

東北大多元研：中性子4軸回折計（T2-2 FONDER）

装置責任者：野田 幸男（東北大学多元物質科学研究所）

FONDER は実験利用棟 T2 熱中性子導管の第2ビーム孔 T2-2 に設置された4軸回折装置であり、単結晶を用いた結晶構造・磁気構造研究に使用される。装置は χ クレードルタイプの4軸でオフセンター型になった回折装置である。モノクロメーターとして、縦集光型の Ge311 を標準としている。低温装置として、小型の 8K までと大型の 2.3K までの二種類のクライオスタットが用意されている。高温炉は 800K 程度まで測定でき、現在新たに 1400K 高温炉も二軸モードとしては使用可能である。クライオスタット内に 3~5kGauss の磁場が掛かる試料缶、1.2GPa まで静水圧の掛かる高圧ジグを設置出来、低温高圧あるいは低温磁場下の実験が可能である。結晶に電場(E=3KV)を印可したり、誘電率や電気分極の同時測定も可能である。結晶の位置を見るために、望遠鏡とダイレクトビームモニター撮像装置が使用可能である。

1. 装置の概略

モノクロ	Ge311 垂直集光 $\lambda = 1.24\text{\AA}$ ($2\theta_M=42$) $\lambda = 2.44\text{\AA}$ ($2\theta_M=90$) 1.5cm(H) \times 2cm(V) Ge511 垂直集光 $\lambda = 1.54\text{\AA}$ ($2\theta_M=90$) PGやSiモノクロメーターもある
光学系	シャッター、アテネータ(2) 縦横ハーフスリット 可変型受光スリット(2) コリメーター
回折計	Heuber 4軸回折計
検出器	^3He カウンター 中性子イメージングプレート ダイレクトビームモニター用 CCD (2D-PSD も使用可)

2. 装置の制御

- 分光器制御プログラム
 - (i) MAC Science 社製 MXC (SunOS)
構造解析用データ収集
 - (ii) 東北大中尾氏製プログラム(4-circle)
逆格子スキャン
- 温度制御プログラム TEMCON (Windows)
- アクセサリ
クライオスタット：2.3-300K と 8-300K
高温炉：室温~1400K
- 標準試料
NaCl (2.4 \times 2.8 \times 2.4mm³): 5.646 \AA
Y₂Al₅O₁₂ (5 \times 5 \times 5mm³): a=b=c=12.009 \AA

3. 装置の特色

FONDER は Four-circle Off-center-type Neutron Diffractometer の略で、熱中性子を用いる単結晶4軸回折装置である。クライオスタットで 2.3K まで、高温炉は 1400K 程度まで測定できる。格子定数の大きな試料では測定時間が多大にかかるが、2D-PSD の本格運用時には迅速な測定が可能となる。

4. 装置の全景

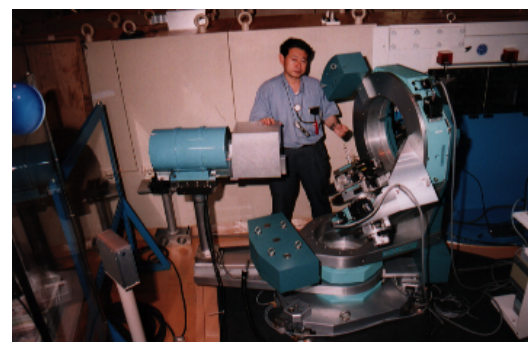
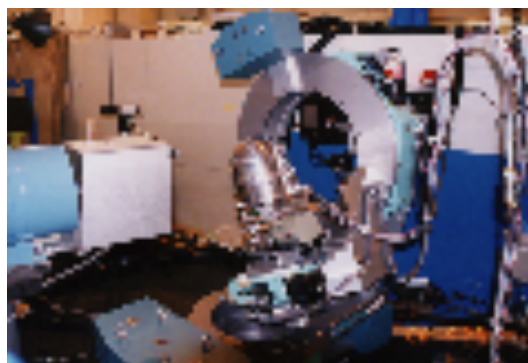


写真1：T2-2 FONDER とクライオスタット

T2-2 FONDER での測定例

MeHPLN (C₁₄H₁₀O₂) の構造解析

図 1 は、室温での構造解析の結果。MEM 法により求めた核密度分布で、差フーリエ法や差 MEM 法を使用しなくても水素原子 H が見えている。すべての水素原子に対して、非等方温度因子で解析することが出来た。X 線回折による構造解析(R=3.96%)と比較しうる質のデータであり、水素原子核と水素周りの電子分布の重心位置とに差があり、局所的な電子分極を持っていることなどが明確に分かった。また、メチル基の無秩序状態の様子も明瞭に測定できた。構造相転移をして $a \times 2b \times c$ となる 7K での構造解析もきれいに行われている。

- 高温相：120 時間、測定点数：974 点
- ・ 結晶サイズ：0.98×1.21×5.15mm³
 - ・ 空間群：C2/c (Z=4)
 - ・ 求められた室温での格子定数：
a=12.205(3), b=11.165(3), c=7.315(3)Å,
α=90.04(3), β=95.07(3), γ=90.01(2)°
 - ・ R=4.77%
- 解析に使用した点数：902(内 F=0 は 274)
パラメータ数：139

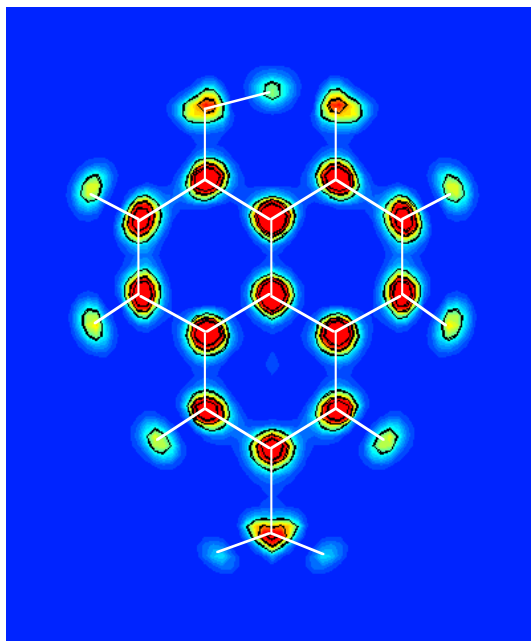


図 1 MeHPLN (C₁₄H₁₀O₂) の核密度分布

MnF₂ の結晶と磁気構造解析

図 2 は、磁気構造因子から Fourier 合成で得た、スピンを担っている 3d-電子の密度分布。(000)の Mn は up-spin を、(1/2 1/2 1/2)の Mn は down-spin を持っている。ここでは、絶対値の電子スピン密度として表示している。

- 測定時間：各々5 時間
測定点：61(80K)、94(7K)
- ・ 結晶サイズ：2.5×2.5×2.5mm³
 - ・ 空間群：P4₂/mnm (Z=2)
 - ・ 求められた 7K での格子定数：
a=14.896(1), b=4.902(3), c=3.314(1)Å,
α=90.02(3), β=90.01(2), γ=89.95(4)°
 - ・ 80K での結晶構造解析：R=1.77%
(使用点数：44 パラメータ：9)
 - ・ 7K での結晶構造解析：R=1.90%
(使用点数：33 パラメータ：9)
 - ・ 7K での磁気構造も含めた解析：R=3.39%
(使用点数：57 パラメータ：9+3)
S=4.96/2, g=1.95, B(3d)=0.655

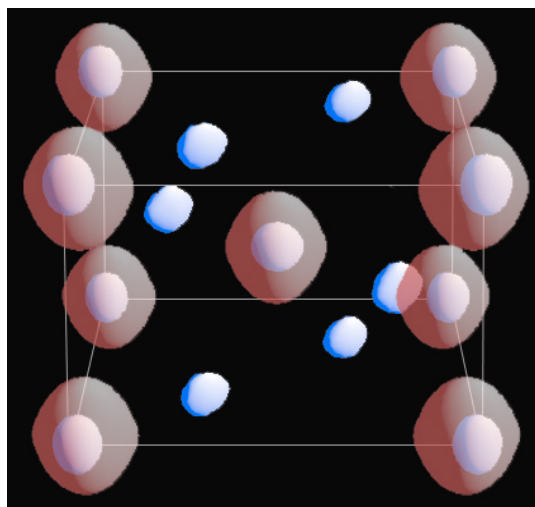


図 2 MnF₂ の核密度分布 (Mn と F 原子の位置の小さな丸) と 3d-電子のスピン密度分布 (Mn 原子のところのみにある大きな雲)