



AichiSR

# 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 ：希ガス化合物の超高圧合成

丹羽 健, 朝田 敢斗, 佐々木 拓也, 長谷川 正  
名古屋大学

キーワード：超高圧, ダイヤモンドアンビルセル, 希ガス

## 1. 背景と研究目的

希ガス (He, Ne, Ar, Xe など) は, その安定な電子配置から化合物を形成しないと考えられてきたが, 重元素である Xe などは Pt やフッ素と結合を有する化合物を形成することが報告されている[1]. また, 希ガスと他の分子性ガスをダイヤモンドアンビルセル (以下 DAC) に封入することで, 数 GPa の圧力領域でファンデルワールス化合物を合成する研究も報告されている. 我々は過去に Xe-N<sub>2</sub>系においてファンデルワールス化合物の合成に成功し, 高圧下における振る舞いを調べた[2]. Xe のような重元素は超高圧下の非常に圧縮された状態では電子軌道の重なりによる化学的な結合の変化が期待される. そこで本研究では, 希ガス化合物の物質科学開拓のため, 研究例の少ない Kr 系化合物の実験に取り組んでいる. Kr は大気中の存在比が Xe に次いで少なく, その化合物の合成報告は Kr-H<sub>2</sub>系の一例のみである[3]. 冷却固化した Kr とともに液体窒素を DAC に充填し, 加圧することによって Kr-N<sub>2</sub>系においてファンデルワールス化合物の合成を行った. その後あいち SR の BL2S1 にて充填された試料の回折パターンを測定した.

## 2. 実験内容

本研究では Kr と N<sub>2</sub> を DAC に充填するところから始めた. 実験室レベルで取り組むため, Kr ガスを低温で固化し充填する方法を用いた. 冷却のために液体窒素を使用して, それを Kr とともに充填して加圧することで試料を作成した. 技術的にクリアすべき課題を克服し, 光学顕微鏡およびラマン分光測定にて試料の充填が確認できた段階で BL2S1 で高圧下における粉末パターンを取得した.

## 3. 結果および考察

Kr-N<sub>2</sub>系の化合物を合成するためには, Kr と N<sub>2</sub> をともに試料室に充填する必要がある. 液体窒素の液面の高さや試料室の開け閉めの程度などを工夫することによって, Kr-rich な試料と N<sub>2</sub>-rich な試料を作成することができた. これらの試料に関して粉末回折実験を行ったところ, 前者については Kr の面心立方 (fcc) 構造で指数付けできる回折線を観測した. また, 過去の研究から fcc-Kr は圧力の増加とともに六方最密 (hcp) 構造への相転移が報告されており, この試料でも hcp に対応するピークが検出されており過去の結果と整合している. 後者のものに関しては圧力に応じた N<sub>2</sub> の構造で指数付けされる回折線が観測された. Kr-N<sub>2</sub>系の化合物については, 前者の試料にてラマン分光測定で約 4GPa 以上で新規ピークが観測されているので, 今後はより適切な量比で Kr と N<sub>2</sub> を DAC に充填することで十分な量の化合物を生成して, 粉末回折実験で観測する予定である.

## 4. 参考文献

1. N. Bartlett, Proc. Chem. Soc. 112 (1962) 218
2. K. Niwa, F. Matsuzaki and M. Hasegawa, Phys. Chem. Chem. Phys. 19 (2017) 59-63
3. A. K. Kleppe, M. Amboage and A. P. Jephcoat, Scientific Reports. 4 (2014) 0-5.