

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。

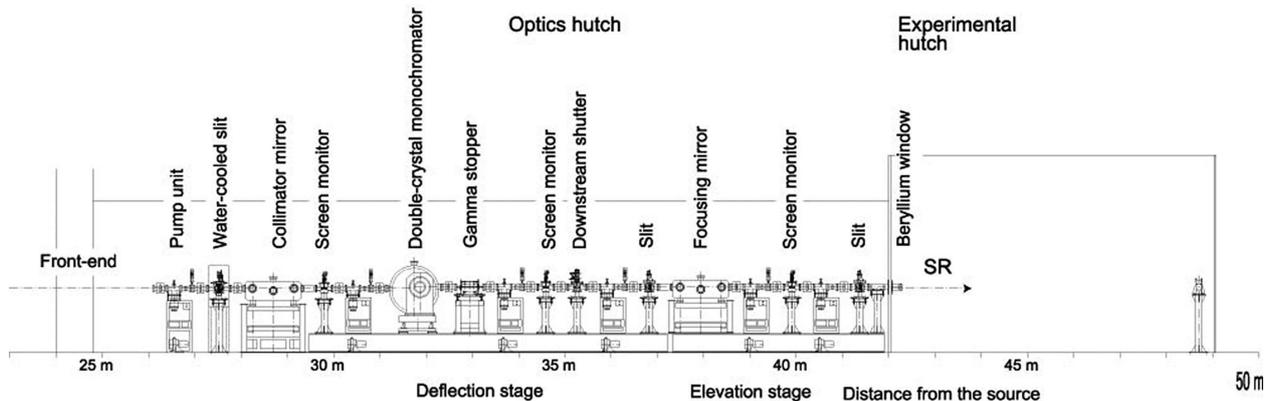


図1 BL02B1光学全体レイアウト

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/instrument_summary_viewを参照して頂きたい。

2. 利用状況

2015A期2015B期合わせて25課題が実施された。採択率は、2015A期、2015B期それぞれ、53.8%、47.8%であった。図2（左図）に、2015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38課題・採択19課題、国立研究機関等が、応募5課題・採択3課題、海外機関が、応募4課題・採択2課題、産業利用が、応募2課題・採択1課題であった。図2（右図）に、2015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36課題・採択17課題、精密構造解析が、応募10課題・採択8課題、歪み・応力が、応募3課題・採択無しであった。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、2課題、萌芽的研究課題は、3課題が実施された。

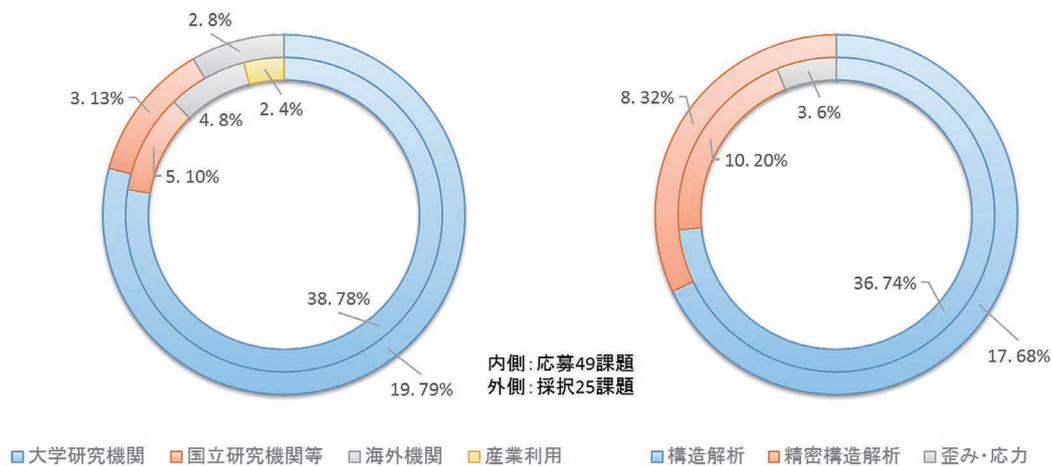


図2 2015年度のBL02B1の応募・採択課題数の機関割合（左図）、研究分野割合（右図）。

3. 大型湾曲IPカメラの整備状況

2007年度に導入された大型湾曲IPカメラは、これまで光学系を含めたブラッシュアップにより、精密構造解析を初めとする多くの成果を創出してきた。一方で、導入当初には、想定していなかった微小、不安定試料の迅速測定のためのCCD検出器やピクセルアレイ型検出器などを利用する実験の提案が見受けられるようになってきた。2012年度には、高度化予算を投入して、一軸ゴニオメーターに持ち込みの検出器での測定ができるように整備し、リガク社製のMercury2 CCDを常設するに至った。2015年度は、形状の異なる検出器が持ち込まれても対応できるように、図3に示すような試料観察CCDカメラの待避機構を追加導入した。これにより外形形状の異なった既設CCD以外の検出器も容易に取り付けることが可能となり、パートナーユーザー課題やインハウス課題の検出器の評価実験などで持ち込まれた検出器にも対応することができた。

さらに、これまで大型湾曲IPカメラのコリメータステ

ージは、光軸方向（X軸）及び鉛直方向（Z軸）の駆動軸のみ電動化されているが、水平方向は固定されており、調整することが難しかった。BL02B1では、集光光学系を利用していることやコリメータステージの経時変化に対応するため、コリメータステージの水平方向（Y軸）の駆動軸を追加し、電動化を行った（図4）。これにより、コリメータ位置の最適化が可能となり、イメージデータのバックグラウンドの低減や複雑な実験配置への対応が可能となった。

4. まとめ

大型湾曲IPカメラは、導入から間もなく10年が経とうとしているが、未だ精密構造解析に必要なデータの質を維持しており、海外のユーザーからも高い評価を得ている。一方、IPは読み取り・消去の動作が測定時間の短縮のボトルネックとなっており、不安定結晶や放射線損傷の大きい試料に対する解決策は見いだせていない。当面の間、IPに頼らざるを得ない状況であるが、並行して、

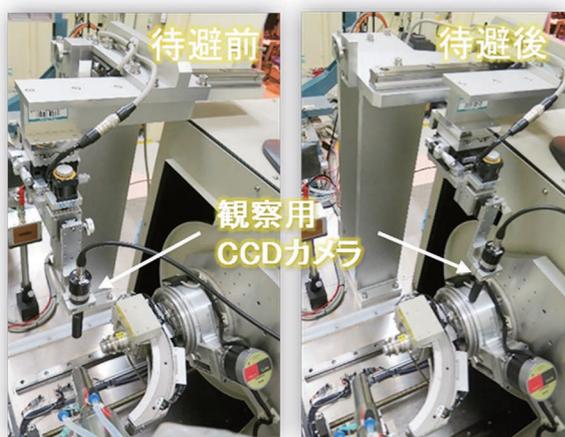


図3 試料観察用CCDカメラの待避機構

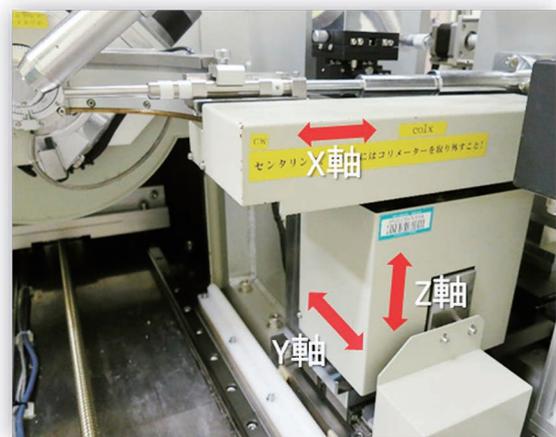


図4 コリメータステージの電動化

迅速、且つ統計精度の良い高エネルギー X線での検出効率の良い検出器を検討していく必要がある。現在、ピクセルアレイ型 CdTe 検出器などの評価実験を行っており、今後、IP に代わる新しい検出器の探索が急がれる。

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