

BL02B1 単結晶構造解析ビームライン

1. 概要

BL02B1は、偏光電磁石を光源としたビームラインで、主として単結晶試料による結晶構造解析を目的とした研究のために建設された。現在、精密構造解析を主軸とする物質構造と物性との相関を明らかにする研究が展開されている。光学ハッチには、2結晶分光器の前後にミラー（白金コート）が設置されており、それぞれX線ビームの平行化及び鉛直方向の集光を行っている。さらに、サジタル集光結晶（第2結晶）により水平方向に広がったX線ビームを集光することによって輝度を高めており、微小結晶を用いた実験にも対応している。光学ハッチに設置されているSPRING-8標準型の分光器で分光可能なX線エネルギーは、5 keVから115 keVまでであるが、標準的には、18 keVから35 keVを使用する。

エネルギー領域	5～115 keV(Si(311)が標準配置、Si(111)、(511)をインクラインド配置により使用)
エネルギー分解能	$\Delta E/E \sim 10^{-4}$ (@E = 35 keV、Si (311) で分光)
フラックス	$> 10^{10}$ ph/s (X線エネルギー 35 keV、 蓄積電流 100 mA の条件)
ビームサイズ (半値全幅)	0.15 mm (水平) × 0.15 mm (垂直) (X線ミラー (垂直) 及び サジタル集光 (水平) による値)

使用できる実験装置としては、主に以下のものがある。

- (1) 大型湾曲IPカメラ
- (2) CCD
- (3) 4軸回折計

図1に、光学系・実験ステーションレイアウトを示す。

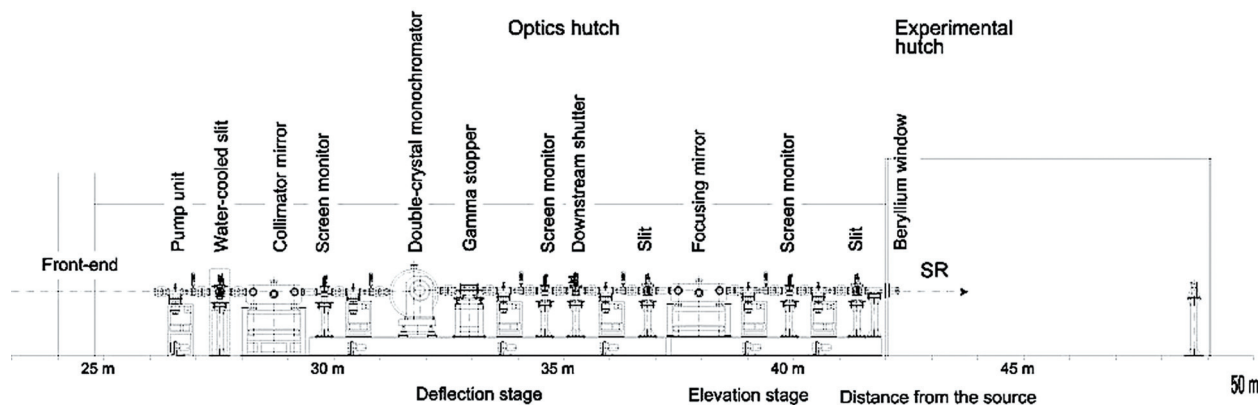


図1 BL02B1光学全体レイアウト

ビームラインの基本性能と実験装置の詳細は、<http://www.spring8.or.jp/wkg/BL02B1/instrument/lang/INS-0000000581>を参照して頂きたい。

2. 利用状況

2013A期2013B期合わせて33課題の応募があり、19課題が採択・実施された。採択率は、2013A期、2013B期それぞれ、64.7%、52.9%であった。図2（左図）に、2013年度のBL02B1の応募・採択課題数の機関割合を示す。各機関の応募・採択課題は、大学等教育機関が最も多く、応募23課題・採択15課題、国立研究機関等が、応募4課題・採択1課題、海外機関が、応募6課題・採択3課題であった。図2（右図）に、2013年度の本ビームラインの研究分野割合を示す。構造解析が最も多く、応募22課題・採択13課題、精密構造解析が、応募9課題・採択6課題、産業利用が、応募2課題・採択0課題であった。ビームラインの高度化によって、CCD検出器が導入されたことから、不安定な結晶や微小結晶の構造解析が増加傾向にある。本ビームラインでは、2009年度から2013年度までパワーユーザー課題「単結晶高分解能電子密度分布解析による精密構造物性研究」（代表者：澤 博教授／名古屋大学）及び2013年度から2015年度まで長期利用課題「外場によって誘起される原子・分子ダイナミクスのマルチモード時分割構造計測」（代表者：青柳 忍准教授／名古屋市立大学）の実験が行われており、今後、これらの課題による精密構造解析研究及びビームラインの高度化が期待される。また、成果公開優先利用課題は、3課題、萌芽的研究支援課題は、1課題、重点グリーン／ライフ・イノベーション推進課題は、2課題が実施された。

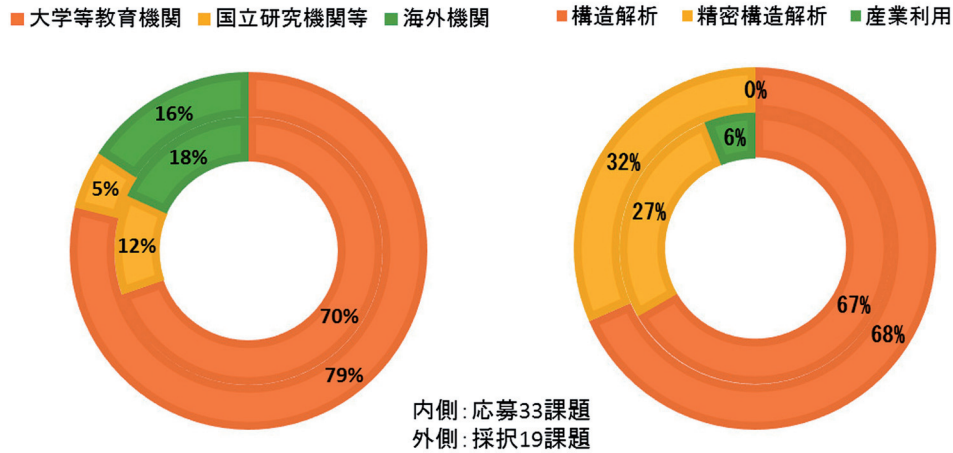


図2 2013年度のBL02B1の応募・採択課題数の機関割合（左図）、研究分野割合（右図）。

3. BL02B1の整備状況

無機半導体、強相関酸化物、分子性導体などの物質は、高圧下で特徴的な物性を示すことが知られており、その物性は構造変化に寄与するところが大きく、物質開発において結晶構造を明らかにすることは重要な役割を果たす。粉末試料を対象とした高圧実験は、主に高圧構造物性ビームラインBL10XUで行われているが、共用ビームラインでの単結晶試料による構造解析を目的とした高圧実験は、これまでほとんど実施されなかったが、本ビームラインにおいて、高圧実験の汎用化は重要な高度化項目の1つである。一般的に、高圧実験は、経験的な知識やノウハウが必要であり、限られたユーザーにのみ実施可能な実験となっていることが課題となっている。また、高圧実験では、高圧下での結晶構造の解明だけでなく、物質の電気伝導度などの物性をオンラインで同時にモニタリングすることも結晶構造と物性との相関を解明するための重要な開発要素の1つである。

本高度化では、ダイヤモンドアンビルセル（以下、DAC）を用いた高圧下での単結晶構造解析の汎用化を目的として行った。図3は、本高度化で導入したDACの外観写真である。本DACは、大型湾曲IPカメラあるいはCCD検出器との組み合わせによる測定を想定して設計した。DACのセル本体は、(株)シンテック社製の50 mm角の時計型セル（分離型）を採用し、セルコア部分は、温度可変測定にも対応できるようにCuBeによって作成した。

また、測定可能な回折角を最大に確保するため、コアセルに仕込むダイヤモンドの超硬台座は、テーパアンビル仕様とした。これにより、 $2\theta < 35^\circ$ の領域を測定することができ、高エネルギーX線を用いることによって、十分な分解能により構造解析が可能である。今回導入したDACは、既存のゴニオメーターヘッドに取り付けることによってゴニオメーターに取り付けることができる（図4）。また、回折計には、大まかな試料位置を確認するために、X線の光軸の下流から観察できるCCDカメラを設置した（図5）。

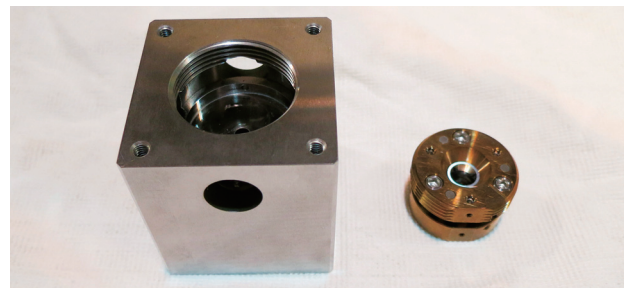


図3 加圧セルとダイヤモンドアンビルセル

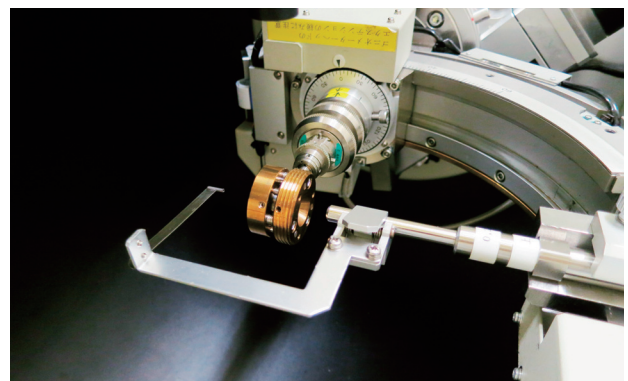


図4 1/4 λ ゴニオメーターへのダイヤモンドアンビルセルの取り付け

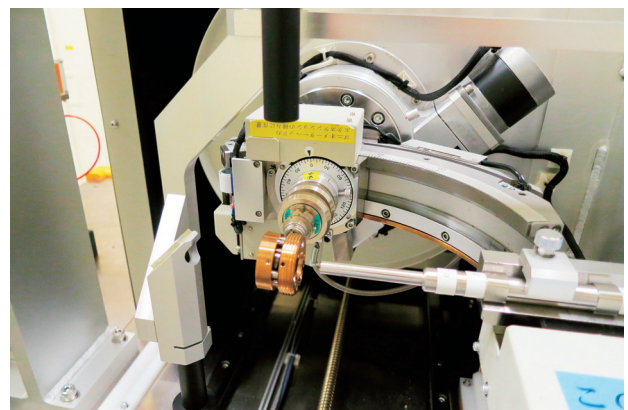


図5 X線の光軸の下流から観察できるDAC調整用CCDカメラを設置

4. まとめ

現時点では、本DACによる高圧実験はコミッショニング中であるが、2014年度からの供用開始を目指している。また、今後は、DAC内の圧力校正に必要なルビー蛍光波長を測定する装置などの整備を行っていく予定である。さらに、高圧下での構造物性研究を推進していくために、加圧中の電気伝導度測定などが同時に観察できるシステムの高度化も進めていく。今回、単結晶試料による高圧実験の高度化によって、高圧下で特徴的な物性を示す分子性導体などの物質の物性と構造との相関を解明することが可能となった。

今後、高圧実験で要求される経験的な知識やノウハウを蓄積することにより、高圧下での単結晶構造解析の汎用化が期待される。

利用研究促進部門

構造物性 I グループ 動的構造チーム

杉本 邦久

ナノテクノロジー利用研究推進グループ

ナノ先端計測支援チーム

安田 伸広