

### 3-3 ビームライン実験ステーション

#### 3-3-1 共用ビームライン 構造物性 I 研究分野

#### BL02B 1 単結晶構造解析

##### 1. 概要

本ビームラインは、結晶構造解析と構造相転移の研究のために建設され、2006年で供用開始9年目を迎えた。実験ハッチには多軸回折計と低温真空X線カメラ（持ち込み装置）が設置され、単結晶構造解析を主軸にした物質構造科学研究が展開されている。本年度から第2期パワーユーザー課題（代表者小澤／兵庫県立大学）と長期利用課題（代表者寺崎／早稲田大学）がスタートした。一般利用研究課題では、単結晶構造解析が約5割、他に構造相転移の研究、応力ひずみ測定などが実施され、SPring-8戦略活用プログラムによる利用もあった。本年度、BL02B1は各機器ともに大きなトラブルはなく順調に共同利用実験が行われた。

##### 2. 多軸回折計

多軸回折計は、単結晶構造解析を主眼において整備されてきたが、スループットのよい低温真空X線カメラに利用が集中し、当初目的としていた単結晶構造解析に利用されることは稀となった。一方、単結晶構造解析を目的としない構造相転移の研究や応力ひずみ測定では例外なく多軸回折計が利用され、汎用装置として多用されているのが実情である。このような利用形態の動向に応じて、多軸回折計のパルスモータコントローラ及びドライバ並びに制御ソフトウェアを、単結晶構造解析に特化したものから汎用なシステムへと更新を完了し、新しいシステムでの運用を開始した。その結果、ユーザー持ち込み装置を多軸回折計と連動させることが容易になり、多様な測定を実現できるようになった。

多軸回折計で利用するX線は、5keVから72keVの広いエネルギーレンジに及ぶ。そこで、頻繁に行われる波高分析器の設定変更を簡便にすることを目的に、リニアゲートストレッチャーを新規導入した。これによりマルチチャンネルアナライザ上で波高分析器の窓設定を視認することが可能となり、設定作業時間の短縮が図られた。

現在実施されている長期利用課題は、有機伝導体に於ける巨大非線形効果と電荷秩序の局所構造との関係を時間・空間分解X線回折実験により明らかにすることを目指している。この長期利用研究に対する研究支援の一つとして、PILATUSの利用環境の提供を行った（図1参照）。PILATUSは、フォトンカウンティング型ピクセル検出器であり、低雑音で速い繰返し測定が可能なることを特徴とする。これにより

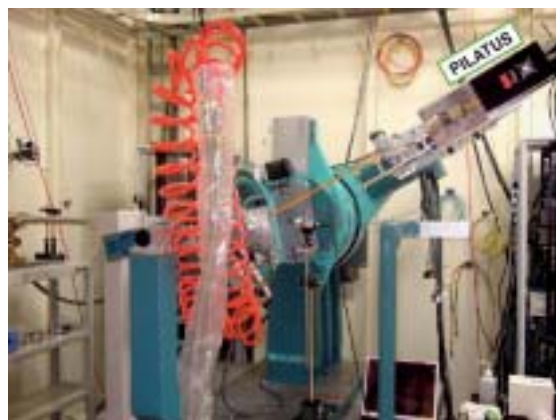


図1 多軸回折計に搭載したPILATUS検出器

電流通電下の格子変形をミリ秒単位で測定することが可能になり、その電流依存性、温度依存性、ダイナミクスの研究の進展につながった。

##### 3. 低温真空X線カメラ

低温真空X線カメラは、通常の単結晶構造解析法では極めて困難と考えられる光励起分子及び光誘起現象の構造研究を目的として、兵庫県立大学の鳥海教授研究グループが持ち込んでいる装置である。この装置は一般共同利用ユーザーにも開放されており、パワーユーザーの支援の下で、単結晶構造解析を行うことが可能になっている。本年度は、計6課題がパワーユーザーの支援の下に低温真空X線カメラを利用して実施された。

単結晶構造解析では多数の振動写真を撮影するため、各々の振動写真イメージを確認するだけで測定全体の成否を判断することは難しい。そのため課題実施中に実際に結晶構造を解いてデータセットに問題がないことを確認する必要がある。これまではパワーユーザーが支援の一環としてこの作業にあってきたが、構造解析用プログラムCrystalStructureを新規導入しユーザー自らが確認できる環境を整えた。これによりパワーユーザーの負担が軽減されると期待される。

本年度なされた装置の高度化としては、岡山大学の野上グループの取り組みにより、低温真空X線カメラの最低到達温度が大幅に改善した点が特筆される。通常利用しているヘリウム循環型冷凍機のコールドヘッドでは20Kまでしか到達しないが、野上グループは液体ヘリウムクライオスタットを

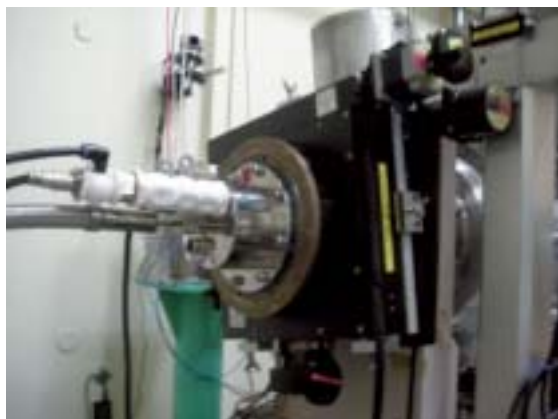


図2 低温真空X線カメラに装着した液体ヘリウムクライオスタット  
コールドヘッドに利用して5.8Kを達成した(図2参照)。これにより従来到達できなかった低温での構造解析が可能となり、研究対象となる現象や物質群が格段に拡大した。ただし、本カメラは、有償の大掛かりなメンテナンスを毎年必要とし、真空という試料回りの制限がスループットを下げている。今後の課題である。

#### 4. X線集光光学系

ビームライン整備として、サジタル集光光学系の高度化が進められている。焦点距離が調節できるサジタル集光方式は、実験装置がタンデムに配置される当ビームラインに最適の方式であり、将来も利用され続ける重要な技術要素である。2000年よりリブ結晶によるサジタル集光光学系を利用してきたが、微小単結晶の精密構造解析を目指すパワーユーザーからさらなる高輝度化の要望があり、昨年度よりアンリブ結晶によるサジタル集光光学系の導入に着手した。これまでにSi311アンリブ結晶でのサジタル集光を成功させており、今後1年以内にSi111アンリブ結晶でのサジタル集光を達成する見通しである。これによる効果としては、輝度の向上だけでなく、ビーム強度のムラの解消も期待されている。

利用研究促進部門

構造物性Iグループ 動的構造チーム

大隅 寛幸