

BL02B1 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、2007年で供用開始10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。中間年度を迎えた長期利用課題（代表者寺崎／早稲田大学）では、新たな成果がいくつか発表されており今後の進展が期待される。本年度は、一般利用の22課題と重点産業利用の1課題が実施され、その内の10課題がパワーユーザー（兵庫県立大学グループ）による支援を受けた。ビームラインの機器に大きなトラブルはなかったが、低温真空X線カメラの不具合により2007A期の一部課題で実施日の変更があった。

以下では、本年度、予算措置のあった単結晶構造解析装置の高度化に関して報告する。

2. 単結晶構造解析装置の高度化

結晶構造は、物質科学において極めて基本的かつ重要な情報である。そして、SPring-8の高エネルギー特性・高輝度特性・パルス特性は、単なる結晶構造解析だけでなく、極限条件下の構造研究あるいは構造ダイナミクスの研究に有用であることが認識されてきている。粉末結晶を用いたそれらの研究の順調な立ち上がりとは対照的に、単結晶を用いたそれらの研究は立ち遅れてしまっている。そこで単結晶構造解析装置を電子密度レベルでの精密構造研究が可能な装置へと高度化することが計画された。

単結晶の電子密度解析を実現するためには、広いダイナミックレンジの回折強度を高い精度で測定し且つ高いcompletenessを達成する必要がある。ところが、現在ビームラインに設置されている低温真空X線カメラは、光励起構造解析に主眼をおいた装置のため、S/N比に優れるものの電子密度解析に必要なcompletenessを達成する設計にはなっていない。そのため目的達成には基本設計から見

直した新しい装置の導入が不可避である。新規装置の仕様策定に際しては、現在の研究アクティビティの継続性、将来のサイエンスの多様性、導入後5年程度では陳腐化しない先進性に注意を払った。

検出器には高感度で広いダイナミックレンジを持ち定量性にも優れたイメージングプレートを採用した。表1に湾曲イメージングプレート検出器の諸元を、図1に新しい単結晶構造解析装置の概念図を示す。将来、さまざまな外場を導入することを想定し、カメラ半径を大きくし試料周りの自由度を高くすることで装置に汎用性を持たせた設計になっている。我々の使用目的においてはイメージングプレートの先進性が依然高いが、今後代替技術の登場には柔軟に対応していく。単結晶の電子密度解析に必要な高いcompletenessを達成するために、 $\chi/4$ ゴニオメータとガス吹き付け装置の組み合わせを基本構成として採用した。一方で、大型アクセサリが搭載可能な1軸ゴニオメータを

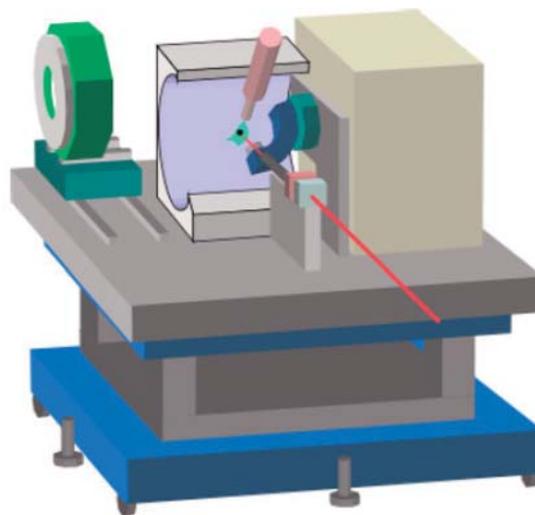


図1 新単結晶構造解析装置概念図

表1 湾曲イメージングプレート諸元比較表

	低温真空X線カメラ	新装置
IPサイズ	200mm×334.5mm	350mm×683mm
ピクセルサイズ	100 μ m×100 μ m	100 μ m×100 μ m
カメラ半径	79.5mm	191.3mm
2 θ 方向分解能	0.072°/pixel	0.030°/pixel
2 θ 方向範囲	-93°～+148°	-60°～+145°
水平方向範囲	±51.5°	±42.5°

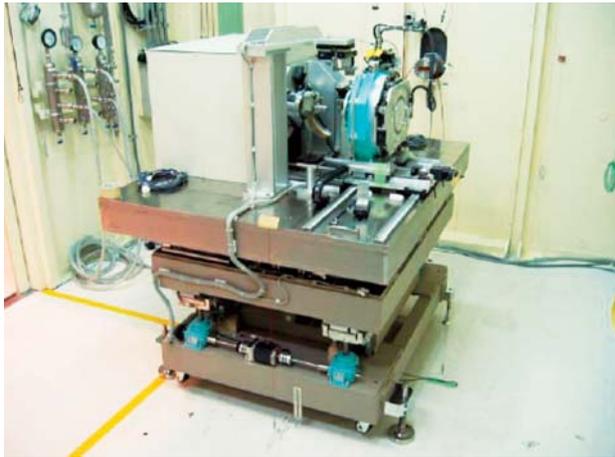


図2 新単結晶構造解析装置（納入時写真）

オプションとして用意し、ガス吹き付け装置では到達できない極低温が必要な場合に冷凍機を搭載する等、多様な測定に対応できるようになっている。また、現在BL02B1において展開されている光励起分子および光誘起現象の構造研究に必要な多重露光IP法にも対応している。

本高度化事業により導入される新しい単結晶構造解析装置は、物質科学研究や先端材料開発研究の促進に大きく寄与すると期待される。例えば、遷移金属酸化物は強相関電子材料として非常に注目されているが、重い元素を含み測定に高エネルギーX線が必要なことから、単結晶を用いた電子密度解析の研究報告は世界的に見ても殆どない状況である。ところが、遷移金属酸化物は、新規の電気磁気効果や磁気光学効果などの複合機能が得られることから、近年、研究対象としてその重要性をさらに増している。そのため、このような重い元素を含む物質系におけるスピン・軌道・電荷の秩序が物質の機能発現にどのように関係しているかを明らかにする機能構造相関研究の必要性が急速に高まっており、SPring-8で重い元素を含む機能材料物質の電子密度解析が可能になることへの期待は大きい。

装置は当初計画通りに納入され3月の停止期間中に実験ハッチ内への据付を終了した（図2）。今後のスケジュールとしては、2008A期中の装置立ち上げと2008B期からの供用開始が予定されている。

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