

ロシア・カムチャッカ半島 Mutnovsky 火山産硫塩鉱物の単結晶 X 線回折実験 X-ray single crystal experiment of a sulfosalt mineral from Mutnovsky volcano, Russia

門馬綱一^{1,*}, 宮脇律郎¹, 栗林貴弘², 長瀬敏郎³

¹ 国立科学博物館, 〒305-0005 つくば市天久保 4-1-1

² 東北大学大学院理学研究科, 〒980-8578 仙台市青葉区荒巻字青葉

³ 東北大学総合学術博物館, 〒980-8578 仙台市青葉区荒巻字青葉

Koichi Momma^{1,*}, Ritsuro Miyawaki¹, Takahiro Kuribayashi², and Toshiro Nagase³

¹National Museum of Nature and Science, 4-1-1 Amakubo, Tsukuba 305-0005, Japan

²Tohoku University, Sendai 980-8578, Japan

³The Tohoku University Museum, Sendai 980-8578, Japan

1 はじめに

鉛-ビスマスなどの硫塩鉱物には非常に多様な結晶相があり、同一組成でも周期が異なるポリタイプや、僅かな組成差で結晶構造が異なる相などが存在する。また、非常に長周期の構造が存在することや、類似した基本構造を持つ相が複数あって、粉末回折データでの区別は困難である。今回、そのような硫塩鉱物の中で稀産鉱物が入手できたので、単結晶 X 線回折実験による検討を行った。

2 実験

試料はロシア・カムチャッカ半島, Mutnovsky 火山の噴気口から採取された鉛-ビスマスを主成分とする硫塩鉱物である。定性分析は SEM-EDS (JEOL JSM-6610, Oxford X-Max)、粉末 X 線回折は実験室系ガンドルフィーカメラ (CuK α , Ni フィルター使用)、単結晶 X 線回折は実験室系装置 (Rigaku R-AXIS RAPID with VariMax) と BL10A の四軸自動回折計を用いた。表 1 に単結晶データの測定条件を示す。

3 結果および考察

定性分析では (Cd_{0.71}Pb_{0.45}) Σ _{1.16}Bi_{1.91}(S_{3.69}Se_{0.24}) Σ _{3.93} なる実験式が得られた。ガンドルフィーカメラを用いた X 線粉末回折データは kudriavite [1] と比較的良い一致が見られ、単結晶 X 線回折でも整合的な格子定数が得られた。また、charge flipping 法により構造モデルを導出した結果、kudriavite の結晶構造[2] と同等の初期構造モデルが得られた。しかし、データの精度が極めて悪いため、現段階では構造モデルの精密化は十分な精度では行っていない。

4 まとめ

今回分析した試料は定性分析および X 線回折実験の結果、kudriavite と一致することが確認されたが、共生鉱物の中には異なる化学組成を持つ硫塩鉱物があることから、引き続きそれらの同定を行っていく予定である。

謝辞

本実験に用いた試料は北風嵐博士より恵与頂いた。ここに感謝致します。

表 1 単結晶 X 線回折実験の概要

Temperature	293(2) K
Radiation	0.7 Å, CuK α
Empirical Formula	(Cd _{0.71} Pb _{0.45}) Σ _{1.16} Bi _{1.91} (S _{3.69} Se _{0.24}) Σ _{3.93}
Crystal size	0.090 x 0.020 x 0.010 mm
Space Group	C2/m (#12)
Unit cell dimensions	a = 13.178 (2) Å b = 4.0163 (6) Å c = 14.874 (17) Å β = 116.903 (7) Å
Volume	V = 702.04(17) Å ³
Z	4
D _{calc}	6.71 g/cm ³
F000	1186
Absorption coefficient <i>m</i>	62.748 mm ⁻¹
Max. and min. trans. factor	0.803 - 0.414
Diffractometer	R-AXIS RAPID
2 θ max	60°
No. of Reflections Measured	4100
Independent reflections	1148 (<i>R</i> _{int} = 0.0982)
Corrections	Lorentz-polarization, Absorption
Structure Solution	Charge flipping method
Refinement	SHELX97 [3]
No. Variables	45
Reflection/Parameter Ratio	25.5
Residuals: <i>R</i> 1 [<i>I</i> > 2.00 σ (<i>I</i>)]	0.1749
Residuals: <i>R</i> (All)	0.1800
Residuals: <i>wR</i> 2 (All)	0.4743
Goodness of Fit Indicator: <i>S</i>	3.336
Largest diff. peak and hole	17.27 e/Å ³ and -16.62 e/Å ³

参考文献

- [1] I. V. Chaplygin et al. *The Canadian Mineralogist*, **43**, 695-701 (2005).
[2] T. Balic-zunic and E. Makovicky *The Canadian Mineralogist*, **45**, 437-443 (2007).

* k-momma@kahaku.go.jp