

BL02B2 粉末結晶構造解析

1. 概要

BL02B2では温度・光・ガスなど外場制御下での粉末回折を利用した電子レベルでの構造研究に精力的に取り組んでいる。一方で、放射光の高輝度特性を有効に利用し、さらにデータの再現性精度を向上すべく、放射粉末回折実験の完全自動化を目指したシステム開発にも力を注いでいる。その構成は自動波長変更システム、ビーム位置及び強度のリアルタイムモニターシステム、自動試料交換システム、自動試料位置制御システム、オンライン検出器からなる。ここでは、2007年度に独自で構築した自動波長変更システムとビーム位置及び強度のリアルタイムモニターシステムの詳細について報告する。

2. 放射光粉末回折実験のハイスループット化を目指した自動波長変更システムの構築

BL02B2の波長変更による光学系調整には光学ハッチのミラー・モノクロの調整と実験ハッチのコリメーター・ゴニオメーター・ビームストッパーのステージ調整がある。実験ハッチの各ステージの調整の間はハッチ閉鎖と機器取り付けが必要で、その所要時間は約5分で、全光学系調整には最大1時間もかかる。限られたビームタイムでの既存の波長変更法はハッチ閉鎖における時間損失を含めた長い調整時間の問題だけでなく、各ステージ調整方法が複雑で一般ユーザーは自由に波長変更が出来ない。このようにBLスタッフの実働支援に依存性が高い状態は、ユーザー実験の便宜性と効率の低下となり解決すべき課題として残っていた。

このような理由で、BL02B2では波長変更における光学系調整の自動化システムの構築を行った。自動波長変更システムは実験ハッチ内に、調整用コリメーター、ピンホール、ビームストッパー、イオンチャンバーを設置しハッチを閉め、自動波長変更プログラムに波長とステージの種類

を入力・実行することで、光学ハッチから実験ハッチまで全自動で光学系を調整するシステムである。このシステムを利用すると光学系の調整にかかる時間は約15分程度である。調整した各ステージの位置は自動プリントアウトされ、記録を残すことも可能である。

以上のように、自動波長変更システムは調整時間を1時間から15分大幅短縮し、波長変更における光軸調整のハイスループット化を達成した。また、波長変更方法の単純化で一般ユーザーも問題なく使用可能になりユーザーフレンドリーなシステムの構築が実現した。

3. 測定データの再現性向上のためのビーム位置・強度のリアルタイムモニターシステムの構築

放射光粉末回折実験の全自動化はハイスループット化を実現することと共に測定環境の再現性を高める。実際に昨年開発した自動試料交換システムは画像解析により試料位置を1ミクロン分解能で調整可能で、多数の試料測定でも同一試料位置を再現し、同一カメラ半径を確保することが可能となった。これは回折ピーク位置を精密に比較することが出来、データ測定の信頼性を高めた。一方、BL02B2では試料位置の再現性だけではなく、ビームの位置及び強度の再現性を向上させるため、ビーム位置・強度リアルタイムモニターシステムを構築した。

今まではビームダンプや波長変更後ミラー面の熱負荷等によりビーム位置が動いて、ビーム強度が低下してもモニター出来る手法がなかった。また、同じ実験条件で同じ試料を測定したことにもかかわらず、回折ピーク位置又は強度が再現出来ない場合、その原因がビーム位置にあるか、試料の回転中心調整に問題があるかを判断することが困難であった。

このような理由で、ビーム位置と強度を10秒間隔でモニターするシステムを構築した。ビーム位置はPSIC (Position Sensitive Ion Chamber) をシャッター前に設置し、1ミクロンの精度でモニターする。それに加え、既存のイオンチャンバーを用い、ビーム位置と同時に強度もモニターする。ユーザーは常にビーム位置と強度をモニターし、光学系の再調整が必要だと判断される場合、自動波長変更プログラムを用い光学系の自動調整を行う。これらの作業は試料をビーム中心位置にミクロン単位の精度で置くことが出来、データの回折ピークの位置や強度の再現性を向上させる。

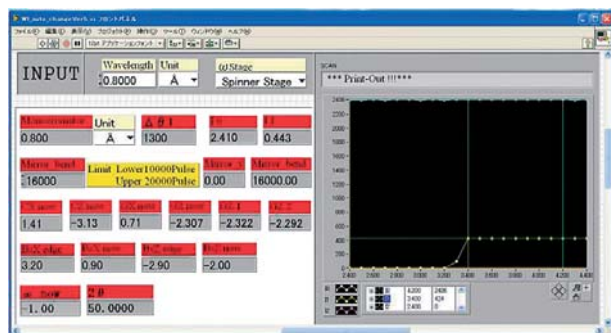


図1 自動波長変更システムの制御プログラム

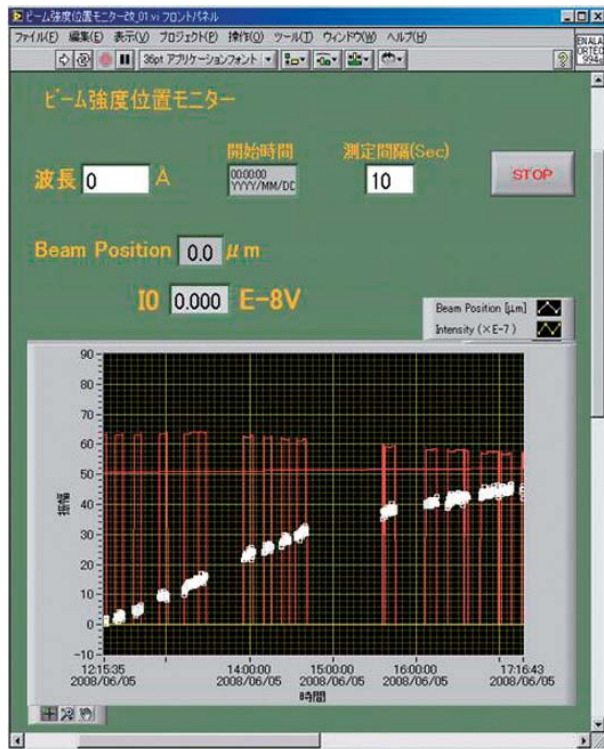


図2 ビーム位置・強度モニターシステムの制御プログラム

4. 今後の展開

2007年度は、放射光粉末回折実験のハイスループット化の一環として自動波長変更システムとビーム位置及び強度のリアルタイムモニターシステムを開発し、実際にユーザー利用に供した。この結果、ユーザー自身による波長変更が可能になりロス時間が従来の1時間から15分程度まで大幅に短縮したことにより限られたビームのさらなる効率的な運用が可能となった。これは成果拡大にもつながると期待している。また、リアルタイムでビーム位置と強度をモニターすることにより、必要に応じてユーザー自身が自動で光学系の再調整をすることが可能となり、データの再現性精度の向上にも貢献している。今後は、自動試料交換システム、自動試料位置制御システム、オンライン検出器と組み合わせることにより、段階的にハイスループット化とデータ再現性精度の向上を図っていきたいと考えている。これらは現在進めている先端的構造科学の研究においても、特にデータの再現性精度向上の点においては不可欠なシステムになると考えている。

利用研究促進部門

構造物性Iグループ 動的構造チーム

金 廷恩、加藤 健一