

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、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。実験ハッチには、多軸回折計と昨年新たに導入された大型湾曲IPカメラが設置されている(図1)。本年度は、長期利用課題「共存する電荷秩序を作る機能と構造：電荷秩序ゆらぎの時間・空間分解X線回折」(代表者：寺崎氏／早稲田大学)およびパワーユーザー課題「光励起分子および光誘起相の放射光を用いた単結晶構造解析と精密微小単結晶構造解析」(代表者：小澤氏／兵庫県立大学)の最終年度であった。また、一般課題15課題、萌芽的研究支援利用研究課題1課題、重点産業利用課題1課題が実施された。2008A期には、利用者懇談会の構造物性研究会メンバー(代表者：有馬氏／東北大学)の協力を得て、大型湾曲IPカメラのコミッショニングが行われた。コミッショニングにより装置性能が確認された後、大型湾曲IPカメラは2008B期から供用が開始された。

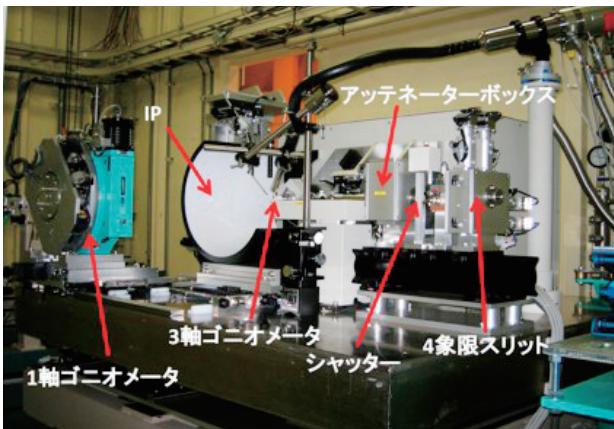
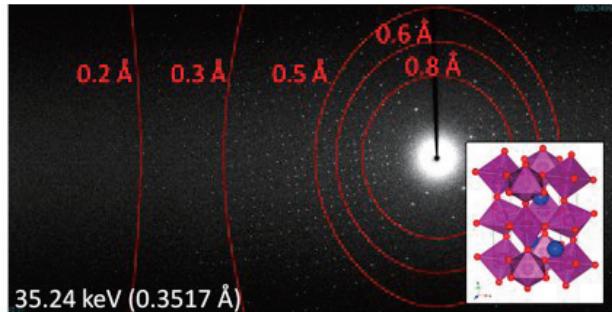


図1 2008B期から供用を開始した大型湾曲IPカメラ

2. 大型湾曲IPカメラの現状

2008A期にわたり利用者懇談会・構造物性研究会のメンバーの協力を得てコミッショニングを行った。その結果、新たに導入した装置を用いることにより機能構造相関研究のためのデータ収集が可能であることを確認し、2008B期から一般供用を開始した。図2は、コミッショニング時に測定した20ミクロン角の DyMnO_3 の単結晶回折の像、結晶構造および解析結果である。35keV程度の高エネルギーX線を用いることにより回折強度を0.2Åの分解能で計測することが可能である。本装置は、良質のデータ測定に重きを置いて設計されているが、20ミクロン角の微



Crystal size (mm)	0.02×0.02×0.02
Wavelength	0.3517 Å (35.24 keV)
Temperature	140 K
Lattice parameter	$a = 5.2734(1)$ $b = 5.8215(1)$ $c = 7.3809(7)$
Space group	$Pbnm$ (#62)
2θ max	78.63° (0.27 Å)
R merge	4.00 %
R factor	1.98 % ($2\sigma(I) < I$)
GOF	1.348
Total measurement time	6.5 hours

図2 DyMnO_3 の回折像と解析結果

小結晶であっても6間半程度(全測定時間)で単結晶回折実験の統計精度の優れた高分解能のデータを収集することができる。また、単結晶の質にもよるが、1日あたり数個の微小単結晶の構造解析を行うことも可能である。さらに、温度可変アタッチメントとしてヘリウムガス吹き付け低温装置を導入し、20Kから450Kまでの温度可変実験が容易に行えるようになった(図3)。この温度可変装置は、100Kから450Kの範囲では、空気中から抽出した窒素ガスをコールドヘッドで冷却して用いる。また、20Kから100Kの温度領域では、ガスボンベより供給されるヘリウムガスをコールドヘッドで冷却し吹き付けることにより、サンプルの温度を制御することができる。もう1つの特徴は、液体ヘリウムを使用する温度可変装置に比べて低コストでの運転が可能であることである。これにより、ユーザーの消耗品費の負担が軽減でき、汎用的に20Kまでの低温実験が行えるようになった。現在、20Kから450Kの温度範囲の実験は、サンプルを持ち込むだけで測定が可能な状態である。

3. 今後の展開

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、

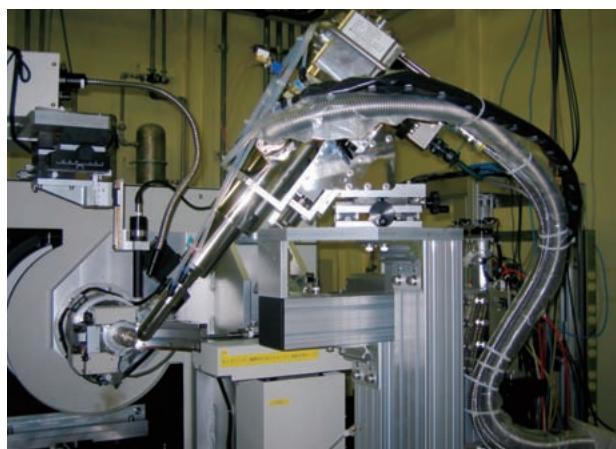


図3 ヘリウムガス吹き付け低温装置

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。しかしながら、このような遷移金属酸化物は、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。

本装置は、短期間に集中したコミュニケーションを行い、2008B期での供用を開始することができた。今後は、電子密度レベルでの議論が可能な外場応答実験、低温、高温実験の自動測定化や20K以下および450K以上の測定システムの整備を隨時行っていく予定である。

利用研究促進部門
構造物性 I グループ 動的構造解析チーム
杉本 邦久