

## BL02B2 粉末結晶構造解析

### 1. 概要

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。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	$\Delta E/E \sim 2 \times 10^{-4}$ (@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。

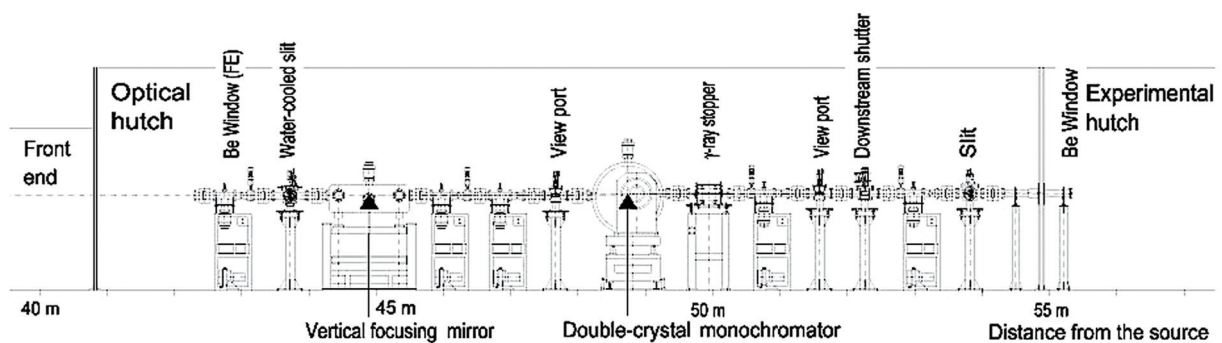


図1 BL02B2光学全体レイアウト

ビームラインの基本性能と実験装置の詳細は、<http://www.spring8.or.jp/wkg/BL02B2/instrument/lang/INS-0000000409>を参照して頂きたい。

### 2. 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94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。

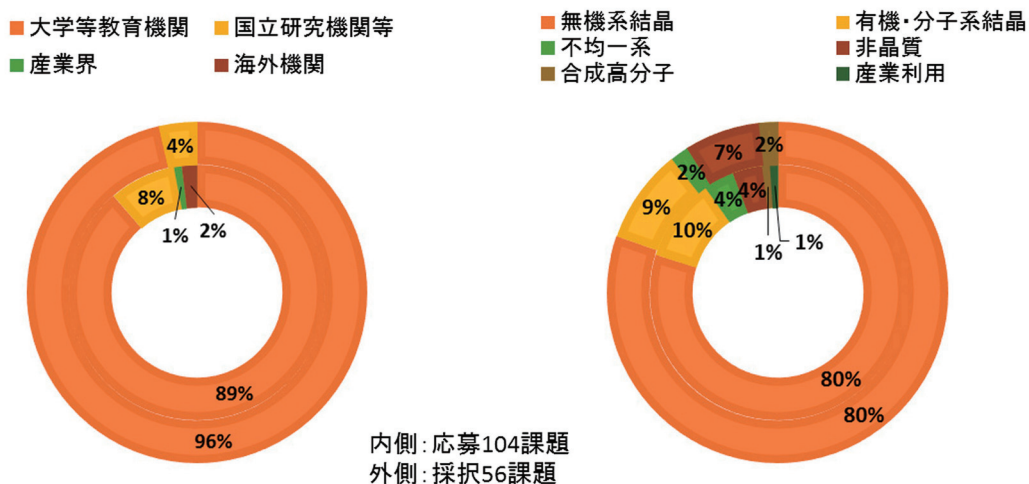


図2 2013年度のBL02B2の応募・採択課題数の機関割合 (左図)、研究分野割合 (右図)。

### 3. BL02B2の整備状況

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ーは、ツジ電子社製のステッピング・モーター・コントローラを用いて制御している。 $\phi$ 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。

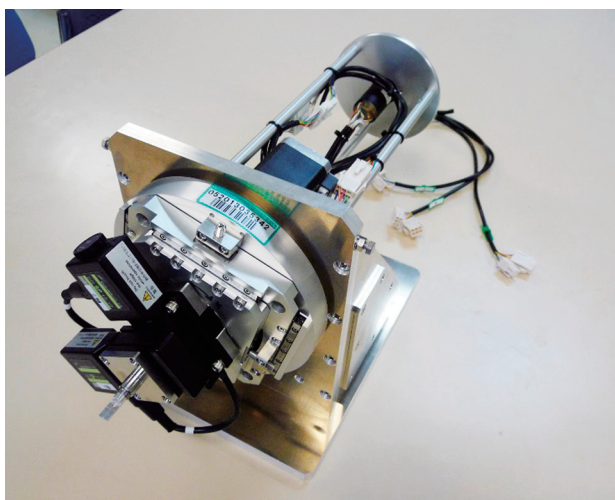


図3 キャピラリー試料位置自動調整のためのスピナーステージ。

### 4. まとめ

2013年度の高度化では、新たに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を作成し、画像認識によりキャピラリー試料のセンタリングを自動化した。本高度化により、人的なオペレーションミスや試料交換時のタクトタイムを軽減することが可能となり、限られたビームタイム内で実験に割ける時間の増加が見込まれる。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、non-ambient条件下での多試料の粉末回折実験の迅速化も期待できる。

利用研究促進部門  
 構造物性Iグループ 動的構造チーム  
 杉本 邦久、藤原 明比古