている[例えば 1 や 2]。CrN₂はその一つであり、レーザー加熱式ダイヤモンドアンビルセルを用いた超高压高温合成が報告されている[2]。こうした遷移金属多窒化物に対して理論計算は多数あるが、金属箔や粉末を用いて超高压合成した試料は微小かつ脆弱であるため物性測定は皆無であった。そうした中、最近、絶縁基板上に成膜した Pt 薄膜を窒化して PtN₂ 薄膜を合成し、その電気的・光学的特性を測定した研究が報告された[3]。本研究では絶縁体基板を用いた CrN₂ 薄膜の超高压合成および膜性状の評価、物性解明を目的に研究を進めており、ここでは放射光を用いた合成物の評価について報告する。

2. 実験内容

CrN₂ 合成のための酸化基板には厚さ約 15 μm に鏡面研磨されたα-Al₂O₃ 単結晶を用いた。基板をピンバイスを用いて目的の大きさ(約 60×60×15 μm³)に割り、真空蒸着装置により Cr を基板上に成膜した。超高压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。まずレニウムガasketに予備加圧を行い、加工用レーザーにより試料室を作製した後、圧力測定用のルビー、液体窒素と共に Cr が製膜されている基板試料を充填した。室温下で約 70 GPa まで加圧後、ファイバーレーザーを照射し加熱することで窒化物を合成した。

3. 結果および考察

成膜した Cr を評価するため、基板ごと XRD 測定をおこなった。試料をポリイミドキャピラリーの先端に固定し、回転させながら回折パターンを測定した。2次元検出器には、基板材料であるα-Al₂O₃の回折スポットとブロードな弱い回折線が検出された。右図には2次元パターンを1次元化したプロファイルを示す。基板に用いたα-Al₂O₃のピークと成膜した Cr のピークが観測された。超高压下で加熱した後の試料の X 線回折パターンでは、出発試料にみられた Cr のピークはなくなり、報告されていた CrN₂のピークが観測された。以上より、CrN₂ 薄膜が合成できたことがわかった。現在、詳細を解析中である。

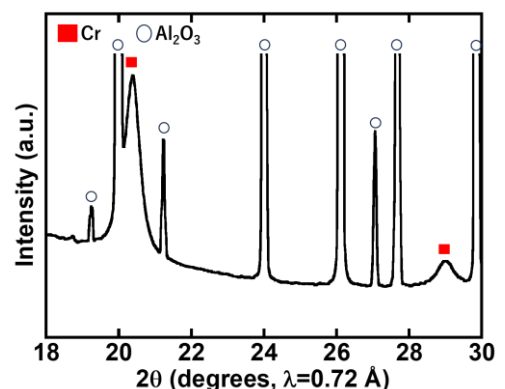


Fig. 出発試料の回折プロファイル

[参考文献]

- [1] Gregoryanz et al., Nature Materials 3 (2004) 294-297
- [2] Niwa et al., Phys. Rev. Mater. 3 (2019) 053601
- [3] Niwa et al., AIP Advances 12(5) (2022) 055318