



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 ：マルチグレイン試料の単結晶解析に向けた予備実験

丹羽 健，一戸 藍，佐々木 拓也，長谷川 正
名古屋大学大学院工学研究科

キーワード：超高圧高温合成，ダイヤモンドアンビルセル，単結晶

1. 背景と研究目的

高圧力環境では，大気圧下では合成できない新物質が合成される．高温高圧合成の中でもダイヤモンドアンビルセル（Diamond-Anvil Cell : DAC）が用いた方法がある．ダイヤモンドは X 線を透過させるため，合成した試料を高圧その場 X 線回折測定により，直接構造解析できるという利点がある．しかし，高圧高温下での合成では結晶粒が成長し，2 次元検出器を用いた粉末 X 線回折実験では，非常に強い回折スポットがランダムに記録され，1 次元化した際の XRD プロファイルの強度関係は配向の影響を強く受ける．また，2 次元検出器の空間的な制約のため小さな d 値まで精度よく検出することが難しい．つまり，粉末回折パターンでは詳細な結晶構造解析には限界がある．そうしたなかで近年，単結晶構造解析を応用した，マルチグレインからシングルドメイン由来の回折スポットを DAC を回転させながら追跡・解析し，構造を明らかにするマルチグレイン・単結晶構造解析が精力的に行われている．複数相かつ多粒子系でも，目的の物質について結晶構造解析を行うことができる非常に強力なツールである．本実験では，高圧合成した新規物質の結晶構造解析の前段階として，既知の試料を用いた常圧常温における測定および解析を行い，実際の測定に向けて様々な情報を収集した．

2. 実験内容

標準試料として Al_2O_3 を使用した．数 mm 角の Al_2O_3 単結晶基板を軽く粉砕して， $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下の欠片をポリイミド製キャピラリーの先端に固定した．その後室温下で BL2S1 にて回折実験を行った．波長は $0.72\text{ }\text{\AA}$ ， $\omega=0\sim 180^\circ$ の範囲を 0.5° 刻みで試料を回転させながら回折パターンを取得した．得られた回折データは CrysAlis^{Pro} および Olex2 を用いて解析した．

3. 結果および考察

Fig. 1 は取得した回折パターンのうちの一枚である．得られた回折スポットは， Al_2O_3 の結晶構造および格子定数に基づき指数付けすることができた．単結晶だと思っていたが，2 つの粒子を想定することで，測定で得られたほぼすべての回折スポットを指数付けすることができた．無機結晶はタンパク質や有機結晶に比べて回折点の数が少ない．正確な構造解析のためには，より多くの回折点の情報が必要となる．たとえば，異なる回転軸で回転させながら測定することで，より多くの回折スポットを得ることができると考えられる．今回の実験では，既知の物質についての条件確認を優先した．波長がそれほど短いわけではなく，また実際の高圧その場測定では DAC により反射がさえぎられる領域もあるため，測定および解析は容易ではない．今後は実験対象を選定し進めていく予定である．

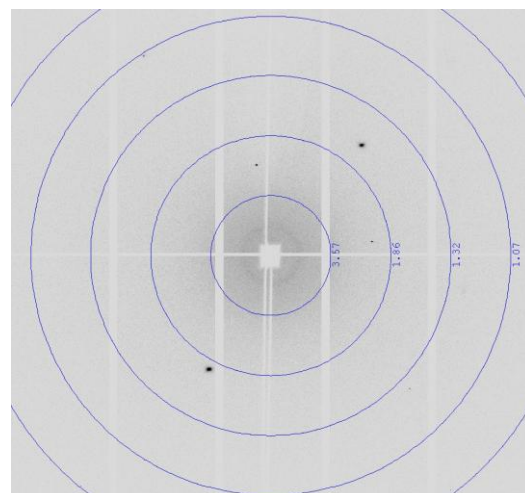


Fig. 1 得られた回折パターンの一部