

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。

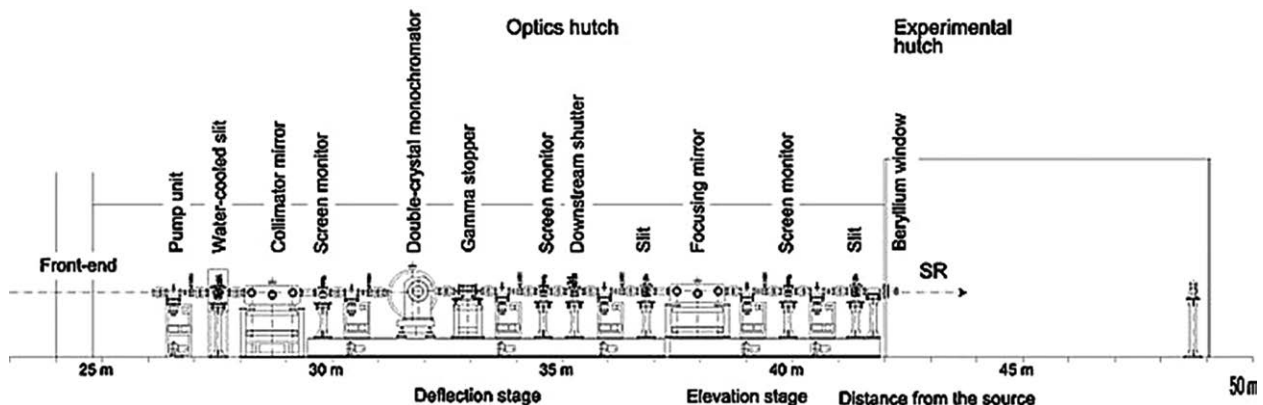


図1 BL02B1光学全体レイアウト

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

2016A期2016B期合わせて38課題が実施された。採択率は、2016A期、2016B期それぞれ、75.0%、60.7%であった。図2（左図）に、2016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24課題、国立研究機関等が、応募6課題・採択5課題、海外機関が、応募3課題・採択2課題、産業利用が、応募1課題・採択1課題であった。図2（右図）に、2016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33課題・採択12課題、精密構造解析が、応募14課題・採択12課題、歪み・応力が、応募1課題・採択1課題であった。本ビームラインでは、継続して2016年度から2017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2016年度～2017年度まで長期利用課題「普遍元素を用いる高機能触媒の創製：先端放射光技術の包括的利用に立脚した触媒元素戦略の実現」（代表者：高谷 光准教授 / 京都大学）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、2課題が実施された。

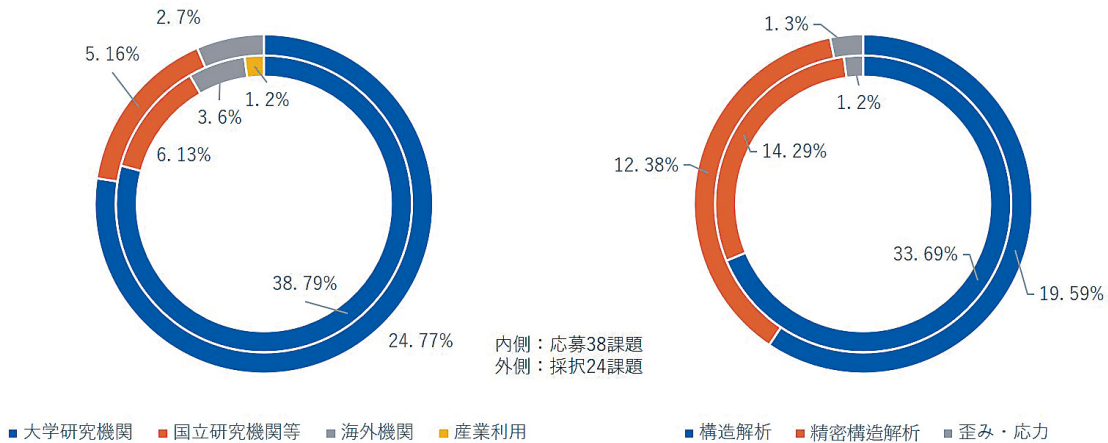


図2 2016年度のBL02B1の応募・採択課題数の機関割合 (左図)、研究分野割合 (右図)。

3. BL02B1の整備状況

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、精密構造解析を中心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。

近年、上述のとおり、微小、不安定な単結晶試料を取り扱うことが多くなり、試料準備において、より高分解能な顕微鏡による作業が必要となってきた。そこで、2016年度は、ライカ社製の実体顕微鏡 (M205C) の導入を行った (図3)。本顕微鏡の特徴としては、高い解像度と深い焦点深度を両立しており、ズームレンズを含めたトータルシステムにおいて、色収差を徹底的に排除したアポクロマートシステムを採用しているところにある。したがって、低倍率から高倍率まで色収差のない像が得られ、微小単結晶を取り扱う上で、非常に効率よく試料

をガラスキャピラリーなどに取り付けることが可能となった。

また、本顕微鏡は、コーディング機能が実装され、パソコン・画像解析システムとの統合により、自動キャリブレーションされた顕微鏡の条件を自動的に読み取ることが可能である。観察倍率や絞り条件など、リアルタイムにソフトウェア側で読み取り、パソコン画面上のスケールバーが倍率の変更に連動して表示される。画像保存の際は、顕微鏡設定条件も自動保存され、保存されたパラメータはいつでも呼び出すことも可能である。したがって、本顕微鏡は、試料の写真の保存だけでなく、実験後に試料の大きさをパソコンの画面上で計測することも可能である。

4. まとめ

2016年度は、近年、ユーザーからの要望が多かった微小単結晶の試料準備を効率的に行えるようにするために、実体顕微鏡システムを導入した。ビームラインの性能を維持していく上では、計測機器の整備だけでなく、試料準備の整備も限られたビームタイムを有効に活用し、優れた成果を創出するための重要な高性能化と言える。

一方、2007年度に導入した大型湾曲IPカメラは、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。しかしながら、今後、IPを検出器としたシステムの継続的な供給は見込むことができず、新たな精密構造解析を主眼とした計測システムの構築が必要となっている。

現状は、当面の間、既存の大型湾曲IPカメラに頼らざるを得ない状況であるが、並行して、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精密構造解析用計測システムを検討していく必要がある。2017年度には、ハイブリッド型ピクセルCdTe検出器の導入を



図3 2016年度に導入した実体顕微鏡システム

計画しており、今後の展開が期待される。

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、隅谷 和嗣

技術支援グループ 技術支援チーム

小林 俊幸