

BL02B1 結晶構造解析

BL02B1は、結晶構造解析と構造相転移の研究のために設計されたビームラインである。この広範な領域をカバーするために様々なアクセサリが用意されている。現在は安定した利用フェーズに入っており、この1年の間に大きな仕様変更は行われていない。今回はビームラインの現状について報告する。

4軸回折計を用いた結晶構造解析では、短い2アームとマックスサイエンス社のMXCという4軸制御ソフトとが利用される。この組み合わせにより、ブラッグ点強度の収集を比較的高速に行うことが可能となっている。また、独自にインストールした4軸制御ソフトにより、逆格子空間を自由にスキャンすることもできる。これは散漫散乱や特定のブラッグ点のプロファイルを観測するのに適している。これら逆格子空間のスキャンには、アナライザ結晶やSSDが搭載可能な長い2アームが用いられる。このアナライザは、蛍光などのバックグラウンドの低減に用いられるのみならず、角度分解能の向上にも有効である。また、偏光解析用のアナライザもあり、偏光解析も可能となっている。

試料まわりのアクセサリには、1400まで到達可能な電気炉、10Kまで冷却可能な大型冷凍機、構造解析用の15Kまで冷却可能な冷凍機、高圧用にダイヤモンド・アンビル・セルが用意されている。また、さまざまなニーズに対応す

るために、粉末試料測定用に回転平板試料台と回転ガラスキャピラリー台及び長尺ソーラスリットも用意されている。また、ソーラスリットと層線スリットを組み合わせるワイセンベルクカメラも用意されており、Imaging Plate(IP)による2次元でのデータ収集も可能となっている。

実験ハッチ内には、低バックグラウンド真空カメラが4軸回折計後方にタンデムに設置してある。真空環境下に振動写真カメラとIP読みとり装置を収めることにより、超低バックグラウンドな回折強度測定が可能となっている。また、この装置には試料冷却機構が付いており、最低到達温度20Kまでの低温環境下で測定が可能となっている。このカメラの2半径は75mm、IPの最小画素サイズは100 μ m X 100 μ mである。IPの測定データはipf形式で出力され、解析用に画像処理ソフトDENZOが用意されている。

2001年度は、光学系にSi(111)、Si(311)とSi(511)のサジタル結晶が導入され、サジタルフォーカス可能なエネルギー領域が拡大した。また、4軸制御ソフトに電動四象限スリットの制御コマンドが追加された。2002年度には、4軸制御ソフトのSPECへの移行が予定されている。

利用研究促進部門
構造物性グループ・動的構造チーム
池田 直・大隅 寛之

Table 1 Experimental Setup Summary

| Experimental Conditions | Low-temperature Experiment with Large refrigerator (T > 8 K) | Low-temperature Experiment with Small refrigerator (T > 10K) | Room Temperature | High-temperature Experiment with Vacuum Furnace (T < 1000K) |
|--|--|--|--|--|
| Bragg Points Collection | | 6 + 1-circle diffractometer with short 2 arm and MXC software Vacuum Camera (T > 20K) | 6 + 1-circle diffractometer with short 2 arm and MXC software Vacuum Camera | 6 + 1-circle diffractometer with short 2 arm and MXC software |
| Reciprocal Space Observation | Weissenberg Camera | Weissenberg Camera Vacuum Camera (T > 20K) | Weissenberg Camera Vacuum Camera | |
| Diffuse Scattering and mapping Measurement | 6 + 1-circle diffractometer with long 2 arm and '4-circle commands' software (DAC available) | 6 + 1-circle diffractometer with long 2 arm and '4-circle commands' software | 6 + 1-circle diffractometer with long 2 arm and '4-circle commands' software (DAC available) | 6 + 1-circle diffractometer with long 2 arm and '4-circle commands' software |
| Powder Diffraction | 6 + 1-circle diffractometer with long 2 arm and analyzer | | 6 + 1-circle diffractometer with long 2 arm and analyzer | 6 + 1-circle diffractometer with long 2 arm and analyzer t |