

BL02B2 粉末結晶構造解析

1. はじめに

BL02B2の実験ハッチには、精密構造物性研究を推進すべく粉末結晶構造解析用に設計された大型デバイセラーカメラ（図1）が設置されている。2001年度は供用開始から3年目にあたる。ここでは、3年目に行ってきた主な改良点を紹介する。

2. ダイレクトビームストッパーの改良

デバイセラー法において、ダイレクトビームストッパー（図2）は検出器であるイメージングプレートが saturate しないようにするためだけではなく、空気散乱によるバックグラウンドの上昇を抑える、低角側の測定可能範囲を決める、という重要な役割を果たしている。しかし、これまでのビームストッパーはその役割を十分に果たせるように設計されていなかった。そのため、ビームストッパーにXYZステージを設けて、さらにストッパー部分の鉛を専用に設計、製作した。その結果、ビームストッパーを電動でスキャンできるようになり、サンプルからの距離をより精密に設定できるようになった。実際に得られたデータは、空気散乱によるバックグラウンドが下がっただけでなく、 2° で約 1° からの測定が可能となった。これは、超格子反射などの微弱反射を容易に検出出来るようになったこと、有機物などのより格子の大きな結晶からの反射を確実に検出可能なことを意味する。また、鉛のストッパー部分からアテネーターに切り替えることにより、一次元データに変換する際に必要な原点をIP上に記録出来るようになっている。そのアテネーターの素材と厚みを入射エネルギーごとに最適化を行った。その結果、原点の位置がほぼ一意的に決定できるようになり、回折角度の位置精度が向上した。

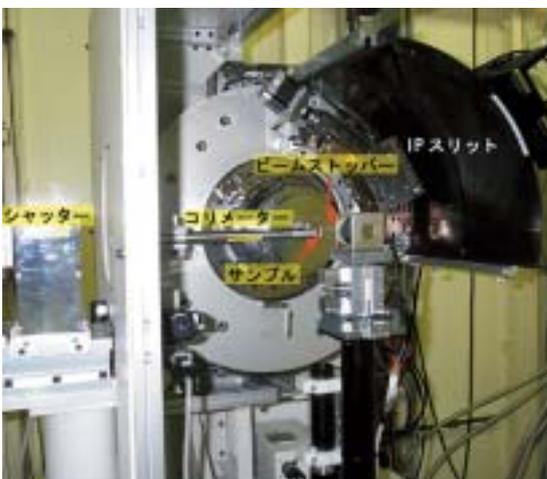


図1 大型デバイセラーカメラ

3. コリメーターの拡充

本装置におけるコリメーターは、サンプルの上流側に設置されている。そのタイプには2種類ある。1つは、長さが220mmのタイプで主にHe循環型クライオスタットを使用するとき用いている。もう1つは、90mm長い310mmのタイプでサンプルの約10mm上流まで接近し、室温測定及び窒素吹付け型装置を使った温度変化測定の際に用いる。このタイプは空気散乱を減少させるために、昨年度製作したものである。2001年度は、各タイプでスリット径を水平方向1.2, 3mm、鉛直方向0.3, 0.5, 0.7mm 全ての組み合わせをそろえた。これにより、試料を封入するガラスキャピラリーの径、またその中に封入されている試料の量によって最適なビーム径を選択できるようになった。その結果、フラーレン、ナノチューブなどごく微量しか得られない試料を測定するさいには、ビーム径の選択の幅が広がりこれまで以上にS/N比の高いデータが得られるようになっている。

4. シャッター及びクライオスタットの整備

大型デバイセラーカメラ用のビームシャッターは、鉛箱の中に5mmの穴のあいたシャフトがあり、それがソレノイドバルブで回転することで開閉を行っている。そのシャフトの回転するさいのトルク及びシャフトの径との関係から、経年変化も重なって度々不具合が生じるようになってきた。その問題を根本的に解決するために、シャフトの径及びコントローラーのトルクを見直し、耐久性を飛躍的に向上させた。それに伴い、入射ビームの位置変動によるシャッターの位置調整の必要がないように、ビーム通過部分の穴を大きくするための改良も施した。

He循環型クライオスタットは、その冷凍機を大型デバイセラーカメラの中空にした軸の裏側から挿入し回転させることから、ナイロン製のスパイラルホースをコンプ

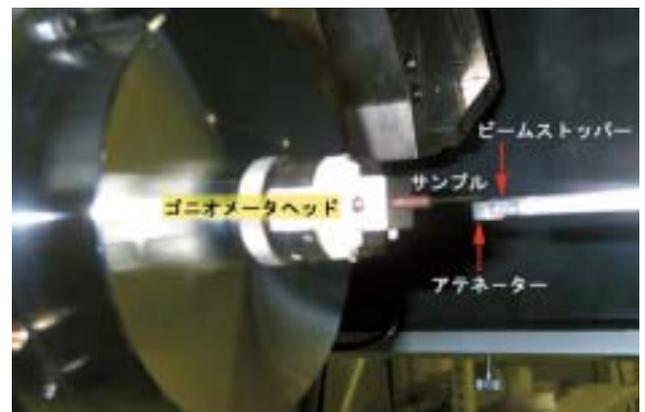


図2 ダイレクトビームストッパー

レッサーとの連結に使用していた。そのホースからの He ガスの漏れ及び水分等の不純物に混入により、最低温度である 15K 付近での温度安定性の悪化が見られるようになってきた。そのため、コンプレッサーの低温精製及びコールドヘッドの洗浄、乾燥、部品交換等を行った。また、今後の He ガスの漏れ等を出来る限り少なくするために、スパイラルホースを廃止し、ステンレス製のフレキシブルホースだけでの接続に変更した。この状態でも、使用上は全く問題がなく、現在は He ガスの漏れも全く観測されず、常に安定した本来の性能を維持している。

5. ユーザー実験の迅速化

23A では、装置の改良について述べたが、ここでは、ユーザーの入れ替わるサイクルが早い本ビームラインにおける、実験上の時間ロスを少なくするために行ったことを紹介する。これまでは、窒素ガス発生装置が 1 台しかないために低温と高温の窒素ガス吹き付け型装置の切り替えのさいには 2 時間程度を要していた。同装置を 1 台増設することにより、低温及び高温吹き付け型装置の同時利用が可能となっている。また、ゴニオメータヘッドの数を増やすことにより、多くのサンプルを一度にテスト測定する時のサンプルホルダー取り外しの手間を省き、また、そのデータを瞬時に比較、検討できるようデータ一元化用高速 PC を増設した。

6. おわりに

以上のように、2001年度は大規模の整備、高度化を行ってはいないが、共同利用ユーザーにとっては非常に重要で、データの精度に直接つながる整備をおこなってきた。また、2002A から光励起状態やガス吸着状態での粉末回折実験など、放射光粉末回折法の特徴をいかした全く新しい手法が展開されている。そのような実験手法のさらなる発展のためにも、本装置の性能を常に 100% 発揮出来るよう、今後も整備、高度化を行うことが必要不可欠である。

利用研究促進部門
構造物性 グループ・動的構造チーム
加藤 健一