



蛍石型超格子を有する M3-type ムラタイトの結晶構造解析

牧 涼介¹、鈴木 義和^{1,2}

¹筑波大学 数理物質科学研究科 物性・分子工学専攻

²筑波大学 数理物質系 物質工学域

1. 背景と研究目的

最近、我々の研究グループにおいて結晶性の高い $3\times 3\times 3$ 蛍石型超格子構造を有する酸化物系無機物質(ムラタイト)の作製に成功した¹。本材料はこれまでに報告されたムラタイト関連物質とは異なる化学組成により合成された物質である。様々な価数変動を伴う遷移金属である Mn を含んでおらず、従来よりも少ない 5 種の金属イオンしか含有していないため構造解析の簡易化が期待される。そこで単結晶 X 線回折手法を用いることでその詳細な結晶構造解析を試みた。本研究から得られる知見は関連構造における今後の結晶構造解析を大いに助けるものであり、本物質の普及に向けて重要な成果となり得る。

2. 実験内容

本提案で取り扱う材料は Ca-Ti-Zr-Al-Fe 系酸化物であり、TEM 観察により 3 次元的な $3\times 3\times 3$ 蛍石型超格子構造($a=14.6\text{ \AA}$ (立方晶))を有することは事前に確認している。本試料をサブミクロンスケールに粉碎した後、顕微鏡などを用いることで単結晶と思わしき試料片を採取して外径 $300\text{ }\mu\text{m}$ のリンデマンガラスキャピラリーの先端に接着剤を用いて接着した。あいちシンクロトロン of the beam line BL2S1 にて、Wave length 0.75 \AA で測定を行った。測定条件はそれぞれ、OSC. Width $1.0\text{-}5.0^\circ$ 、Exposure time 0.5 s 、Max resolution 0.7471 \AA とした。

3. 結果および考察

Fig. 1 に実際に撮影した試料の回折パターンを示す。試料はガラスキャピラリーの先端に正しくセットされており、測定中に試料が放射光 X 線のビームから外れることはなく、また X 線放射による結晶崩壊も起こらなかったことから無事に測定は完了したといえる。得られた回折斑点はきれいな円形の形状を示しており、結晶性の良い試料が得られているものと考えられる。

しかしながら、多結晶性において見られる連続した回折リングは見られなかったものの、いくつかの回折斑点が円環状に配列した様子が観察された。このことから本試料は完全な単結晶試料ではなく、いくつかの単結晶片が重なり合っていることが窺えた。持参した複数の試料で測定を行い、いずれにおいても同様の円環状に並んだ回折点を確認されたことから、信頼度の高い構造解析に向けて本結晶試料のさらなる単結晶育成が必要と考えられる。

4. 参考文献

1. R. S. S. Maki, P. E. D. Morgan and Y. Suzuki, "Synthesis and Characterization of a Simpler Mn-free, Fe-rich M3-type Murataite," *J. Alloys Compd.*, **698** [25] 99-102 (2017).

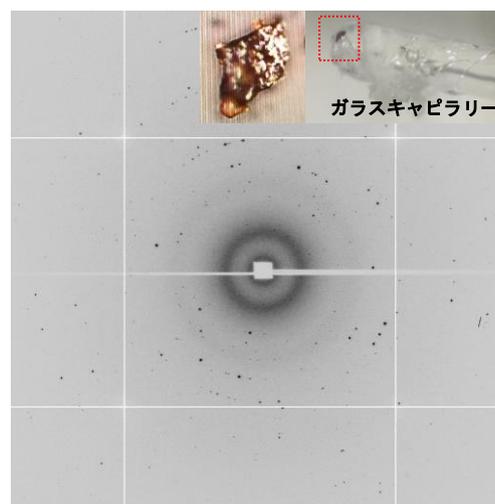


Fig.1 OSC. Width 5.0° における試料からの回折斑点。測定に用いた試料の一例を図中に示す。