



# 水素化ホウ素材料の X 線回折実験

富中 悟史

国立研究開発法人物質・材料研究機構

キーワード：水素化ホウ素、二次元物質、X 線回折

## 1. 背景と研究目的

ホウ素は金属と非金属の中間的な性質を有しており、その電子構造を起源とする多彩な構造を有する。周期表で隣接する炭素と比較し、ホウ素では電子不足な化合物を形成し易い。2017 年に我々は 2 次元の水素化ホウ素（ボロファン）の合成について報告しており[1]、その構造解析は X 線二体分布関数を用いて行った。その後、合成法の更なる改良により、純度の高い材料が得られたため、放射光を用いた二体分布関数の測定を SPring-8 で行ってきた。さらに 30°C 付近で物性の急激な転移が見られ、それが構造転移によるものかどうかの議論が重要であるため、本研究では放射光 X 線回折データの収集を目的として実験を行った。

## 2. 実験内容

リンデンマンガラスや石英キャピラリーに水素化ホウ素材料（粉末）を詰め、熱可塑性樹脂により封をしたサンプルを窒素雰囲気下のデシケーターに入れ、あいち SR に持ち込んだ。試料は測定治具に取り付ける直前に所定の長さに切断し、火による封止（リンデンマンガラス）、またはあいち SR のアルゴングローブボックス内でセメダインにより封止した（石英）。測定はあいち SR の BL5S2 にて、PILATUS100K 検出器と窒素吹付温度調節装置を用いて、X 線のエネルギーを 12.4 keV と 9 keV で行った。

## 3. 結果および考察

Fig. 1 は温度を変えて測定したボロファンの回折パターンである（キャピラリーのみで測定したバックグラウンドを除去済み）。シャープなピークはホウ酸に帰属できるピークであり、ボロファンは非晶質のブロードな挙動を示すのみであった。グローブボックス内でセメダインで封止したデータを Fig. 1 に示すが、火で封じたサンプルよりホウ酸のピークは小さい結果であった。温度の依存性はホウ酸由来の回折パターンの中で、ホウ酸の平面分子のスタック方向の d 値が温度とともに増減する結果であり、ボロファン由来の挙動はこの温度範囲では変化が見られなかった。さらに低角度の挙動を調べるために、9 keV でも実験を行ったが、特にピークは見られなかった。再現性も含め、ボロファンはこの温度範囲では、X 線回折で観測できる構造転移は示さないことが分かった。詳細は論文投稿中である。

なお水素雰囲気下や真空中での温度変化実験も試みたが、サンプルの位置だしに時間がかかり、ビームタイム中に終わらない可能性が高かったため、今回は再現を取ることを優先した。

## 4. 参考文献

1. Nishino, H.; Fujita, T.; Cuong, N. T.; Tominaka, S.; Miyauchi, M.; Iimura, S.; Hirata, A.; Umezawa, N.; Okada, S.; Nishibori, E.; Fujino, A.; Fujimori, T.; Ito, S.; Nakamura, J.; Hosono, H.; Kondo, T., J Am Chem Soc 2017, 139 (39), 13761-13769.

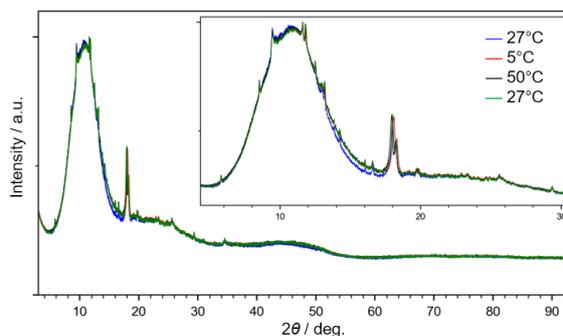


Fig.1 水素化ホウ素の X 線回折パターン (12.4 keV)