

Kalicynite 高压相の単結晶 X 線構造解析

Single crystal X-ray structure analysis of high pressure phase of Kalicynite

小松 一生[1]; 鍵 裕之[2]; 永井 隆哉[3]; 栗林 貴弘[4]; Parise John B.[5]; 工藤 康弘[1]

Kazuki Komatsu[1]; Hiroyuki Kagi[2]; Takaya Nagai[3]; Takahiro Kuribayashi[4]; John B. Parise[5]; Yasuhiro Kudoh[1]

[1] 東北大・理; [2] 東大院・理・地殻化学; [3] 北大院・理・地球惑星; [4] 東北大・院・理; [5] ニューヨーク州立大

[1] Tohoku Univ; [2] Lab. Earthquake Chem., Grad. School Sci. Univ. Tokyo; [3] Earth and Planetary Sciences, Hokkaido Univ.; [4] Tohoku Univ.; [5] State Univ. of New York

溶液から徐々に蒸発させて得られた Kalicynite (KHC03)単結晶をダイヤモンドアンビル高圧セルを用いて加圧し、得られた高圧相の X 線回折実験を行った。高圧発生には改良 Merrille-Bassett 型ダイヤモンドアンビルセル、圧力媒体にはメタノール・エタノール 4:1 混合液、ガスケットには SUS301 を用いた。試料由来以外の散乱をできるだけ抑えるために、圧力測定のための ruby 片は封入しなかった。そのため、圧媒体であるメタノール・エタノール 4:1 混合液のラマンスペクトルを測定し、Wang et al. (2004)によって得られている CC 伸縮振動の圧力に対する変化の関係をj用いて圧力を推定した。本研究では、CC 伸縮振動が 899cm^{-1} に見られることから発生圧力は約 4.6GPa と推定された。回転対陰極 (MoK 線, 50kV , 80mA) およびイメージングプレート X 線回折装置 (Rigaku, R-axis IV++)を用いて、イメージングプレート上に撮影されたスポットを逆空間上に投影した結果、観察されたスポットは単斜晶系と三斜晶系の 2 相によって指数付けが可能であった。これらの 2 相は、これまで報告のある KHC03 の 3 つの多形 (phase I-III) とは異なりそれぞれ独立の相であるため、単斜晶系の相を phase IV, 三斜晶系の相を phase V と呼ぶことを提案し、本研究では以上の名称を用いる。次に高エネルギー加速器研究機構フォトンファクトリー BL-10A に設置されている垂直型四軸自動回折計を用いて、phase IV の格子定数の精密化および回折強度の測定を行った。直接法によって初期位相を決定し、水素原子を除いた原子位置および等方性原子変位パラメータを最小 2 乗法によって決定した結果、R 因子は 10.0% となった。phase IV は常圧相である phase I や II と同様、2 つの C03 分子がほぼ同一面内上に位置しており、それらが反位相で秩序化した構造となっている。