



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 ：超高压下における Kr-N₂系化合物の合成

丹羽 健, 朝田 敏斗, 佐々木 拓也, 長谷川 正
名古屋大学

キーワード：超高压, ダイアモンドアンビルセル, 貴ガス

1. 背景と研究目的

貴ガス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、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、貴ガスと他の分子性ガスをダイア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の合成も報告されている。しかし、現在までに報告された超高压下における貴ガス化合物の研究例は少なく、組成や結晶構造、相安定性に関する知見は乏しい。そこで本研究では、貴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-H₂系の一例のみである[2]。Kr-N₂系においては15GPaまでのラマン分光測定が行われているが、X線回折測定を用いた構造解析は行われておらず、新規化合物の合成の知見はない[3]。本研究では冷却固化したKrとともに液体窒素をDACに充填し、加圧することでKr-N₂系における化合物の合成を目指した。

2. 実験内容

DACへのKrとN₂の充填は、液体窒素でまずKrを固化させ先にDACに充填し、その後さらに液体窒素を試料室に流し込む方法でおこなった。充填した試料は光学顕微鏡およびラマン分光測定にて確認し、BL2S1で高圧下における粉末XRDパターンを取得した。

3. 結果および考察

DAC試料室へのKrおよびN₂の同時充填は非常に困難であったが、装置の改良や充填操作の最適化により、両方の試料をDACの試料室中に充填することができるようになった。過去の研究からKrは圧力の増加とともに面心立方(fcc)構造から六方最密(hcp)構造への相転移が起こることが報告されており、今回の試料に関して粉末X線回折実験を行ったところ、純粋なKrの測定結果と同様にfccとhcp構造の共存が見られた。しかし、N₂が有意に含まれていることがラマン散乱測定から明らかであったが、N₂として指標付けされる回折ピークは観測されなかった。しかし、格子体積の測定データを詳細に調べてみると、fccおよびhcp相の格子体積が純粋なKrより縮んでいることがわかった。これは超高压下でKrとN₂が固溶体を形成している可能性を示唆している。今後はさらに高い圧力での実験に加えて、レーザー加熱を利用して高温での実験を行うことで新規クリプトン化合物の合成と粉末X線回折測定をおこない、詳細を明らかにする予定である。

4. 参考文献

1. N. Bartlett, Proc. Chem. Soc. 112 (1962) 218
2. A. K. Kleppe, M. Amboage and A. P. Jephcoat, Scientific Reports. 4 (2014) 0–5
3. H. T. Lotz, & J. A. Schouten, Phys. Rev. B. 64, 184101 (2001)