



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 : 超高圧下における Kr-N₂ 系化合物の合成

AichiSR

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, 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圧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, そのあと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 として指数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. これは超高圧下で 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)