

## BL02B2 粉末結晶構造解析

### 1. 概要

BL02B2では放射光粉末回折実験のデータ再現性の向上やハイスループット化を目指し、2006年度よりX線波長変更に伴う光学装置位置調整や測定方法の完全自動化を進めている。この完全自動化計画のもと、自動波長変更システム、ビーム位置・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は既に完成しており、一般ユーザー実験に供されている。また、測定装置の位置再現性に加えてより厳密なデータ再現性を実現するために、物性の変化をモニター制御する物性同時測定システムの開発を進めている。以下に、2008年度開発した、温度装置自動導入システム、自動試料交換システムと組み合わせた温度可変自動試料交換システム、光吸収モニターシステムについて報告する。

### 2. 温度装置の位置再現性向上のための温度装置自動導入システムと温度可変自動試料交換システムの開発

温度装置は、そのステージのx軸手動マイクロメーターを用いて、試料測定位置への導入と退避が行われていた。試料位置調整用のカメラは試料の真下にあり、試料の回転中心をビーム位置に合わせる作業や温度変化を伴う測定には、同マイクロメーターを用いて位置調整する必要があった。このステージには調整軸が3つ（xyz軸）あり、不慣れなユーザーによる誤操作などがしばしば発生していた。さらに、マイクロメーターの精度は100μmしかなく、温度装置移動時に試料温度が大幅にずれることが起り、データの再現性にも影響を与えていた。また、2008年度に開発した自動試料交換システムをこの手動温度ステージに据え付けることができず、自動試料交換システムの利用は室温での測定に限られていた。これらの問題を解決するため、2009年3月に温度装置自動導入システムを開発した。この装置の導入により、ハッチ外からパルスモーターを制御して温度装置を移動させることができ、ユーザーによる誤動作の解消、温度装置の位置再現性向上および実験データの再現性の向上がなされた。また、新たに開発した温度装置自動導入システムは自動試料交換システムと組み合わせることができ（図1）、温度可変条件下での自動試料交換が可能になった。全測定過程はLabViewで作成されたプログラムでハッチ外から制御できる。この温度可変自動試料交換システムの開発は、X線粉末回折装置のユーザーフレンドリー化とハイスループット化に貢献した。

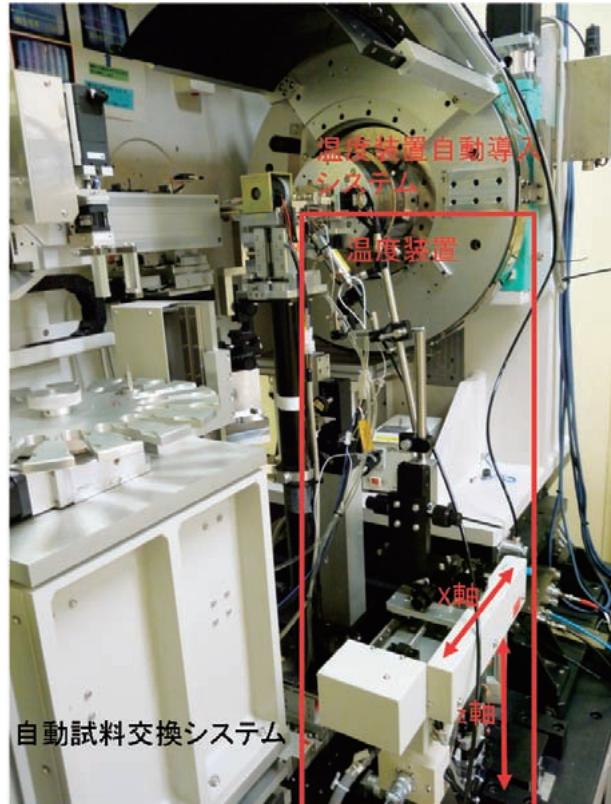


図1 温度装置自動導入システムと自動試料交換システムを組み合わせた温度可変自動試料交換システム

### 3. 物性制御によるデータ再現性向上のための光吸収モニターシステム開発

試料の物性を制御することによりX線回折データの再現性を向上させる物性同時測定システムの開発を進めている。本システムは、外場で制御された物性をモニターしながらその物質のX線回折データを取得することで、物性と構造を厳密に対応付けた構造物性研究を可能にする。2008年度は、物性同時測定システムの構成要素のひとつである光吸収モニターシステムの開発を行った（図2）。温度制御下での試料状態または外場状態をモニターするこのシステムは、単一波長のレーザー光を試料に照射し、試料を透過したレーザー光をPIN-PDで検出し、その強度をオシロスコープで読む。全操作はハッチ外から可能であり、パソコンで入力した時間間隔でレーザー光強度をリアルタイムでモニターできる。このシステムを用いることにより、試料状態と外場状態の確認と制御がリアルタイムで可能になり、物性と構造の相関について、より信頼性の高い実験ができるものと期待される。

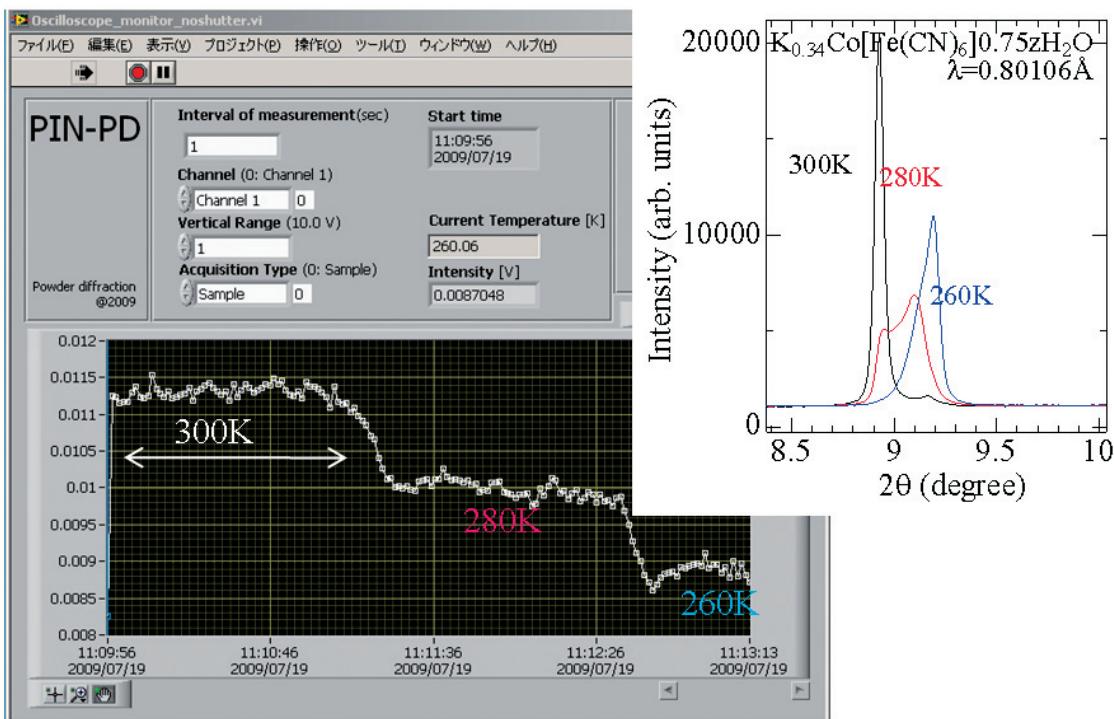


図2 光吸収モニターシステムのプログラムとCoFeシアノ錯体の光透過率とX線回折パターン変化

#### 4. 今後の展開

2008年度には粉末回折測定の完全自動化を目指し、温度装置自動導入システムを開発し、ユーザーに提供した。その結果、温度装置のステージ移動に対するユーザーの誤操作をなくし、温度装置の導入精度を高めた。なお、自動試料交換システムと組み合わせた温度可変自動試料交換システムの開発を行い、自動試料交換システムを用いた温度制御実験が可能となった。これは、自動試料交換システムの効率的な運用が可能となっただけではなく、測定装置の導入精度の向上によるデータ再現性の向上にもつながり成果拡大も期待される。また、光吸収モニターシステムの開発は物性の再現性を向上させ、データ再現性を高めるだけではなく、物性と構造の相関研究にも貢献すると期待される。

今後は、誘電応答や熱特性など他の物性と結合電子レベルでの構造変化を精度よく対応つける物性-X線回折同時測定システム開発を目指す予定である。

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