

# アンモニアボランの高温高压反応

## High-pressure/high-temperature reaction of ammonia borane

中野智志<sup>1,\*</sup>, 藤久裕司<sup>2</sup>, 山脇浩<sup>2</sup>, 後藤義人<sup>2</sup>, 亀卦川卓美<sup>3</sup>

<sup>1</sup> 物質・材料研究機構, 〒305-0044 つくば市並木 1-1

<sup>2</sup> 産業技術総合研究所物質計測標準研究部門, 〒305-8565 つくば市東 1-1-1

<sup>3</sup> 放射光科学研究施設, 〒305-0801 つくば市大穂 1-1

Satoshi Nakano<sup>1,\*</sup>, Hiroshi Fujihisa<sup>2</sup>, Hiroshi Yamawaki<sup>2</sup>, Yoshito Gotoh<sup>2</sup> and Takumi Kikegawa<sup>3</sup>

<sup>1</sup>National Institute for Materials Science (NIMS), 1-1 Namiki, Tsukuba, 305-0044, Japan

<sup>2</sup>National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), 1-1-1 Higashi, Tsukuba, 305-8565, Japan

<sup>3</sup>Photon Factory, 1-1 Oho, Tsukuba, 305-0801, Japan

### 1 はじめに

アンモニアボラン ( $\text{NH}_3\text{BH}_3$ ) は水素密度が高く大気中で比較的安定なことから、新規水素貯蔵材料として期待されている。この安定性は、隣接する  $\text{NH}_3\text{BH}_3$  分子が互いの水素原子間で二水素結合という特異な結合を有しているためと理解されているが、未だに不明な点が多い。

これまで私たちは、 $\text{NH}_3\text{BH}_3$  の構造に関する研究に取り組み、高温高压相図を明らかにする実験を行ってきた[1]。その中で、室温約 10 GPa で現れる 2 つ目の高压相(HP2)は  $P_2$  ( $Z=2$ ) 構造であることを実験的に明らかにし、さらに約 20 GPa でも圧力誘起相転移が起こることを示した。また、新たな高温高压相(HPHT2)の存在も示した。本研究は、高温高压下での構造変化を明らかにするために、さらに実験を重ねて詳細な相図を作成することを目的に行った。

### 2 実験

試料は  $\text{NH}_3\text{BH}_3$  粉末 (97%, Sigma-Aldrich) を用いた。これを 50 角型ないし Mao-Bell 型ダイヤモンド・アンビル・セル (DAC) に導入した。ガasketはレニウムを用い、圧力媒体は用いないか、必要に応じてヘリウムを用いた。圧力はルビー蛍光法で求め、温度測定は K-type 熱電対を用いた。

高压粉末 X 線回折実験は、KEK-PF BL-18C (20 keV) および AR-NE (30 keV) で行った。多くの実験では室温で昇圧後に昇温を行ったが、一部は昇温後に再度加圧して、30 GPa、300°C までの範囲で様々な圧力温度経路を通り、X 線回折パターンの変化を観察した。得られたパターンから Rietveld 解析などにより格子定数や結晶系などの構造情報を調べた。

### 3 結果および考察

昇圧ないし昇温で回折パターンに変化が現れた条件を、何らかの構造変化があったものとして温度圧力相図に示したのが図 1 である。図中、HPHT3、HPHT4 の領域で新たな回折パターンが得られた。

しかし、それらの構造はまだ明確ではなく、既報の高温高压相と関連した相か同じ相である可能性も残っている。これらの回折パターンを既報の HPHT [2] や HPHT2 [1] と比較して図 2 に示した。HPHT3 のみは急冷除圧で常温常圧下に回収され、相転移以外の何らかの反応が分子間で起こったものと考えられる。

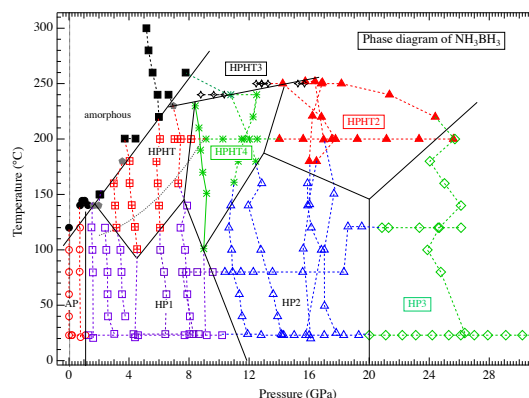


図 1 : 得られた  $\text{NH}_3\text{BH}_3$  の高温高压相図。

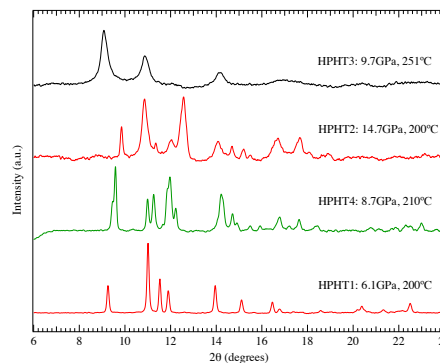


図 2 : 高温高压相の回折パターンの比較。

### 参考文献

- [1] Photon Factory Activity Report 2014 #32 B323 (2015).  
[2] J. Nylén, et al., J. Chem. Phys. 139, 054507 (2013).

\* nakano.satoshi@nims.go.jp