

## 針状結晶 NbSe<sub>3</sub> のアニーリングによる層状化合物 NbSe<sub>2</sub> の合成

### Synthesis of needle-shaped NbSe<sub>2</sub> film by annealing of NbSe<sub>3</sub>

学習院大理, <sup>○</sup>(M2)伊藤 拓也, 坪田 雅功, 渡邊 匡人

Gakushuin Univ., Takuya Ito, Masakatsu Tsubota, Masahito Watanabe

E-mail: 19141002@gakushuin.ac.jp

#### 1. はじめに

層状化合物である NbSe<sub>2</sub> は、低温で電荷密度波(CDW)や超伝導になる特性を有する。その結晶構造は六方晶系であり、単層でも超伝導になることが近年示された<sup>1)</sup>。しかし、その転移温度は欠陥や面間の相互作用が大きく影響を及ぼすことが分かっており、化学気相堆積(CVD)法によって作製した高純度の単層 NbSe<sub>2</sub> で 1.0K、10 層で 4.56K とバルクの転移温度である 7.2K より下がっている。これまでに、針状 NbSe<sub>3</sub> からナノサイズの NbSe<sub>2</sub> を合成した場合に、転移温度が 7.0K とバルクとほぼ変化が無いことが報告されている<sup>2)</sup>。だが、合成した結晶に関する結晶構造や層間の相互作用に関しては報告が少なく、未解決の問題である。そこで本研究では、NbSe<sub>3</sub> からアニーリングによって合成した様々なサイズの結晶を観察し、NbSe<sub>3</sub> から NbSe<sub>2</sub> への構造変化を調べた。

#### 2. 実験方法

化学気相輸送(CVT)法を用いて針状 NbSe<sub>3</sub> 結晶を作製し、熱処理によって脱 Se 反応を起こす。NbSe<sub>3</sub> を石英ガラス管の一端に真空封入し、温度勾配のある電気炉内で反応させた。NbSe<sub>3</sub> を高温部に置き、加熱することによって Se を気化させ、低温側に Se を凝縮し集めた。反応温度は、NbSe<sub>3</sub> が合成される 630°C を基準にし、高温部が 600°C - 740°C の範囲で複数回実験を行った。反応温度を変化させても針状を保ったままであった。作製した結晶を X線回折装置(XRD)、走査型電子顕微鏡(SEM)や透過型電子顕微鏡(TEM)で観察・解析をし、結晶に電極を付けて電気伝導度の測定を行い、加熱前後での結晶の変化を比較した。

#### 3. 実験結果

加熱前後の針状結晶と CVT 法で作製した層状 NbSe<sub>2</sub> を、エネルギー分散型 X 線分析(EDX)によって比較した結果を Table.1 にまとめた。加熱後の原子数濃度比が 1:2 に変化していることから NbSe<sub>2</sub> になっていると考えられ、反応温度や太さによって EDX の比率が変化した。また、加熱前後の表面の変化を SEM で観察した結果を Fig.1(a)(b)、TEM で観察した結果を Fig.1(c)(d)に示す。SEM での観察では太さや長さには大きな違いは見られないが TEM で観察した(c)(d)を比較すると針状結晶の表面では新たに結晶が成長していることがわかる。発表では XRD から得たピーク値の変化、電子回折像の結果の比較や低温での電気伝導度の測定結果も合わせて針状 NbSe<sub>3</sub> 結晶の加熱前後の変化から、一次元的な NbSe<sub>2</sub> 結晶形成の可能性を議論する。

Table. 1, Atomic concentration ratio of Samples.

	Atomic concentration ratio Nb : Se
Before heating	1.000 : 2.927
After heating	1.000 : 1.992
NbSe <sub>2</sub> (standard)	1.000 : 1.943

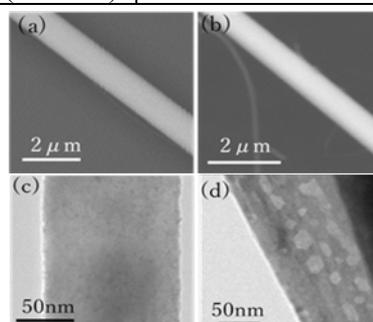


Fig. 1, SEM image of (a) before heating and (b) after heating NbSe<sub>2</sub>. TEM image of (c) before heating and (d) after heating NbSe<sub>2</sub>.

- (1) H. Wang et al, Nature Commun. 8, (2017) 394.
- (2) Y. S. Hor et al, Appl. Phys. Lett. 87, (2005) 142506.