実験番号：201706084（1 シフト）

BL5S2

層状化合物ナノ材料の粉末 X 線回折実験

冨中　悟史
国立研究開発法人物質・材料研究機構 国際ナノアーキテクトニクス研究拠点

キーワード：構造解析、層状化合物、配位高分子

1. 背景と研究目的

層状化合物は共有結合やイオン結合で形成された 2 次元の分子ネットワークと解釈することができ、その積層物質は層間の水素結合やファンデルワールス力などに基づき結びついた構造体である。本研究では、外場に応答した構造変化に着目を行っており、特に弱い力で結合した層間の構造変化と、その変化が 2 次元の分子ネットワークにもたらす歪みに着目し研究を行っている。

2. 実験内容

配位高分子は酸化物などと比較すると柔軟な分子ネットワークを形成し、僅かな外場の変化に対しても構造変化を起こすことが知られている[1]。そこでシアノ錯体ネットワークに着目し、$Mn[Ni(CN)_4]$の配位高分子を 2 次元分子ネットワークとして有する結晶を合成し、その湿度応答性に着目し研究を行ってきた。本実験では、25℃で相対湿度を制御した雰囲気に合成した結晶を晒し、そのままリンデマンガラスのキャピラリーに封入した。AichiSR の BL5S2 でピラタス検出器に回折データの収集を行った。波長は LaB_6 の回折データもとに 0.9996 Å と決定した。

3. 結果および考察

Fig.1 に示すように相対湿度を変えることによって結晶構造が変化した。乾燥によって異なる結晶構造に変化することが明確に示された。RH0%と比較すると RH40%や 80%は多少のピーク強度比の変化はみられるが、同じ構造であると考えられる。さらに RH100%に上げたときには、水溶液から合成し RH100%に保持した試料のデータと同様の回折パターンが得られ、この構造変化は可逆的であると分かった。詳細はリートベルト解析解析によって、今後解明するつもりである。

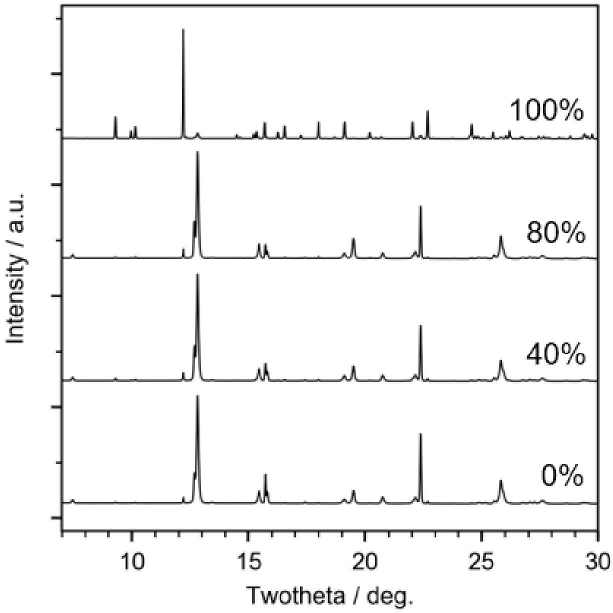

Fig.1　$Mn[Ni(CN)_4]$配位高分子を含む結晶の粉末 X 線回折データ。試料は異なる湿度でキャピラリーに封入した。

4. 参考文献

1. Tominaka, S.; Coudert, F. X.; Dao, T. D.; Nagao, T.; Cheetham, A. K., Insulator-to-Proton-Conductor Transition in a Dense Metal-Organic Framework. *J Am Chem Soc* **2015,** *137* (20), 6428-6431.