

有機化合物を対象とした構造解析用圧力セルの開発 Development of Pressure-cell for Structure Analysis of Organic Compounds

小林賢介^{1*}, 熊井玲児^{1,2,3}, 村上洋一¹

¹KEK 物構研構造物性研究センター、〒305-0801 つくば市大穂 1-1

²産業技術総合研究所、〒305-0801 つくば市大穂 1-1

³科学技術振興機構 CREST、〒102-0076 東京都千代田区五番町 7

1 はじめに

圧力によって物性に歪調を与え、新奇物性の探索及び物性発現機構の解明を行う研究手法は、有機・無機を問わず様々な物質に対して行われている。特に有機分子から構成される有機化合物の場合、比較的低下圧力(~1 GPa)によって劇的な物性の変化を示す物質も存在する[1]。圧力印加による効果は、基本的に格子定数の圧縮であるので、物性歪調の起源を解明するには、結晶構造の変化を調べることが重要となる。しかし、有機化合物のように単位胞内の原子数が多い物質の場合、圧力下の結晶構造を調べることは容易ではない。そこで我々は、有機物における構造物性研究を推進するため、高輝度な放射光 X 線と大型 IP を生かした単結晶構造解析用圧力セルの開発を行った。

2 実験

単結晶構造解析用圧力セルとしては、過去に長谷川らによって報告されたものが存在する[2]。Be をシリンダー材料として用いたこのセルは、低温で 1.5 GPa まで加圧できるが、Be 由来のデバイリングが存在するため単位胞内の全ての原子の座標を決定するフル構造解析の精度向上の妨げとなっていた。今回、このセルをベースとして、シリンダー材料を PBI へ変更したセルを用いてタウリン単結晶の構造解析を 18 keV の X 線を用いて室温で行った。試料は圧力媒体 Daphne7373 で満たしたテフロンカプセル内に封入し、印加圧力は試料室内に封入した NaCl の格子定数より決定した。

3 結果および考察

新たに開発した PBI セルと従来の Be セルの IP 写真を図 1 に示す。PBI セルでは従来セルに存在した明確なデバイリングは存在せず、常圧下と同様の手法で解析が可能であった。構造解析の結果、R 値は 0.024 となり、Be セルの 0.043 から大幅に向上した。解析精度の向上は、バックグラウンドがなだらかになった事で、測定可能な反射点数の増加と積分強度の見積りが正確になった事が原因と考えられる。PBI セルを用いた場合、低角に比較的高いバックグラウンドが存在するが、高角では Be セルとほぼ同じ程度にまで低下しており、有機結晶で重要となる高角反射を充分測定可能であることが分かった。

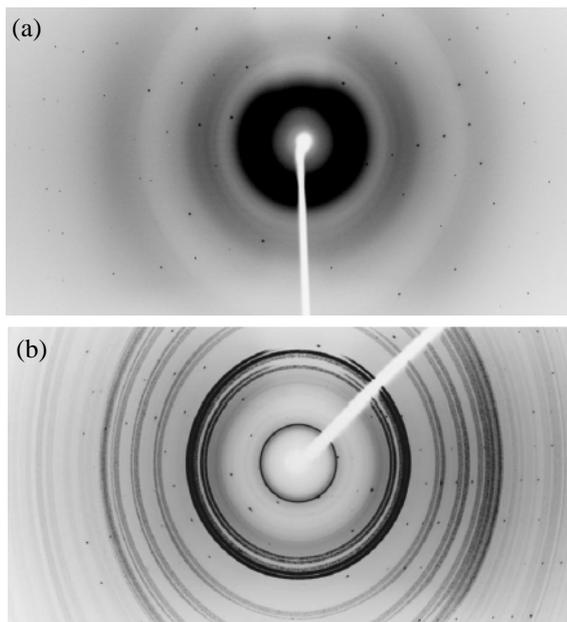


図 1 : 0.4 GPa 下におけるタウリン単結晶の IP 写真。
(a)PBIセル. (b)Beセル.

4 まとめ

高圧下での構造解析には DAC がよく用いられているが、単位胞内の原子数が多い有機化合物の場合は、高角まで測定可能($2\theta_{MAX} \sim 120^\circ$)なピストンシリンダー型圧力セルでなければ単結晶構造解析は困難である。今回新たに開発した圧力セルは、今後有機化合物における圧力誘起相転移の構造物性研究を推進する上で非常に強力なツールとなる事が期待される。

参考文献

- [1] K. Murata *et al.*, J. Phys. Soc. Jpn. **75** (2006) 051015.
[2] T. Hasegawa *et al.*, Rev. Sci. Instrum. **76** (2005) 073903.

* kensuke.kobayashi@kek.jp