

共同利用ビームライン結晶構造解析

野田 幸男

千葉大学理学部*

Outline of Crystal Structure Analysis Beamline BM1

Yukio NODA

Faculty of Science, Chiba University

1. 結晶構造解析ビームラインの組織

このビームライン (BL02B1) は、見学者のお立ち台のすぐ下にあるベンディングマグネット使用の装置で、BM1 という番号で呼ばれることもある。結晶構造解析ビームラインでは、「単色化した X 線を使用して結晶構造に関連した研究」を行う 4 つのサブグループ (SG) が相乗りしている。その 4SG とは、構造相転移 SG (世話人：野田)、散漫散乱 SG (世話人：大嶋)、化学反応 SG (世話人：田中)、そして粉末 SG (世話人：虎谷) である。この 4 分野の相乗りで 1 つの回折装置を共用することになっていることから、少し回折実験を行ったことがある人ならすぐに分かることであるが、この 4SG のやりたいことをすべて満たす設計はもともと不可能である。しかしながら、種々の事情から、まずこの形で出発して、徐々に最適な形に移行して行くことを念頭において共用する形をとっている。このような複雑なビームラインであるので、責任 SG を決めてその SG が最後まで面倒を見ることになっており、構造相転移 SG がそれに選ばれた。

2. 装置の概要と目指す実験

装置の性格とこのビームラインを使うグループの特徴から、確実に成果が上がりかつ常に人が実験していることが暗黙のうちに要求されているように思われる。そこで、基本的にはすでに何らかの形で開発されて実績がある装置の組み合わせで設計することとなった。つまり、「半歩進んだ装置」で「出来るだけ多様な科学を目指す」のがこのビームラインの考え方である。4SG の希望の最大公約数を満たすためにはいわゆる 4 軸回折装置しかない。もちろん、各々の SG の考えている装置にとっては 4 軸回折計よりも通常の 2 軸回折計のほうが信頼度が高く使いやすい場合もあるが、多目的のためには自由度が大きい必要がある。あとは、さまざまなオプションの装置を組み合わせて各々の SG の希望を満たしていくことにしている。ただし、最初の時点での予算がまったく足りないので、オプションの種類によっては暫定的な設計にならざるを得ないものもあった。

基本的な 4 軸回折装置を図 1 に示す。すでに、初期的な設計図はできているが、概要を見るため

* 千葉大学理学部 〒263 千葉市稲毛区弥生町 1-33
TEL 043-290-2749 FAX 043-290-2874
e-mail ynoda@science.s.chiba-u.ac.jp

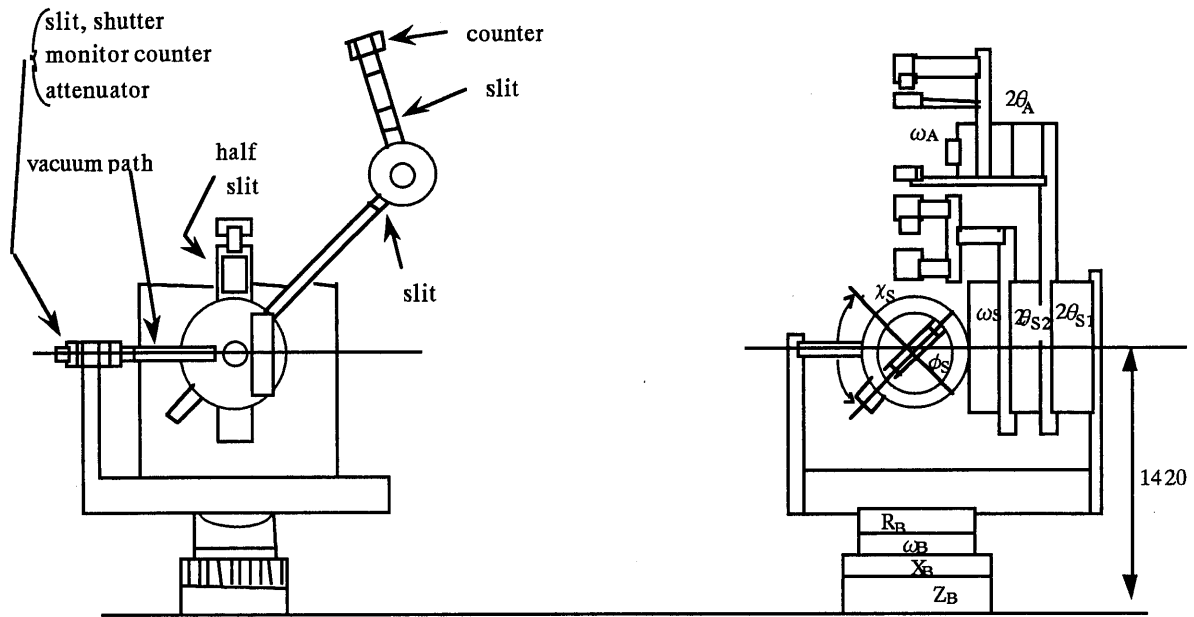


Figure 1. Schematic feature of the 7-axes diffractometer and the basement.

には、設計図よりもこの概念図のほうがわかりやすいであろう。回折計としてはありきたりのいわゆる‘6軸回折装置’と同じものである。ただし、各SGの要求を満たし切れないために、2本の 2θ 軸がついていて7軸回折装置となっている。その理由は、短い 2θ 軸は構造解析のために高速回転を行いそれ程精度を要求しない使い方、長い 2θ 軸はスピードは遅くても精度の高い実験を要求する使い方、と各々で使い分けるためである。モータースピードは、そう言ってもすべてかなり速く設定している。試料位置はオフセンターとして試料周りの環境を変化させるための種々のアクセサリーを乗せることができる

このビームラインの光学系に関しては何も斬新なものはない。というより、SPring-8の特性として(1)高輝度、(2)高強度、(3)高エネルギーがあるが、このビームラインとしては高強度と高エネルギーを有効に使える科学のみに絞ろうというものである。4SG各々の事情から言えばそれぞれが高輝度特性をぜひ使いたいところももちろんある。しかしながら、高輝度特性の利用を突き詰めて行くと、非常に専用化された装置にならざるを得ないので、相乗りビームラインの考えはすぐに

破綻する。光学系としては、まず、2枚のモノクロメーターで連続X線を単色化する。使用するX線は8 keVから50 keVである。20 keV以下では2枚のミラーを使い高調波の除去と集光を行う。このような光学系は、すでにPhoton Factoryで実証済みであり、それ程の困難もなく実現可能であろう。また、平行ビームを使用する場合はミラーをはずして使用する。このために、回折装置の高さ調整のストロークをかなり大きくとる必要がある。試料位置は46 mに設定しており、比較的光源に近い配置になっている。

各々のSGがこのビームラインで必要としているビームの特性、試料の大きさおよび予定している実験のタイプをまとめて見る。散漫散乱SGと構造相転移SGでは1~2 mm程度の結晶を使い、ビーム広がり θ は0.01~0.05度程度でできるだけ高強度を希望している。このビーム広がり θ は、放射光のビーム特性からすると、どのようにして‘悪くするか’と言うことになる。もう少し適切に言うならば、普通のビームラインでビームの平行度を高めるために捨てているフォトン θ を無駄なく全部集めるのが望みである。構造相転移SGの構造解析では、0.2 mm程度の結晶で50 keVの実験

が一つの目玉となっている。また、ダイヤモンドアンビルセルに0.1 mm程度の単結晶を入れてかつ10 Kの低温で構造解析を行うことも目指している。化学反応SGは、実験室系ではほとんど手付かずに残っている0.01 mm程度の結晶での構造解析をこのビームラインでは目指している。最後に粉末SGであるが、このSGの試料は他のSGが単結晶であるのと違って粉末である。まず、平行ビームを必要としていて集光しないことを希望している。選択配向の影響を出さないためには平行で大きなビームサイズで大きな面積の試料に照射する必要がある。したがって、粉末試料にもかかわらず、試料としての大きさは10~20 mm程度となる。粉末回折用にはソーラースリットが用意されている。

試料周りやカウンターには色々なオプションが存在する。粉末試料で室温の場合は試料回転装置を ϕ 軸に取り付けることになっている。また、粉末でも10 Kから1000 Kの温度変化の実験が可能である。通常はアナライザー結晶がカウンターアームに乗る構造である。また、アナライザーの回転機構のところには垂直方向に回転させて偏向解析もできるオプションがある。特殊な使い方として、長い 2θ 軸を使って背面反射の測定で格子定数の超精密測定を行うことも予定している。試料の環境変化のためには、構造解析用の低温クライオスタット (10 K-300 K)、単結晶用ダイヤモンドアンビルセル (10 GPa)、ダイヤモンドアンビルセルや大きな結晶あるいは粉末試料を乗せる大型のクライオスタット (15-300 K)、高温用電

気炉 (300-1000 K) を作製することとなっている。これらの装置のプロトタイプはすでに作製したり使用した経験があるので、このビームラインの7軸回折装置に取り付け可能な設計にするだけである。

次の重要なオプションは写真法との組み合わせである。まず、低温用ワイセンベルグカメラでイメージングプレートを使用したものを用意している。これは、広い逆格子空間で構造相転移にとまない新たに発生する超格子反射の探索に使用する。この装置のプロトタイプはすでに千葉大で使用しており、「半歩進んだ装置」という意味は、すでにこれらのSGで開発して実際に実験室で使用経験のあるものを放射光に取り付けようというものである。微小結晶の構造解析のためには真空カメラを ϕ 軸に取り付ける。この真空カメラのプロトタイプも名工大で使用されている。

以上、非常に簡単にこのビームラインの特徴を述べてきたが、目指している科学はあまりにも多様なため、ここでは詳細をほとんど割愛した。また、様々な仕様やここでは触れなかったオプションもある。詳しくは報告書 (Spring-8 PROJECT, SCIENTIFIC PROGRAM 1996 No. 3 p111) に記しているのをご参考にしてみたい。より新しい情報はSpring-8のホームページ (<http://www.spring8.or.jp/JAPANESE/>) で見る事ができる。また、最終設計は秋に終わるが、それ以降でもどしどし意見を伝えていただければ装置に反映していきたいと考えている。