

SPring-8利用推進協議会 第7回 有機・粉末結晶構造解析研究会
(日本薬学会第130年会スポンサードシンポジウム)
岡山大学 津島キャンパス 2010年3月29日

SPring-8 BL19B2 粉末X線回折の紹介

BL19B2

(財)高輝度光科学研究センター 産業利用推進室 大坂 恵一

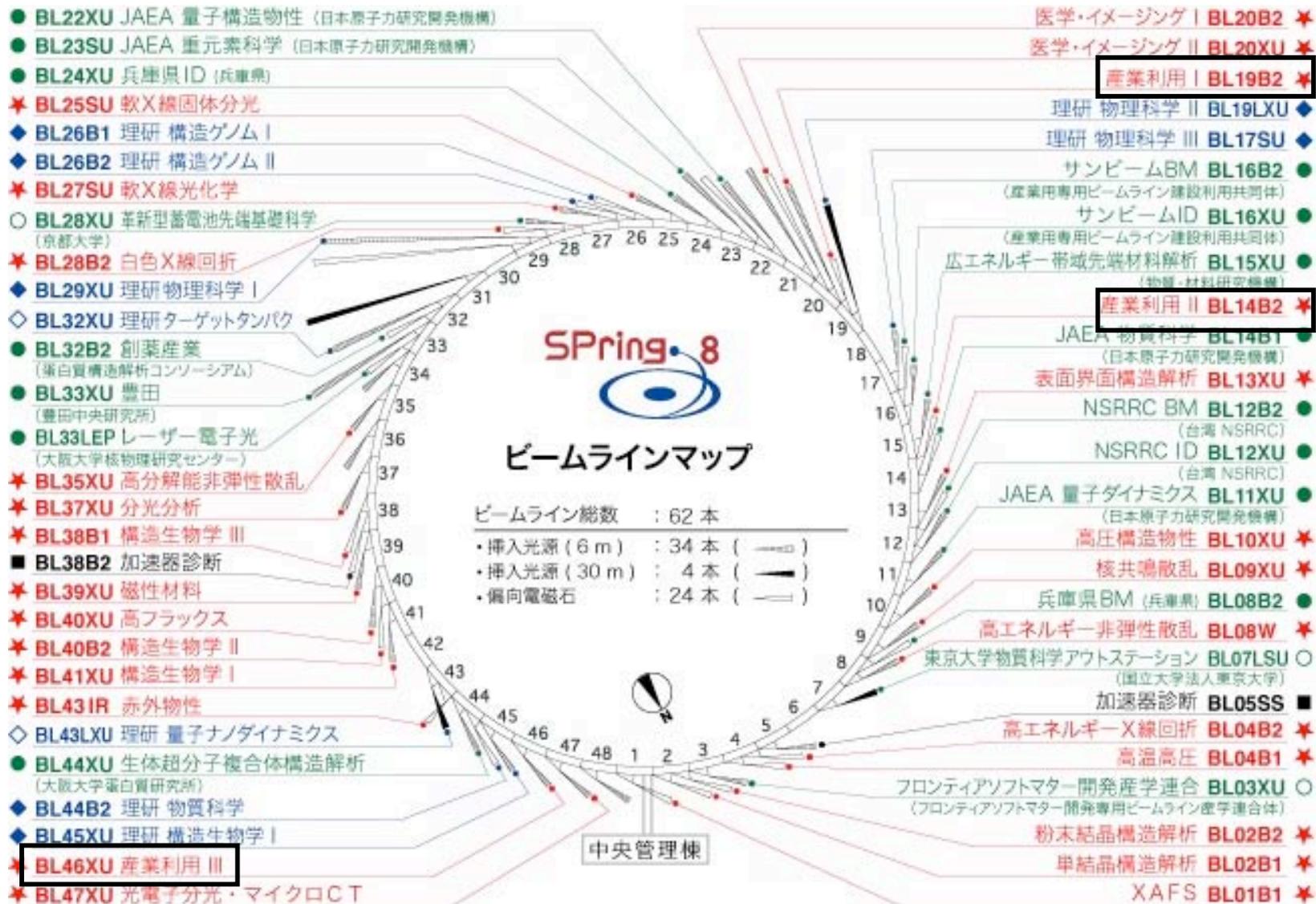
- 1 産業利用ビームライン I BL19B2
- 2 大型デバイシェラーカメラ
- 3 自動試料交換・測定システム (JukeBox)
- 4 JASRI共用ビームライン利用制度・産業利用推進室

1 産業利用ビームライン I BL19B2

2 大型デバイシェラーカメラ

3 自動試料交換・測定システム (JukeBox)

4 JASRI共用ビームライン利用制度・産業利用推進室



区分	数				合計
	共用	専用	理研	加速器診断	
稼動中	26	17	7	2	52
調整・建設中	0	1	2	0	3
合計	26	18	9	2	55

(2009.11.11)



産業利用ビームライン

BL19B2・・・ X線イメージング

多軸回折計(反射率, 薄膜回折, トポグラフィー, etc)

粉末回折計

小角散乱・極小角散乱

その他いろいろな回折・散乱実験(ユーザー持込装置, 要相談)

BL14B2・・・ XAFS

測定代行

ロボット(Sample Catcher)を用いた自動測定

BL46XU・・・ 多軸回折計(反射率, 薄膜回折, etc)

硬X線光電子分光(HAX-PES)

その他いろいろな回折・散乱実験(ユーザー持込装置, 要相談)

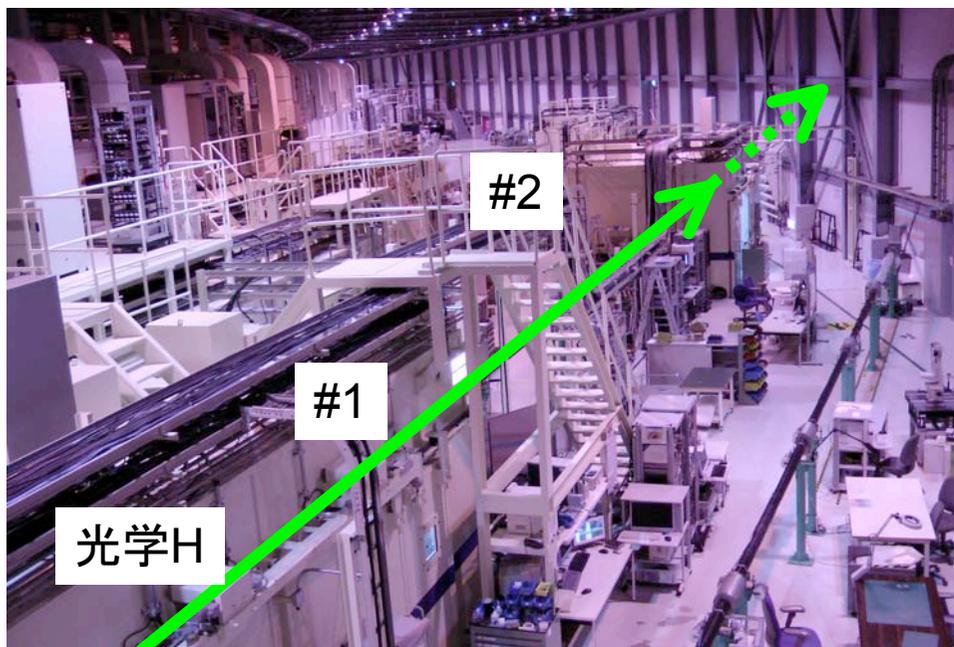
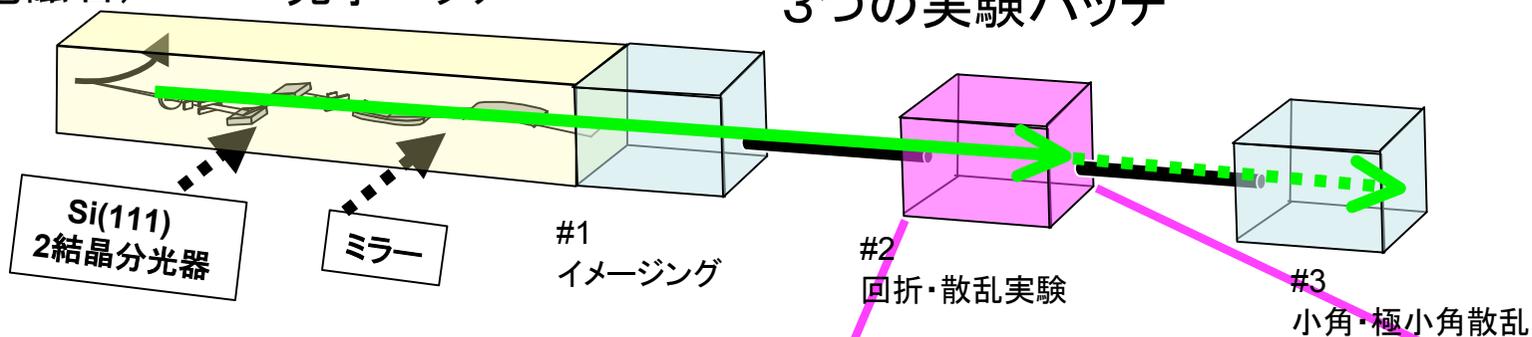
※ 2次元検出器PILATUS 利用可

BL19B2

蓄積リング
(偏向電磁石)

光学ハッチ

3つの実験ハッチ



1 産業利用ビームライン I BL19B2

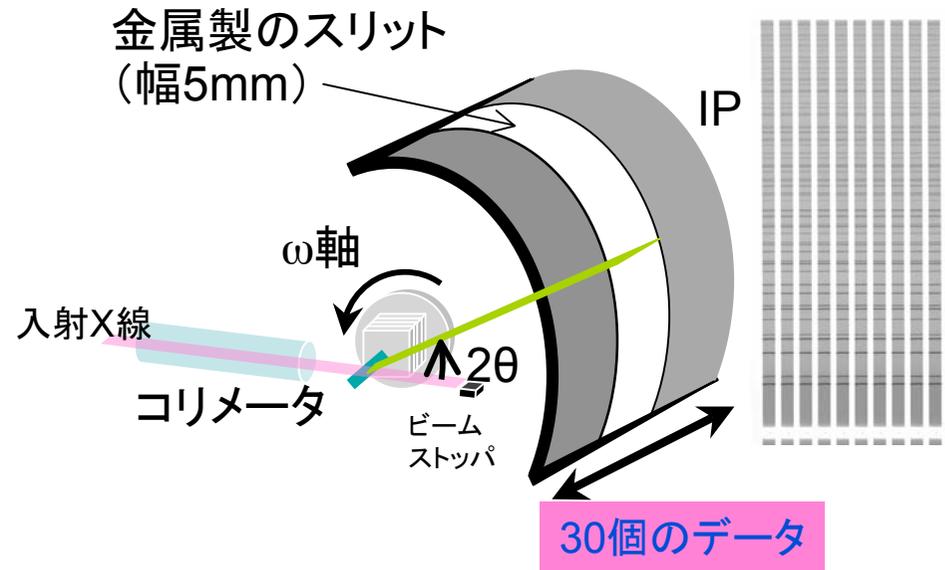
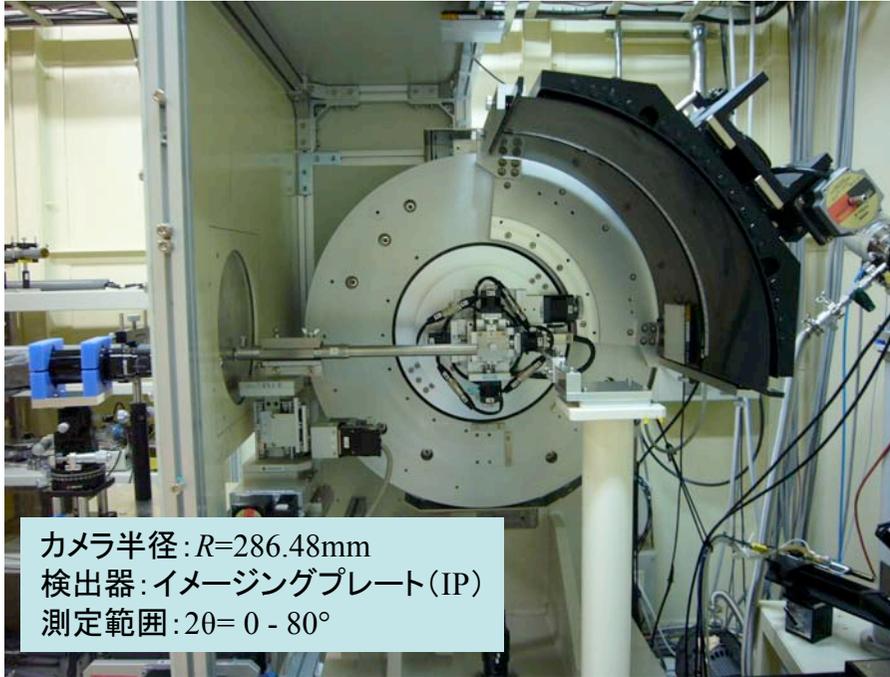
2 大型デバイシェラーカメラ

3 自動試料交換・測定システム (JukeBox)

4 JASRI共用ビームライン利用制度・産業利用推進室

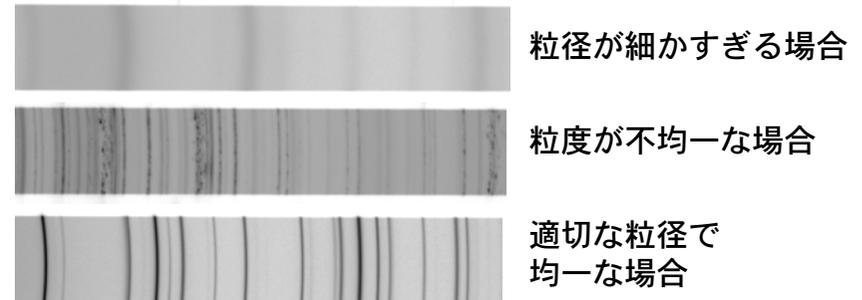
大型デバイ-シェラーカメラ

BL02B2と同型
精密構造解析・・・電子密度



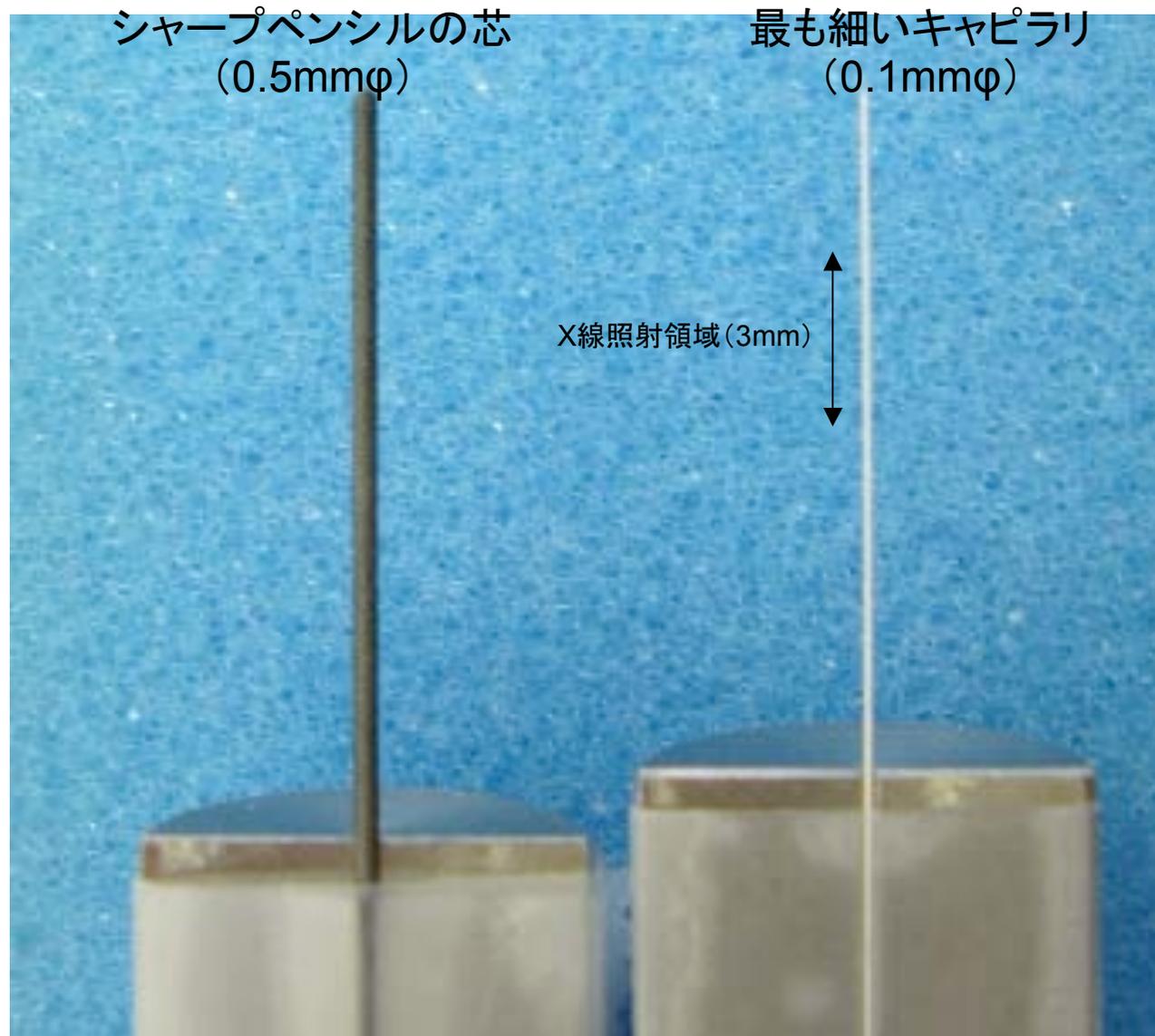
IPの特徴

- ・2次元画像から**結晶粒度**を評価できる
- ・ダイナミックレンジが広い(1:10000)
- ・光子検出効率の波長依存性が小さい
→ 調整しなくていい
- ・**広範囲**の回折角のデータを**一度に測定**できる
- ・検出できる光子の数に上限がある(飽和する)



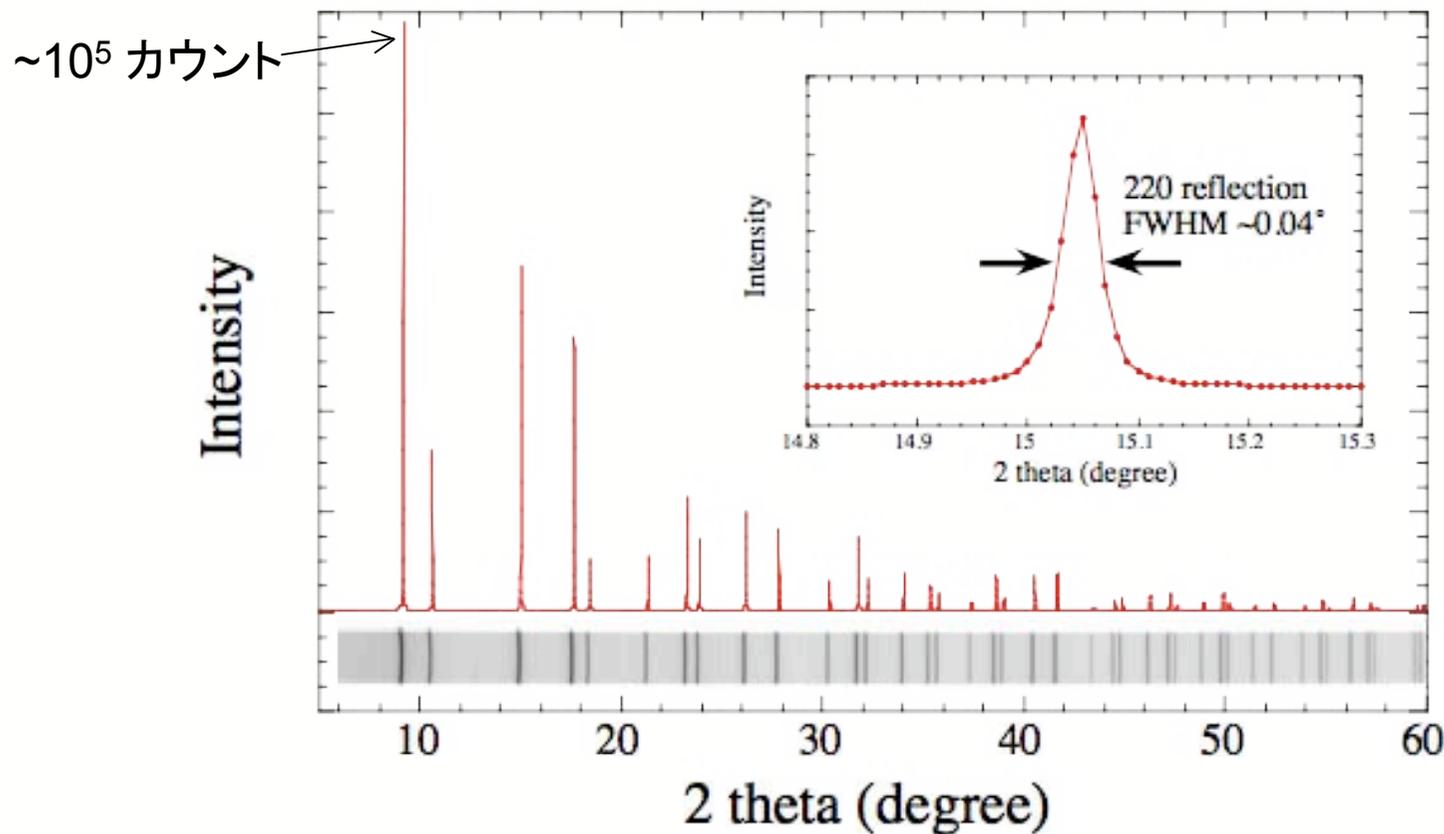
入射X線エネルギー：7~35 keV
(1.7~0.35 Å)

吸収が少ないエネルギーを選択
少量の試料 (数mg) で測定できる



BL19B2で得られる粉末回折データ

CeO₂粉末, キャピラリ内径0.1mmφ, 露光5分, $\lambda=0.5 \text{ \AA}$

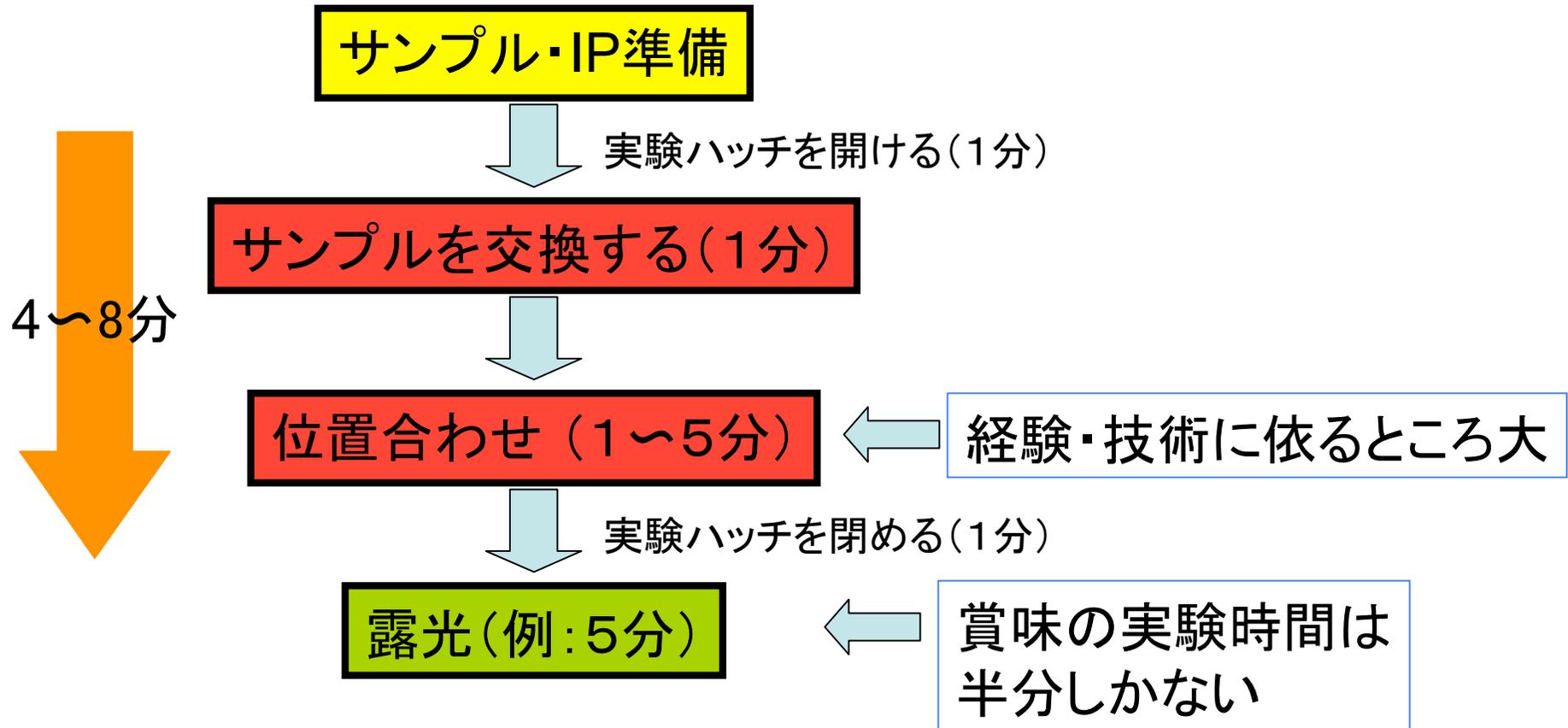


IP上の
デバイリング

わずか数ミリグラムの試料から, 短時間で
実験室系では得られない高品質のデータが得られる

- 1 産業利用ビームライン I BL19B2
- 2 大型デバイシェラーカメラ
- 3 自動試料交換・測定システム (JukeBox)
- 4 JASRI共用ビームライン利用制度・産業利用推進室

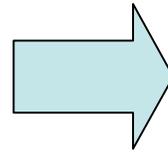
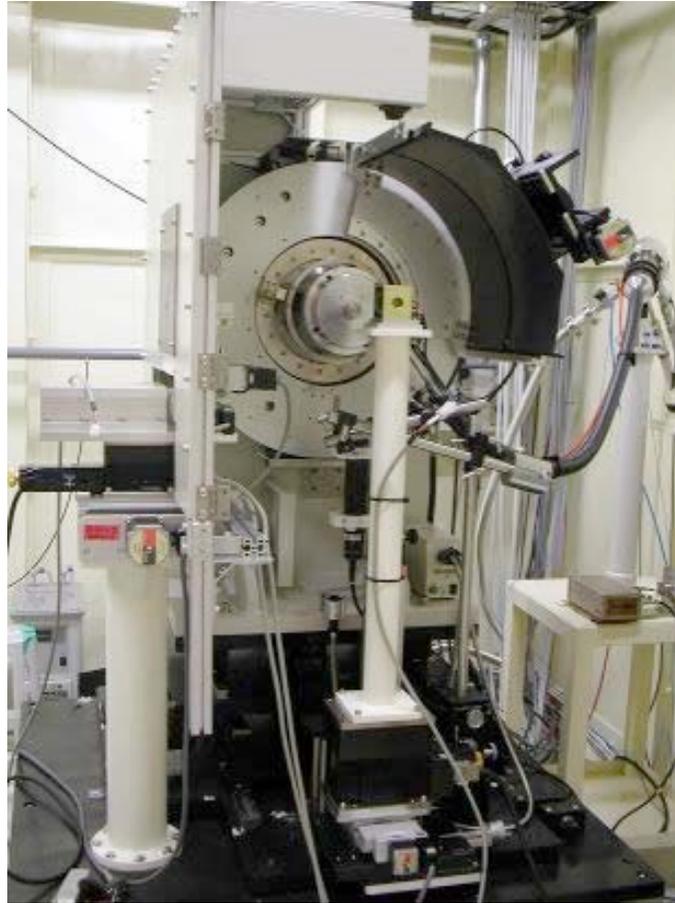
実験にかかる(本質的でない)時間や苦勞を減らしたい!



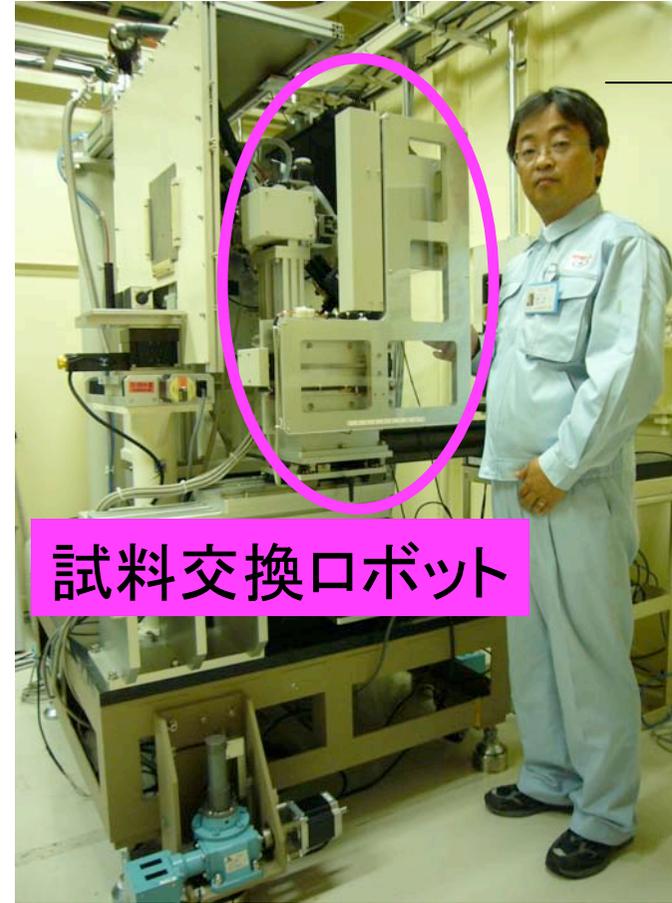
せめて実験時間を80%くらい利用できれば...

自動試料交換・測定システム “JukeBox”

2009年3月まで



2009年4月から



170cm

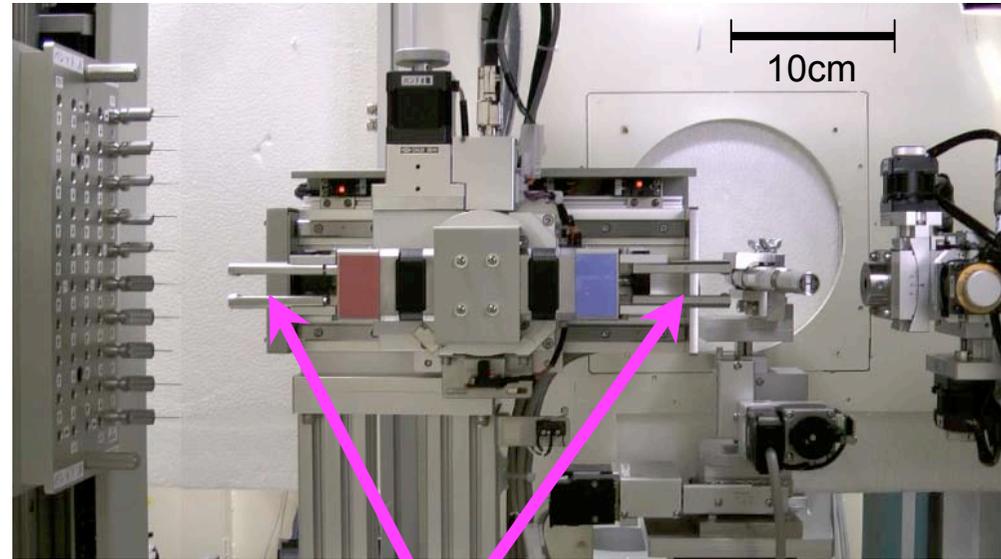
試料交換ロボット

試料交換ロボット部



100サンプル
装填可能

50サンプル × 8パレット = 400個

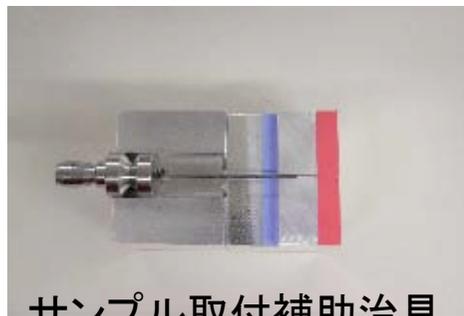


手が2つある

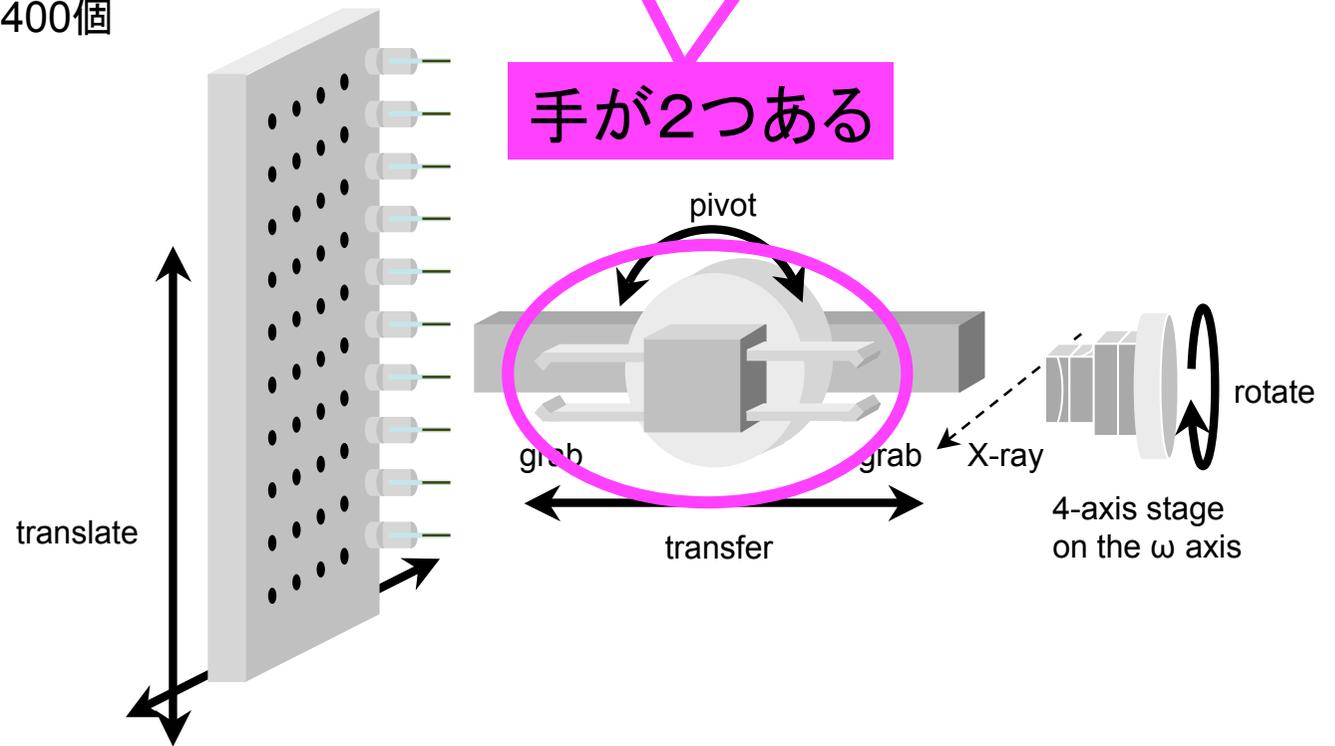


単3電池

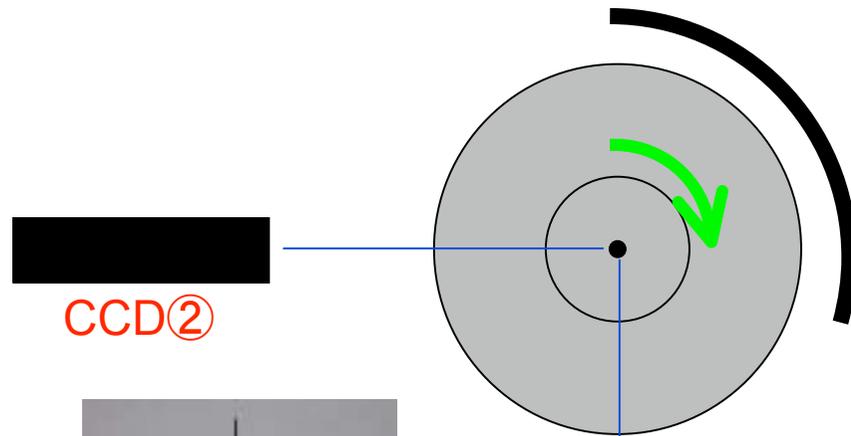
サンプルホルダ



サンプル取付補助治具



試料自動センタリング機構(試料の位置合わせ)



CCD②

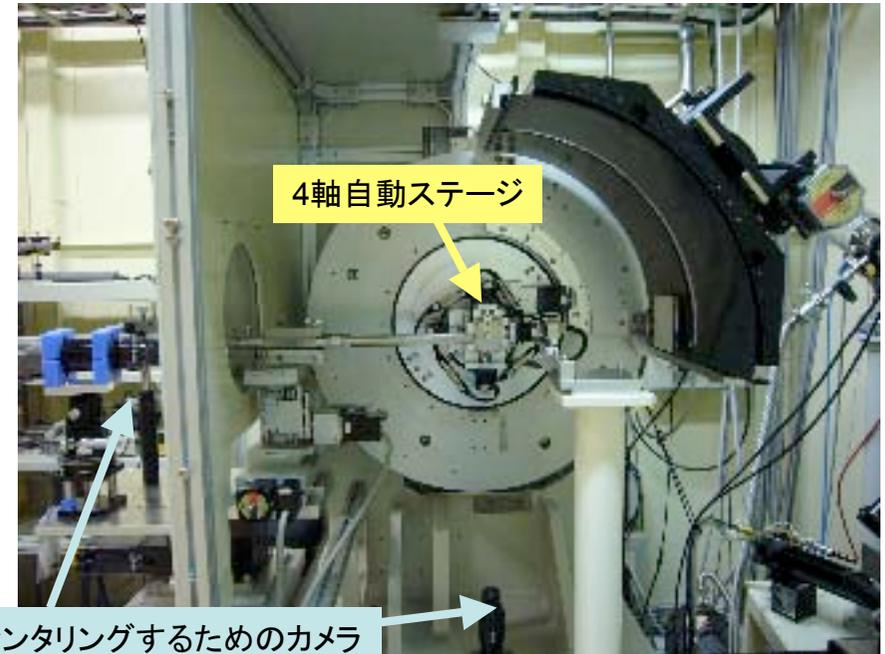


1~5分 10 μ m

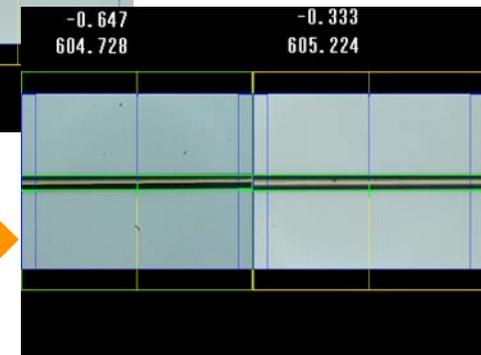
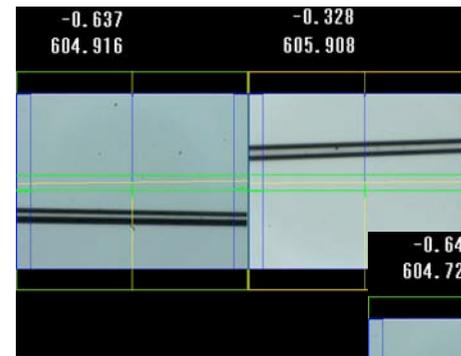


3~5秒 1 μ m

CCD①



試料センタリングするためのカメラ



測定はExcelファイルを介して行う

Microsoft Excel - Powder_室温_v9.3.xls

入力方法
赤字の欄：必須
青字の欄：必要ならば適宜入力
黒字の欄：入力必要なし

室温測定マクロ作成
印刷

IP初期位置 0

実験条件
波長 (エネルギー) / ミラー角 1.0 / 3.5
その他

データ	番号	試料名	露光	IP移動	IP位置	判定	備考 (1次元データ名等)	終了予定
1	1	001	5	20	0			0 時間 6 分後
2	2	002	5	20	20			0 12
3	3	003	5	20	40			0 17
4	4	004	5	20	60			
5	5	005	5	20	80			
6	6	006	5	20	100			
7	7	007	5	20	120			
8	8	008	5	20	140			
9	9	009	5	20	160			
10	10	010	5	0				
11		end						
off	12							
off	13							

- メールでお知らせ機能
- ビームが落ちた
 - センタリングに失敗した
 - 測定が終了した...



測定終了時間の目安

Microsoft Excel - Powder_低温_v9.3.xls

低温測定マクロ作成

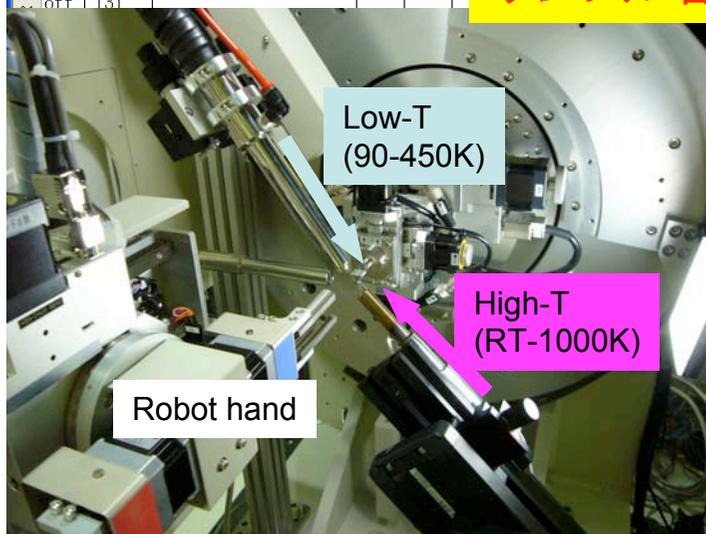
入力方法
赤字の欄：必須
青字の欄：必要ならば適宜入力
黒字の欄：入力必要なし

開始時刻

IPファイル名

データ	試料	試料名	温度(K)	待ち	露光	IP移動	IP位置	判定	備考 (1次元データ名等)	終了予定
1	1	001	80	2	5	20	10			0 時間 6 分後
2			150	2	5	20	30			0 13
3			250	2	5	20	50			0 22
4	2	002	80	2	5	20	70			0 27
5			150	2	5	20	90			0 34
6			250	2	5	20	110			0 44
7	3	003	80	2	5	20	130			0 48
8			150	2	5	20	150			0 55
9			250	2	5	0	170			1 2
10		end					170	NG		1 2
11							170	NG		1 2
12							170	NG		1 2

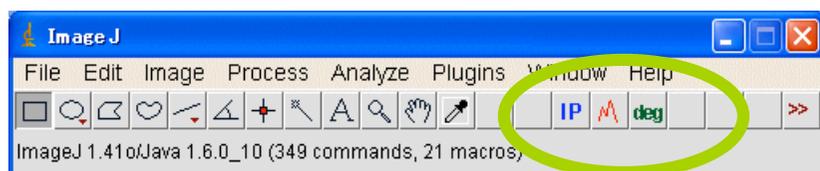
Excelシートに必要事項を入力する
サンプル名, 温度, 露光時間, etc



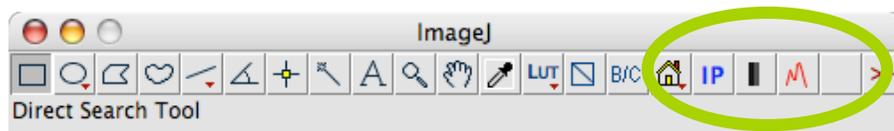
データ処理

ImageJを利用したデータ処理 (Win/Mac/Linuxいずれも使えます)

ImageJ: 米国立衛生研究所で開発された画像処理ソフト(フリー)
ダウンロード → <http://rsbweb.nih.gov/ij/>

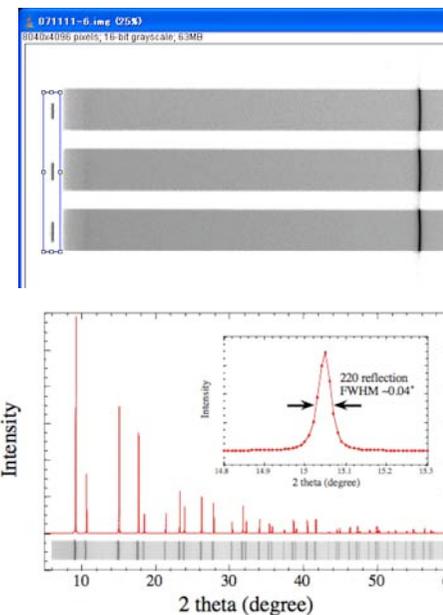


産業利用推進室で
プラグインを開発・マニュアル完備



主な機能

- ① IPの画像ファイルを開く
- ② デバイリングを観察
 - ・・・結晶粒度をチェック
- ③ 2θ-強度のテキストデータを作成・保存
 - ・・・連番ファイル作成機能
- ④ 長時間精密測定のための露光時間を見積もる



自動化による効果

	自動化前	自動化後
サンプル交換	2分	30秒
位置合わせ	1～5分	5秒
その他の動作	10秒	10秒
露光（短時間）	5分	5分
測定時間の割合	40～60%	85%
1時間あたり	5～6個	10.5個
操作頻度・人手の必要性	常駐	3時間毎

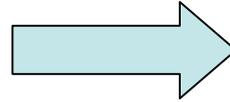
実験に関わる費用（ビーム使用料，人件費，交通費，etc）削減



(えこりん村 <http://www.ecorinville.com/>)



(さくさく村 <http://oisii.jp/>)



(社団法人農林水産技術情報協会 <http://www.afftis.or.jp/>)

測定準備
試料入替
位置合せ
データ変換



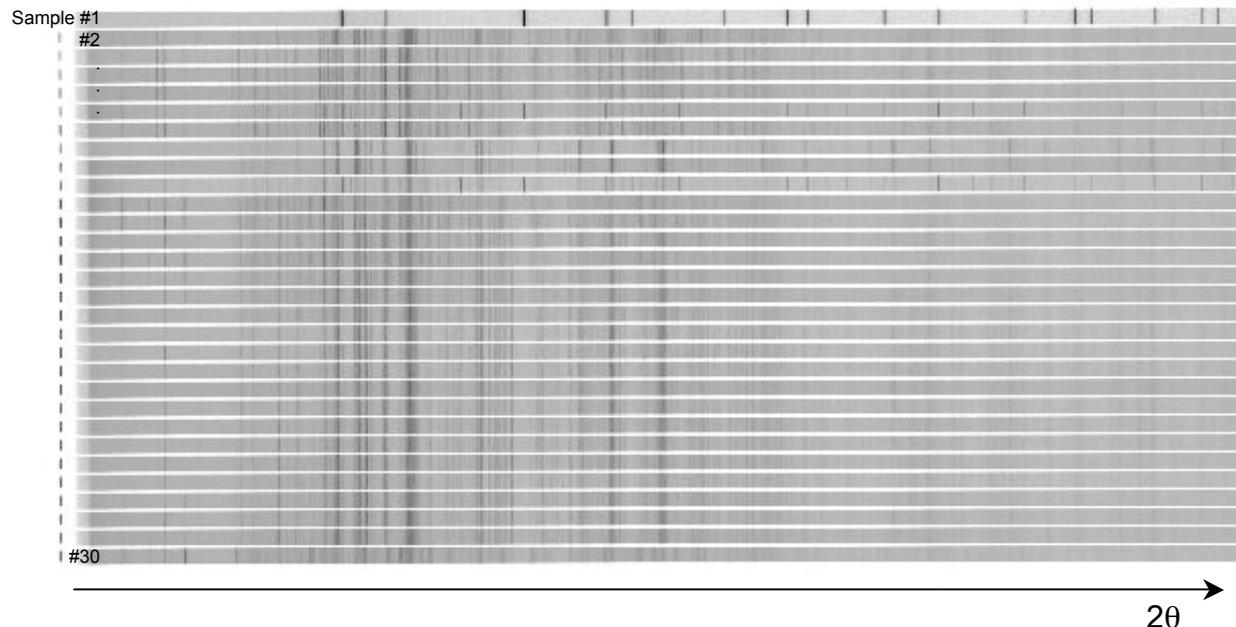
(農林水産省 農林水産研修所 農業技術研修館
<http://www.kanbou.maff.go.jp/atti-kensyukan/>)

- ・苗作り(試料作製→加工→**キャピラリに封入**)
- ・料理(解析?・・・粉末回折の場合, 自動化は困難)

応用例・・・データベース構築技術として

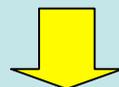
犯罪捜査用の土壌のデータベース構築

・・・東京理科大・中井泉教授, 産総研・今井登氏との共同研究



波長：1 Å
露光時間：10分 / サンプル
5.5時間 / 30サンプル

全国各地から収集した土壌に含まれる重鉱物の特徴を利用
犯行現場の状況理解・事件解決の一助となる

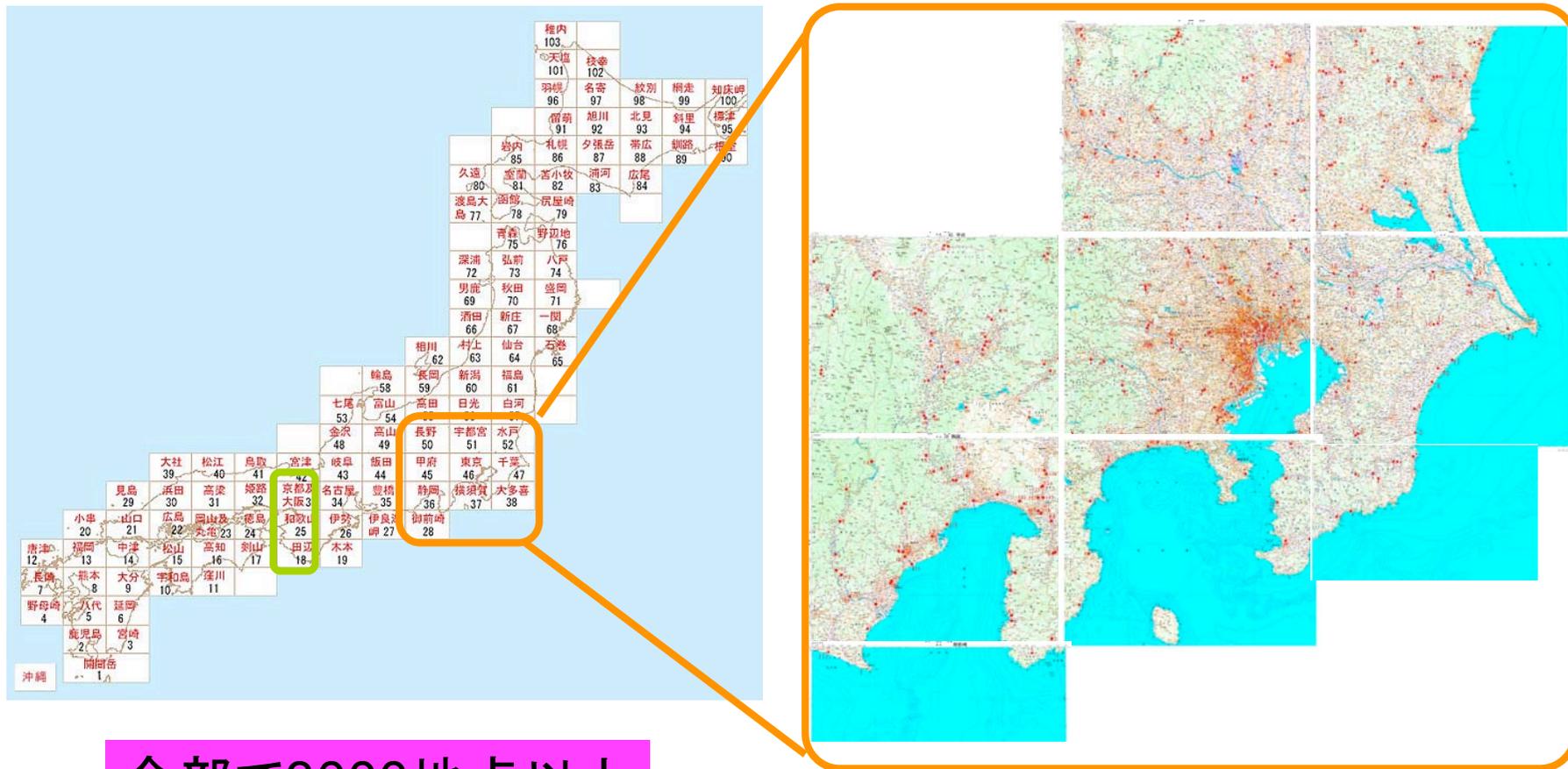


犯罪の広域化・複雑化に対応

今後は・・・食品産地偽装問題, 薬品の品質保全・管理のためのデータベース, etc

日本全図を作成するには・・・

(「日本の地球化学図」環境と汚染 有害元素を含む全国元素分布 <http://riodb02.ibase.aist.go.jp/geochemmap/> より)



全部で3000地点以上

関東地方:320地点(2.5日)
近畿地方:120地点(1日)

自動測定化なしには遂行困難

1 産業利用ビームライン I BL19B2

2 大型デバイシェラーカメラ

3 自動試料交換・測定システム(JukeBox)

4 JASRI共用ビームライン利用制度・産業利用推進室



SPring-8 共用ビームラインの利用制度



産業利用促進のための施策



➤ 産業利用BLの充実

産業利用Ⅰ: BL19B2 (XRD, 粉末回折, イメージング, 極小角散乱)

産業利用Ⅱ: BL14B2 (XAFS専用)

産業利用Ⅲ: BL46XU (アンジュレータ光源, XRD, XPS)

➤ 産業界利用者への支援施策

1. コーディネーター、技術支援スタッフの配置
2. 成果公開の2年間猶予制度
3. 年間公募回数の増加 (一般: 2回 ⇒ 重点: 4回 但し産業利用BL対象)
4. 1年間課題制度 (募集は1回/年、B期応募時のみ)
5. 測定代行制度 (XAFS分析対象、有償、随時受け付け)

➤ 研修会・講習会の実施

粉末回折測定研修会・・・2010年度は2回実施予定

1回目: 5月26日 (募集中: 4月26日最終〆切)

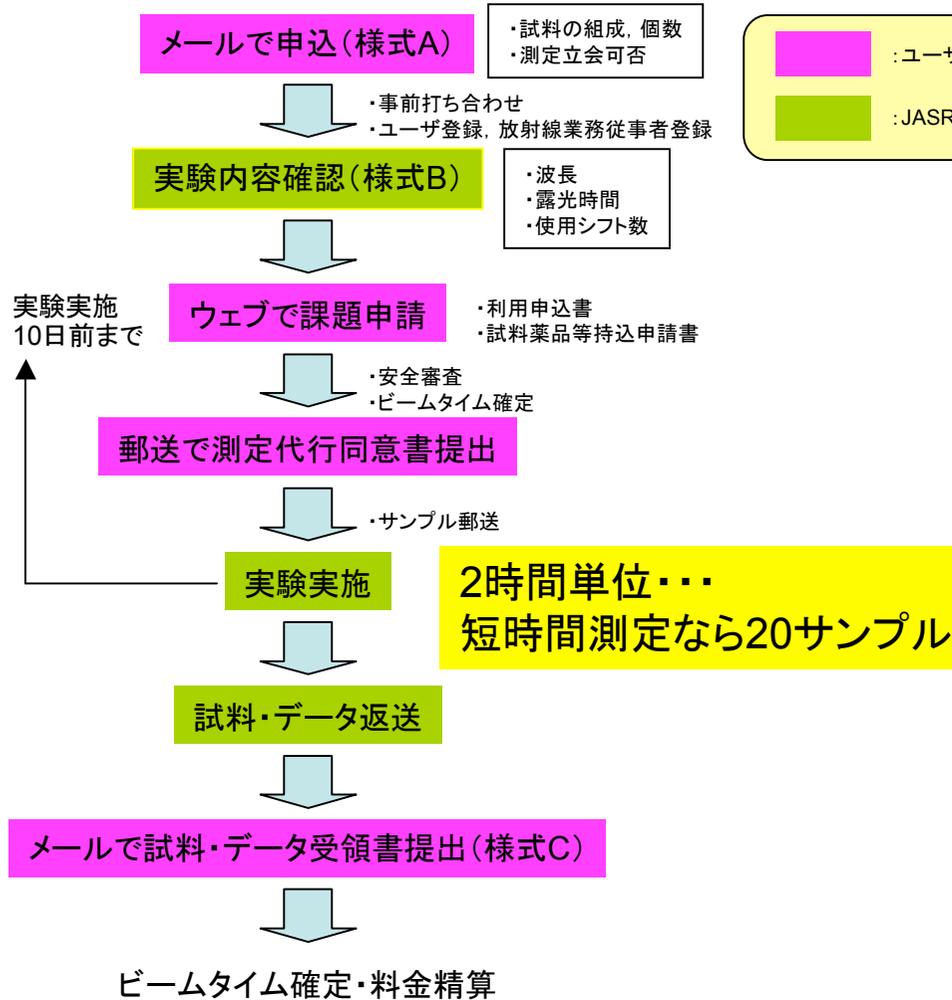
2回目: 12月ころ予定

産業利用目的での主な応募方法

1. 重点産業利用課題 (4回/年)
2. 一般課題 産業利用 (2回/年)
3. 測定代行 (XAFS@BL14B2, 粉末回折@BL19B2)

測定代行

JASRI産業利用推進室スタッフが、ユーザーに代わり、実験・測定を行う(立会も可能)。



随時受付中

測定代行のメリット

1. 課題申請からデータ取得までの期間を大幅に短縮
2. 経験・専門知識不問
3. 来所不要⇒サンプルを送付するだけでデータが得られる
4. 小単位での利用⇒2時間単位での利用が可能

利用料金

成果専有時期指定料金と同等:

180,000円/2時間

消耗品実費負担:

2,575円/2時間

【粉末回折・測定代行の相談窓口】

(財)高輝度光科学研究センター・産業利用推進室

TEL :0791-58-0924

E-mail: daikou19@spring8.or.jp (粉末回折測定代行)

(測定に関する事前相談先) 大坂 恵一(粉末X線回折測定)

TEL : 0791-58-0802(tone)3537

E-mail : k-osaka@spring8.or.jp

JASRI産業利用推進室

●室長：渡辺：半導体材料

y.wata@spring8.or.jp

●コーディネータ

▪梅咲：無機材料

umesaki@spring8.or.jp

▪古宮：電子材料

komiya@spring8.or.jp

▪杉浦：触媒材料

sugiuram@spring8.or.jp

▪二宮：蛍光分析

ninomiya@spring8.or.jp

▪橋本：金属材料

hashimot@spring8.or.jp

▪堀江：高分子材料

horiek@spring8.or.jp

▪八田：生体物理

hatta@spring8.or.jp

▪竹村：電子材料

takemura@spring8.or.jp

一般お問い合わせ窓口

support@spring8.or.jp



課題募集のお知らせ

募集中

産業利用BL(年4回募集):

2010A後期(2010年6~7月対象) 4月7日10:00 〃切

測定代行: 随時

共用BL(年2回募集, 産業利用BLも含む)

2010B期(2010年10~12月対象) 6月初旬?

詳しくは

http://www.spring8.or.jp/ja/users/proposals/call_for/

産業利用推進室HPも ご参照ください

<http://support.spring8.or.jp/>