



## 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 : Xe-N<sub>2</sub>系化合物の高圧その場観察

丹羽 健, 松崎 松崎 郁弥, 長谷川 正  
名古屋大学工学研究科

### 1. 背景と研究目的

希ガス (He, Ne, Ar, Xe など) は, その化学的安定性から化合物を形成しないと考えられ, 多くの場合, 冷媒や物質合成における不活性雰囲気ガスとして用いられてきた. 一方, 近年の超高压物質科学の発展により, 徐々にではあるが希ガス化合物に対しても興味深い研究結果が報告されてきた. そこで本研究では, 希ガス化合物の中でも技術的な問題点からほとんど進展がなかった Xe-N<sub>2</sub>系に着目し, 超高压技術と放射光を用いた実験を組み合わせることで新規 Xe-N 系化合物の創製を目指した. Xe は希ガスの中でも原子半径が大きく, 実は常圧下でも極低温でフッ素など酸化力が強い元素と反応して化合物を形成することが 1960 年代に報告されている. 一方, フッ素以外では電子を共有するような結合を有した化合物の報告はない. そこで我々は超高压力実験手法を用いて, フッ素や酸素より酸化力が弱い窒素との化合物の形成が可能か試みた. 圧力は物理的に原子間もしくは原子-分子間距離を縮めることができる. これにより新たな Xe と N の電子間相互作用が期待される. Xe は電子数も多いため, 高圧その場 XRD 測定で十分評価できる. また, N<sub>2</sub>分子の振動はラマン活性であるため分光学的アプローチも併用可能である. X 線回折測定以外にも複数の手法を組み合わせることで新規化合物の創製および評価に取り組んだので報告する.

### 2. 実験内容

実験にはダイヤモンドアンビルセルを用いた. 厚さ 250 μm の Re 板を 20 GPa まで仮圧ししたのち, 赤外パルスレーザーを用いて直径 150~200 μm の穴をあけ試料室とした. それをダイヤモンドアンビルセルにセットし, セル全体を液体窒素温度まで冷却した. セルが十分冷えたのを確認して, Xe ガスを吹き付け Xe の固体を試料室周辺に堆積させた. 一旦上下のアンビルを閉じて蓋をし, そのあと液体窒素の液面を上昇させてセル全体を液体窒素に完浴させ, セルを再び開けることで液体窒素を試料室に流し込み再度上下のアンビルを閉めた. これによって Xe と N<sub>2</sub>の両方を試料室に封入した. 充填後の圧力はおよそ 2 GPa 程度で, その後は室温下で圧力を変化させ光学顕微鏡やラマン散乱測定, BL2S1 における XRD 回折測定をおこない試料を評価した. 実験は約 70 GPa までおこなった.

### 3. 結果および考察

過去に Xe-N<sub>2</sub>系の研究結果が一例報告されている. しかしながら, 高圧下におけるラマン散乱測定のみでその詳細は全く明らかにされていない. 我々はラマン散乱測定に加え, XRD 測定もおこない, Xe-N<sub>2</sub>間で合成される物質を明らかにすることを試みた. その結果, 低圧では立方晶相が, 高圧では正方晶相の Xe-N<sub>2</sub>系化合物が合成されることがわかった. されらに 70 GPa までの高圧まで N<sub>2</sub>の振動モードが観測されたことから, 化合物中で窒素は N<sub>2</sub>分子として存在しており, Xe と N<sub>2</sub>のファンデルワールス化合物であることが強く示唆される結果であることがわかった. 現在構造の詳細およびその安定性について考察している.

### 4. 参考文献

1. N. Bartlett, *Proc. Chem. Soc.*, 1962, 112, 218.