

BL02B2 粉末結晶構造解析

1. はじめに

BL02B2の実験ハッチには、粉末結晶構造解析用に大型デバイセラーカメラが設置されている。2002年度は供用開始から4年目にあたる。ここでは、4年目に行ってきた主な改良点を紹介する。

2. イメージングプレート(IP)リーダーの増設

大型デバイセラーカメラを使用してIP上に記録されたデータは、実験ハッチ外に設置されているoff lineのIPリーダーで読み出している。本ステーションでは、検出器としてIPのみを使用している。そのため、一度IPリーダーが不具合を起こすと、全ての実験が遂行不可能となる。このような状況を回避するために、既設のIPリーダーと同型のもを増設した。納入後、新設IPリーダーの実際の粉末回折データを使った性能評価を行った。その結果、以下の問題点が明らかになった。

- ・既設のものより読み取り感度が30%ほど高いこと。
- ・読み取り画素解像度が50 μm \times 50 μm から約0.4%ずれていること。

前者に関しては、フォトマルチプライヤーに印加される電圧を変化させることによって補正した。後者については、IPの走査スピードを調整することによって50 μm からのずれを、0.01%以内におさえた。いずれも、実際に粉末データを測定し、IPリーダー内のROMを書き換えるという作業を繰り返すことによって調整を行った。このような調整は、粉末回折データの統計精度、ピーク位置といった重要なパラメーターに直接影響を与えるため必要不可欠である。

3. スーパーコンピューターの導入

最近、有機物等の比較的、格子の大きな結晶データを扱うようになってきている。このような複雑な構造をもつ結晶は、構造パラメーターも桁違いに多いことからこれまでのワークステーションでは計算容量に限界がでてきた。そのため、特に巨大系物質に対してマキシマムエントロピー法(MEM)による電子密度解析を行うことを目的として、卓上型のスーパーコンピューターを導入した。その結果、比較的分子量の少ない蛋白質のMEM解析までも可能となった。

4. クライオスタットの整備

現在、温度変化実験用に、窒素吹き付け型低温装置、窒素吹き付け型高温装置、クライオスタットの計3台がある。これまでは、便宜上1台の温度コントローラーの出力先を切り替えることにより温度調整を行っていたので、同時に2台以上の温調が不可能であった。そのため、クライオスタッ

ト専用の温度コントローラーを設け、温度センサーもより精度の高いシリコンダイオードセンサーへと交換した。これにより、例えば、窒素吹き付け型装置を実験に使用しながら、次の実験のためにクライオスタットの温調をすることが可能となり、時間ロスの低減につながった。

5. ガスハンドリングシステム

大型デバイセラーカメラを用いたガス吸着実験用にガスハンドリングシステムを導入した。本システムは、小林達生氏(大阪大学)の案により製作されたものである。本システムにより、酸素ガス等をガラスキャピラリー内の粉末試料に吸着させながらの実験が可能となっている。

6. おわりに

以上のように、2002年度は大型デバイセラーカメラそのものではなくて、その周辺機器の整備、高度化を主に行ってきた。また、2002Bから始まった守友浩氏(名古屋大学)を代表とする特定利用課題の中で同氏持込によるレーザー機器の整備を行い、光照射下粉末回折実験も展開されている。

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