

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結晶分光器の上下流にミラー（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試料位置でのビームフラックス密度を高めており、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、4.5 keVから113 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	4.5~113 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 (垂直) 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。

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/instrument_summary_viewを参照して頂きたい。

2. 利用状況

2014A期2014B期合わせて22課題が実施された。採択率は、2014A期、2014B期それぞれ、64.3%、76.5%であった。図2（左図）に、2014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26課題・採択19課題、国立研究機関等が、応募4課題・採択2課題、海外機関が、応募1課題・採択1課題であった。図2（右図）に、2014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24課題・採択15課題、精密構造解析が、応募5課題・採択5課題、歪み・応力が、応募2課題・採択2課題であった。本ビームラインでは、2014年度から2015年度までパートナーユーザー課題「Application of synchrotron radiation in materials crystallography」（代表者：Iversen Bo / University of Aarhus）及び2013年度～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、萌芽的研究課題は、1課題が実施された。

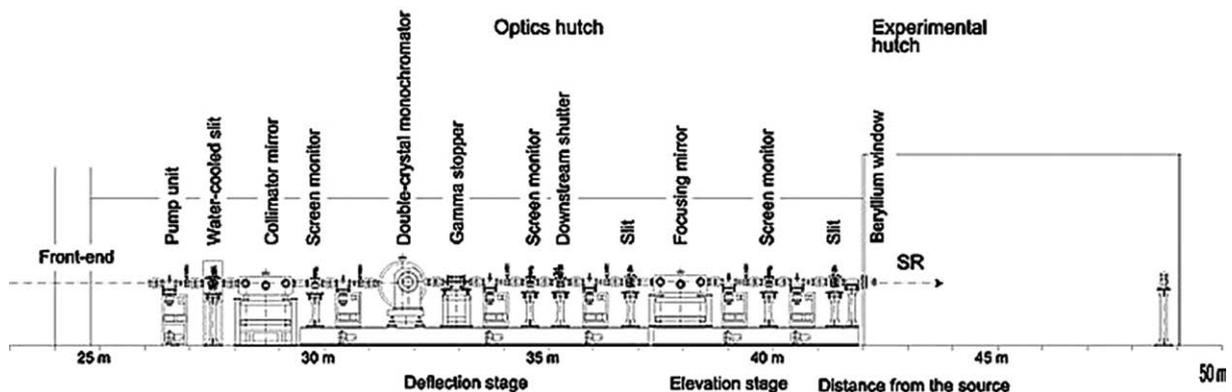


図1 BL02B1光学全体レイアウト

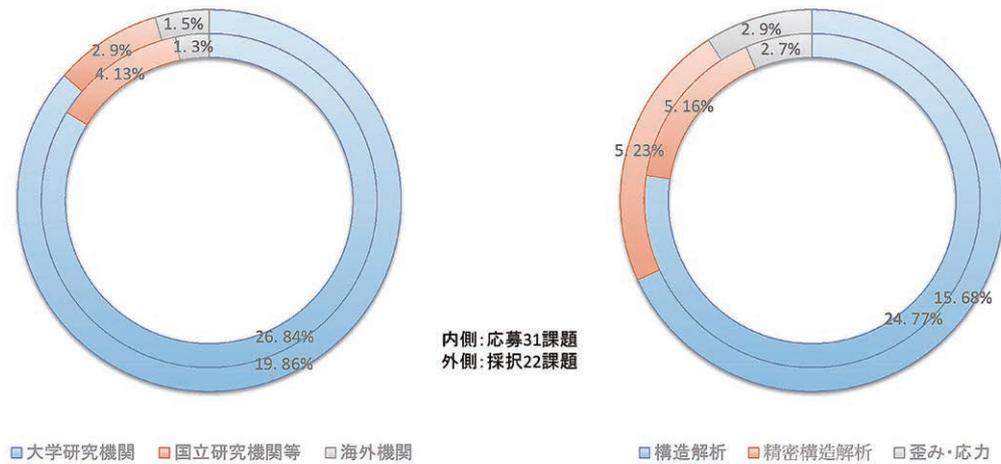


図2 2014年度のBL02B1の応募・採択課題数の機関割合(左図)、研究分野割合(右図)。

3. 高圧下单結晶構造解析システムの整備状況

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ておらず、単結晶試料を対象とする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、物質の電気伝導率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。

2013年度より、ダイヤモンドアンビルセル(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た高度化を継続して行っている。導入した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、ダイヤモンドの超硬台座は、テーパーアンビル仕様とした。これにより、 $\theta < 70^\circ$ 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、十分な分解能での構造解析が可能である。

2014年度は、DAC内の圧力を計測するため、図3に示す、ルビーの蛍光発光による圧力モニターシステムの導入を行った。本システムでは、蛍光スペクトルの取り込みと圧力計算の専用のソフトにより0~200 GPaの圧力を簡便にモニターすることが可能であり(図4)、DAC内の試料位置は、CCDカメラによる落射照明観察により画像の確認・保存が可能である。2013年度は、光軸方向から確認できるDACのセンタリングのための試料観察

CCDカメラの導入を行ったが、2014年度は、ユーザーにより通常の単結晶回折実験と高圧実験との切り替えができるように、試料観察用CCDカメラの位置調整の電動化を行った。これは、高圧実験の場合、ダイヤモンドによる光の屈折によりゴニオメータの中心位置が見かけ上ずれてしまい、試料観察用CCDカメラの位置補正を行う必要があるためである。

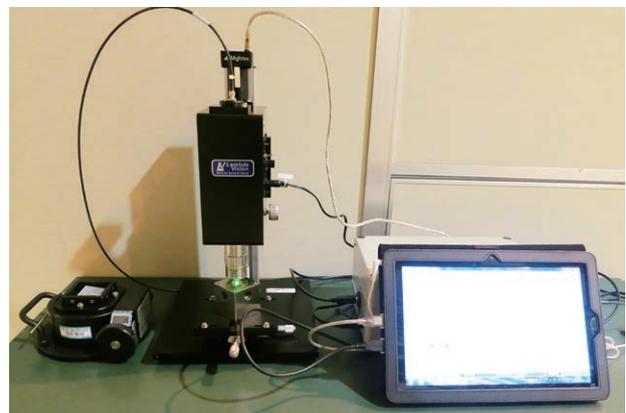


図3 ルビーの蛍光発光による圧力モニターシステム

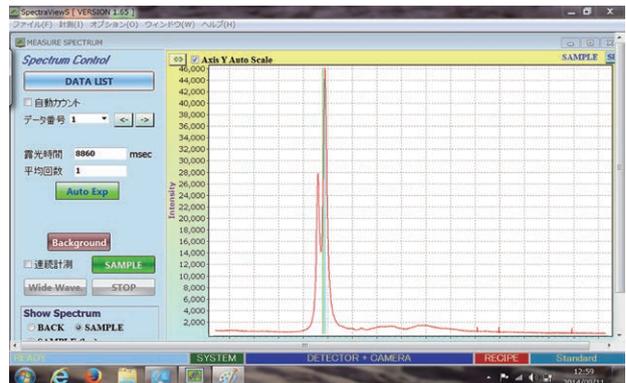


図4 蛍光スペクトルの取り込みと圧力計算の専用のソフトウェア

4. まとめ

室温下、10 GPa程度までの高圧実験については、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についても完了しており、2014B期より供用実験を開始した。今後は、さらに高圧下での温度依存性を測定するため、DACをクライオスタットに組み込んだ装置整備も予定している。今回、高圧下での単結晶試料構造解析システムの高度化によって、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。また、最近では、低温下と高圧下で異なる色変化を示す有機化合物の構造的な違いを示す知見なども得られている。

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

技術支援グループ技術支援チーム

小林 俊幸