

2014A1908

BL02B2

BL02B2（粉末結晶構造解析）の現状（2014）**Present Status of BL02B2 (2014)**

杉本 邦久、藤原 明比古

Kunihisa Sugimoto, Akihiko Fujiwara

(公財) 高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・構造物性 I グループ

Materials Structure Group I, Research & Utilization Division, JASRI

BL02B2 は偏光電磁石を光源としたビームラインで、主として粉末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、粉末回折実験により、相転移、構造変化、リートベルト解析、精密構造解析など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。

キーワード：ハイスループット

I. 基本性能と実験装置

(詳細は、

http://www.spring8.or.jp/wkg/BL02B2/instrument/lang/INS-0000000409/instrument_summary_view を参照)

光学ハッチには、2 結晶分光器の前にミラーが設置されており、X 線ビームの平行化及び高調波の除去を行っている。本前置ミラーの入射角 2 mrad は固定であり、高調波除去のためには、X 線エネルギーに応じて、Si の基板に Ni 及び Pt がコーティングされた領域に水平移動させて使用する。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、12 keV から 35 keV までである。

エネルギー領域	12 ~ 35 keV (Si(111))
エネルギー分解能	$\Delta E/E \approx 2 \times 10^{-4}$ (@E = 12 keV、Si(111)で分光)
フラックス	$< 10^{11}$ ph/s (X 線エネルギー12 keV、蓄積電流 100 mA の条件)
ビームサイズ (半値全幅)	3.0 mm (水平) × 0.5 mm (垂直)

使用できる粉末回折装置として、大型デバイシェラーカメラが常設されている。

図 1 に、光学系・実験ステーションレイアウトを示す。

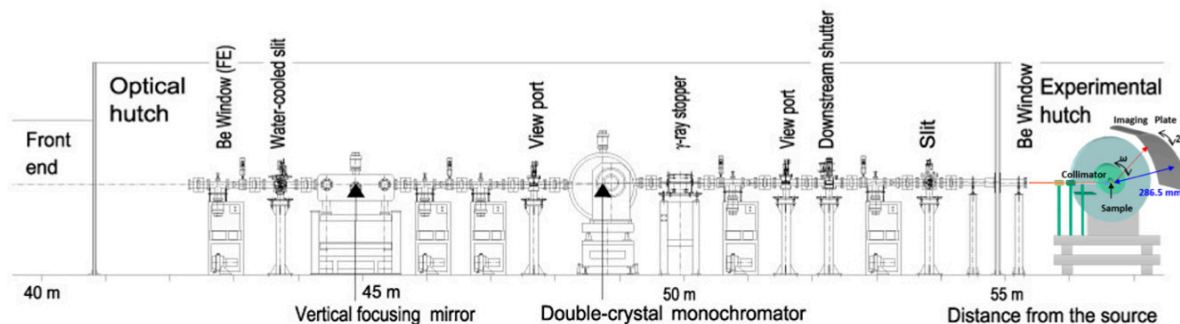


図1 光学系・実験ステーションレイアウト

II. 利用状況

2013A 期 2013B 期合わせて 56 課題が実施された。採択率は、2013A 期、2013B 期それぞれ、50.9%、57.1%であった。図 2（左図）に、2013 年度の BL02B2 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 92 課題・採択 54 課題、国立研究機関等が、応募 9 課題・採択 2 課題、産業界が、応募 1 課題・採択 0 課題、海外機関が、応募 2 課題・採択 0 課題であった。図 2（右図）に、2013 年度の本ビームラインの研究分野割合を示す。無機系結晶が最も多く、応募 83 課題・採択 45 課題、有機・分子系結晶が、応募 11 課題・採択 5 課題、不均一系が、応募 4 課題・採択 1 課題、非晶質が、応募 4 課題・採択 4 課題、合成高分子が、応募 1 課題・採択 1 課題、産業利用が、応募 1 課題・採択 0 課題であった。本ビームラインでは、2009 年度から 2013 年度までパワーユーザー課題「構造物性研究の基盤としての粉末回折法の開発」（代表者：久保田 佳基教授／大阪府立大学）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、4 課題、萌芽的研究支援課題は、4 課題、重点グリーン／ライフ・イノベーション推進課題は、8 課題が実施された。

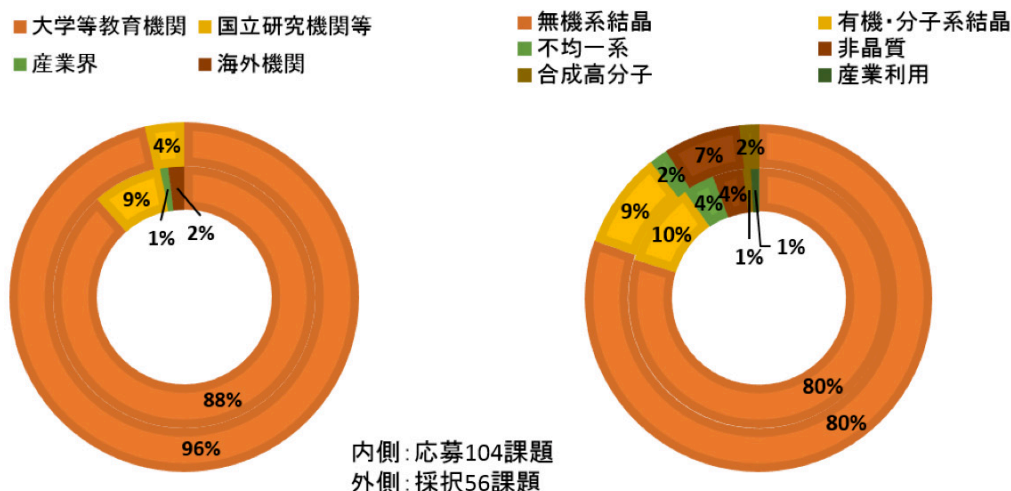


図2 2013 年度の BL02B2 の応募・採択課題数の機関割合（左図）、研究分野割合（右図）。

Ⅲ. 高度化の実施内容と成果

Ⅲ-Ⅰ. 大型デバイシェラーカメラのハイスループット化

本高度化では、高分解能な粉末回折データ測定の高スループット化を行った。通常、キャピラリー試料の回転軸をゴニオメーターの中心と一致させるには、スピナーステージを 1/4 回転または 1/2 回転させながら、試料を固定しているゴニオメーターヘッドの手動の XY 軸を用いてセンタリングを行う。しかしながら、多数の試料を測定する場合、試料位置の調整時間がボトルネックとなってしまうことが少なくなかった。そこで本高度化では、限られたビームタイムを有効活用し、初心者でもキャピラリー試料のセンタリングに掛かる時間を短縮することによって測定の高スループット化を図るため、試料位置を自動調整するためのスピナーステージの開発を行った (図 3)。本スピナーステージは剛性のある構造とし、基本的には、既存スピナーステージと同等の配置を継承している。今回導入したスピナーステージには、画像認識による試料センタリングのために X、Y 軸のモーター化を行った。X、Y 軸のストロークは、キャピラリー試料の位置調整に十分と思われる $\pm 5 \text{ mm}$ とした。また、他の装置と干渉しないように配慮し、キャピラリー試料のセンタリングが正確に行えるようにした。ステッピングモータは、ツジ電子社製のステッピングモータコントローラを用いて制御している。φ軸の最速 250 rpm の可変回転機構により試料配向の軽減を図ることができる。また、試料ホルダーも自動位置調整用スピナーに合わせて新しく設計し、試料ホルダーの先端にはマグネットをつけた。これにより、キャピラリー試料を固定する試料ホルダーは、マグネットにより本スピナーステージに固定することができ、従来のゴニオメーターヘッドを使用する場合に比べて簡単に脱着できる構造となった。本スピナーステージの制御は、これまで本ビームラインの測定プログラムと同じプラットフォームの LabView で開発を行った。本制御プログラムでは、画像認識カメラにより自動的にキャピラリー試料の中心とゴニオメーターの中心を一致させた後、測定を開始させることが可能である。本ステージを導入することにより、センタリングに要する時間は、概ね 4~5 分間であったものが 1 分間以内に完了することが可能となった。また、ハイスループット化することによって、人的なオペレーションミスを軽減することも期待できる。今後、既存のサンプルチェンジャーとも組み合わせることによって、PDF 解析のみならず、non-ambient 条件下での多試料の粉末回折実験の迅速化を推進する予定である。

以上の高度化及び性能試験は、インハウス課題 2014A1908 を含むビームタイムにより実施した。

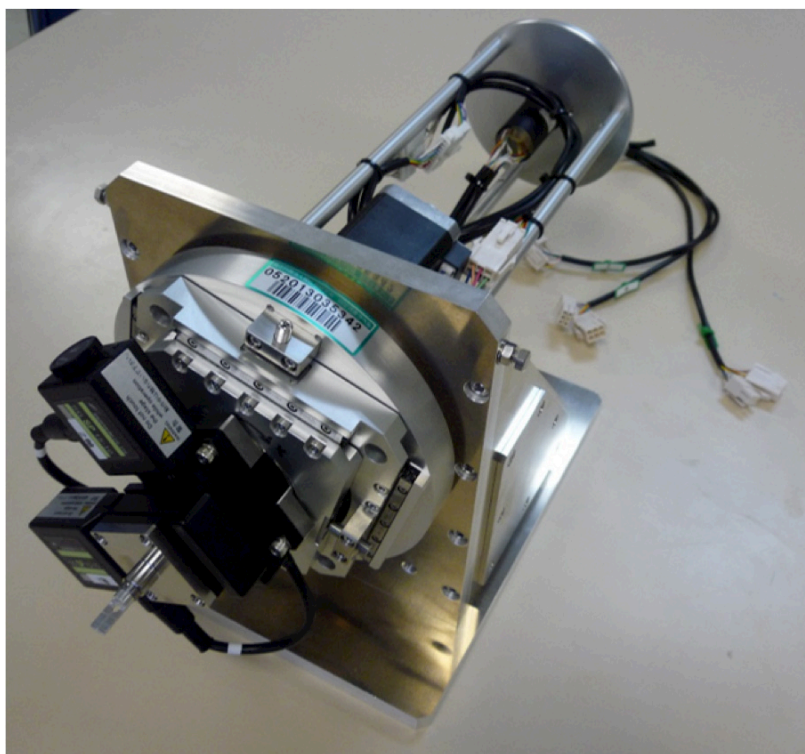


図3 キャピラリー試料位置自動調整のためのスピナーステージ。

©JASRI

(Received: September 1, 2014; Early edition: September 30, 2014; Accepted: January 16, 2015;
Published: February 10, 2015)