

## BL02B2 粉末結晶構造解析

粉末結晶構造解析ビームラインBL02B2に設置されている大型デバイセラーカメラの供用開始（1999年第9サイクル）から2年近くが経過した。その間に、様々な装置の整備、高度化を行い、現在の状況に至っている<sup>[1]</sup>。ここでは、2年目に行ってきた主な整備、新設した点を紹介する。

### 1. 窒素ガス吹付け型低温装置（図1）の導入

このデバイセラーカメラでは、粉末回折実験が15Kから1000Kの温度範囲で行うことが可能になっている。これまでは、BL02B2専用の装置として、15Kから室温まではクライオスタート、室温から1000Kまでは窒素ガス吹付け型高温装置が整備されていた。更に、液体窒素温度程度までの低温実験を要望するユーザーのために、窒素ガス吹付け型低温装置を専用装置として設置した。これにより、90K程度までの実験を行う場合は、試料を容易に数分以内で冷却することが出来るようになった。

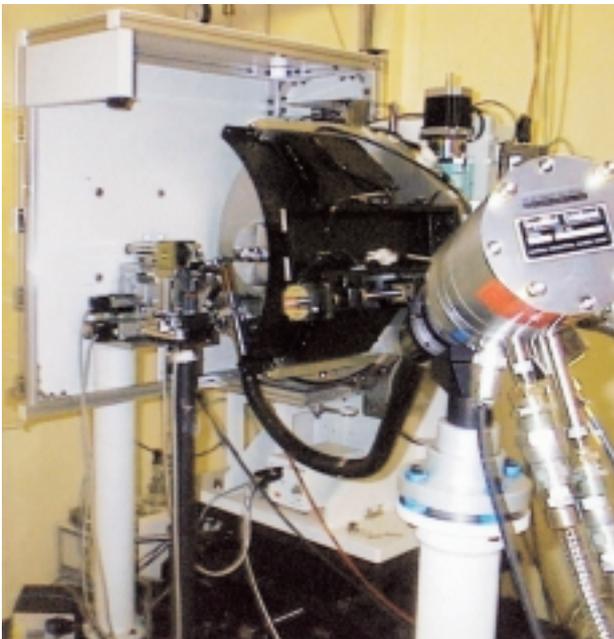


図1 窒素ガス吹付け型低温装置

### 2. 試料温度制御システムの構築

1.により窒素ガス吹付け型低温装置を加えて、温度変化用装置が3台になり、試料の温度を変える基盤的システムは揃った。更に、ユーザーが温度変化による実験を、効率良く、確実に行える統合化した温度制御システムの構築が必要となった。そのため、1台の温度制御コントローラ

ーに熱電対及びヒーター切り替えユニットを設けた（図2）。これにより、それぞれの温度変化用装置の使用時に、ユーザーはヒーター、熱電対用ケーブルを一切配線しなおすことなく、スイッチひとつで制御装置の切り替えを行う事が出来るようになった。この試料温度制御システムの統合化に基づき、更にLabVIEWにより装置制御プログラムを作成し、自動温度変化測定システムを組み込んだ。その結果、1枚のIPを使って、試料の温度を変えながらの自動測定ができるようになり、多くのユーザーに利用されている。



図2 試料温度制御ユニット

### 3. ロングコリメーター（図3）の作製

これまで、本装置のコリメーターとして、長さが220mmのものを用いてきた。この長さでは、コリメーター先端から試料位置までの距離100mmほどの間で、入射ビームの露出する領域が生じる。そのため、コリメーターの長さを90mm延長し、ビームの露出する領域をできる限り狭くした。その結果、入射ビームの空気散乱によるバックグラウンドの上昇をおさえることが出来、よりS/N比の高いデータが得られるようになった。この改良と同時に、コリメーターの径をこれまでの水平方向1.0mmから3.0mmにすることにより、1/3程度の時間で従来と同等の統計精度のデータが得られるようになった。



図3 ロングコリメーター

#### 4. IPスリット(図4)の増設

大型デバイセラーカメラに装着されているIPスリットは、1枚のIPに複数のデータを連続して測定が出来るように設計されたものである。これまでのスリット幅は10mmで、最高18本の連続測定が可能であったが、ユーザーからの要望もあり、さらに多くのデータを1枚のIPに記録できるように、幅の狭いスリットの増設を行った。新しく作製したIPスリットは、スリット幅6mmで、最高30本の連続自動測定が可能となっている。現在は、19本以上の連続測定を必要とする場合に限り、6mmのIPスリットを使用している。

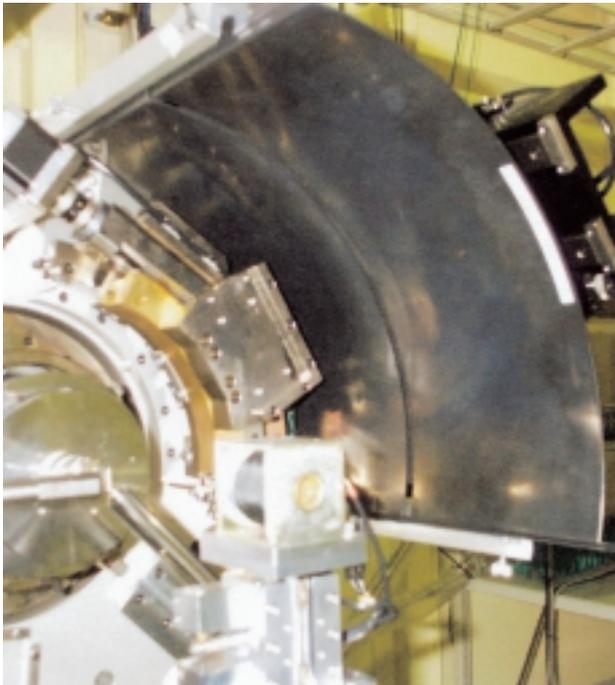


図4 IPスリット

1. により、90K程度までの低温実験を簡便に迅速に行う事が可能となった。2. により、ユーザーがマニュアル

にしたがって、容易に温度変化の自動測定を行う事ができるようになった。また、3. により、データの飛躍的なS/N比と統計精度の向上を図ることができた。4. では、連続測定点が増加したことによって、より細かい温度設定による自動測定が可能になり、例えば、構造相転移点を決定するときなどに利用されている。

以上の整備、高度化により、BL02B2はユーザーフレンドリーな装置となると同時にデータの精度の信頼性も大きく向上した。その結果、本ビームラインのユーザーからの信頼は益々増しており、ユーザーの増加、論文発表等の成果の拡大に大きく寄与している。今後さらに、新たな精密構造物性の研究分野を開拓するための整備及び高度化を重ねていく予定である。

(加藤 健一)

#### 参考文献

- [1] 高田昌樹、西堀英治、加藤健一、久保田佳基、黒岩芳弘、坂田 誠：放射光 **14** (2001) 28