

2011年8月12日 SPring-8ガラス・セラミックス研究会（第2回）
ガラス・セラミックス材料の構造を分析・解析するためのX線回折法の利用

SPring-8 BL19B2 粉末X線回折装置の紹介

BL19B2

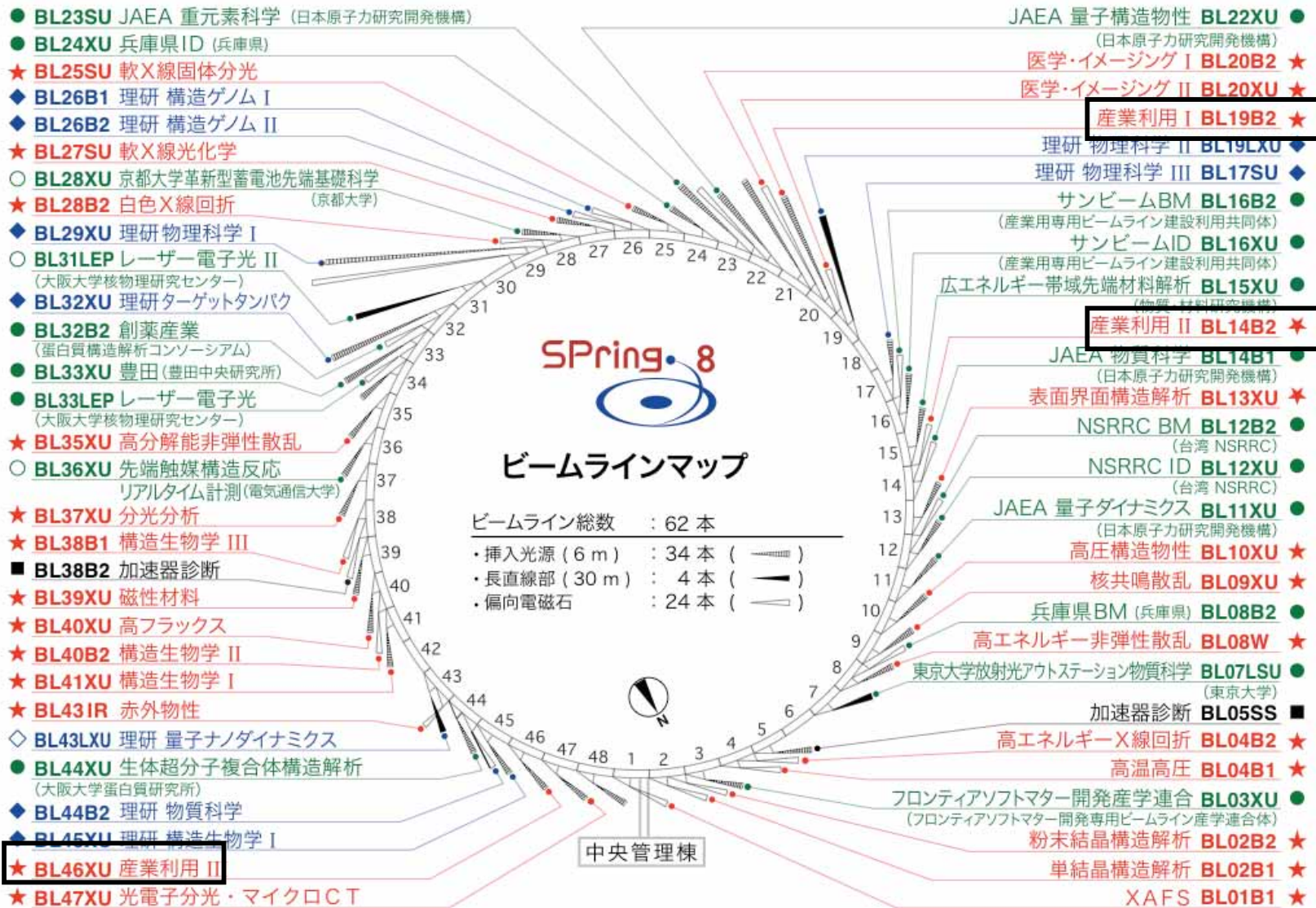
(財)高輝度光科学研究センター 産業利用推進室 大坂 恵一

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



区分	B L 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	3	2	0	5
合計	26	20	9	2	57

(2010.8.9)



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)

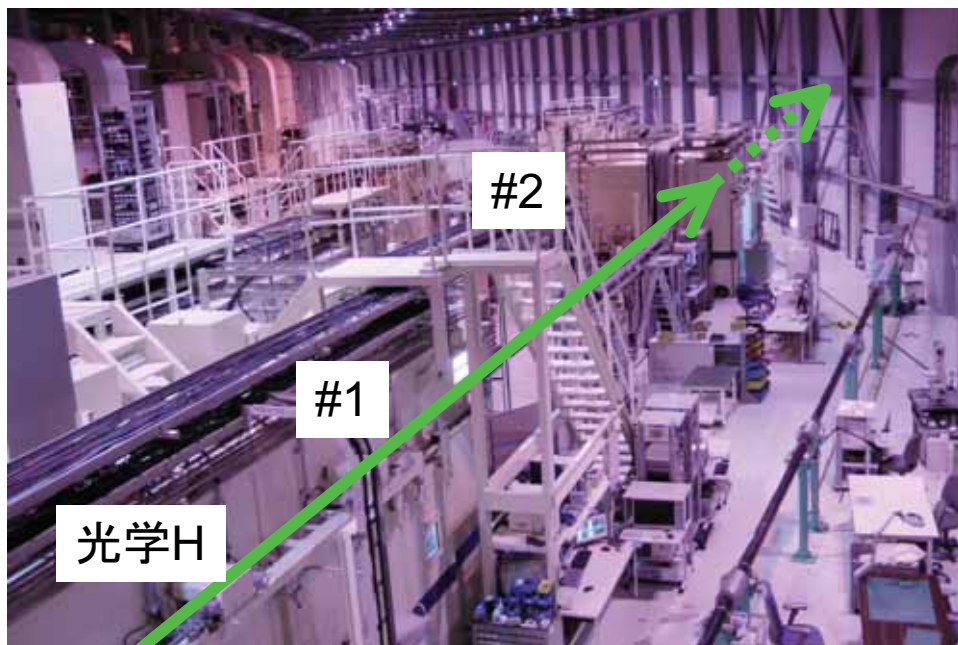
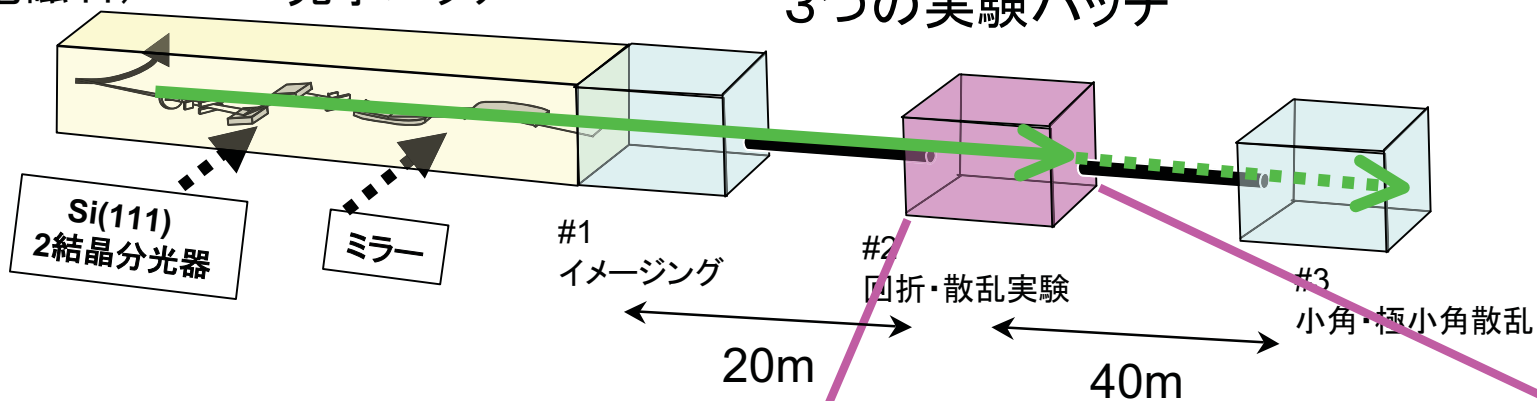
※ 2次元検出器PILATUS 利用可

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(BL19B2 第2実験ハッチ)

6-2 Debye-Scherrer 法

図6-1に代表的 Debye カメラが示されている。それは光の漏らないふたのついた円筒形の箱。入射ビームを取入れ、方向を定めるコリメーター、透過ビームを制限し、止めるビーム止め、フィルムをカメラの内壁に密着させるとめがね、回転する試料台などからできている。

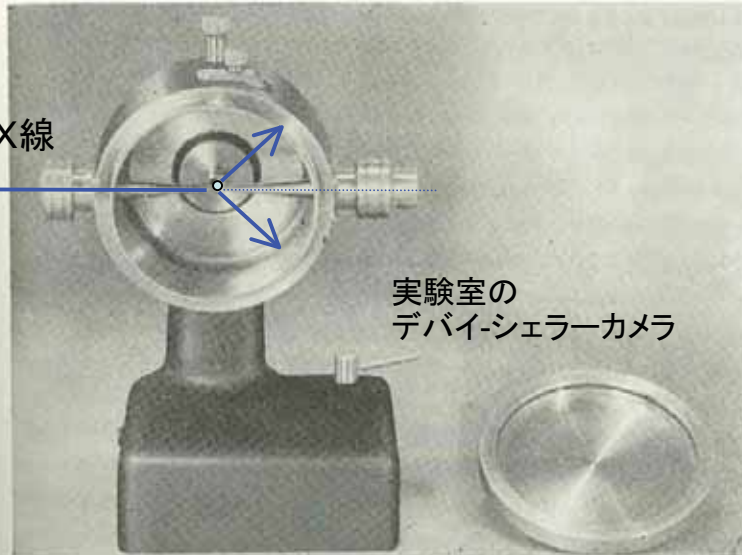
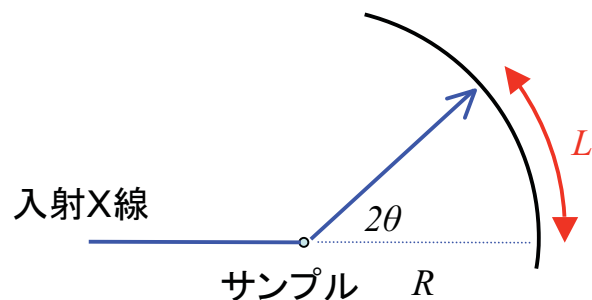


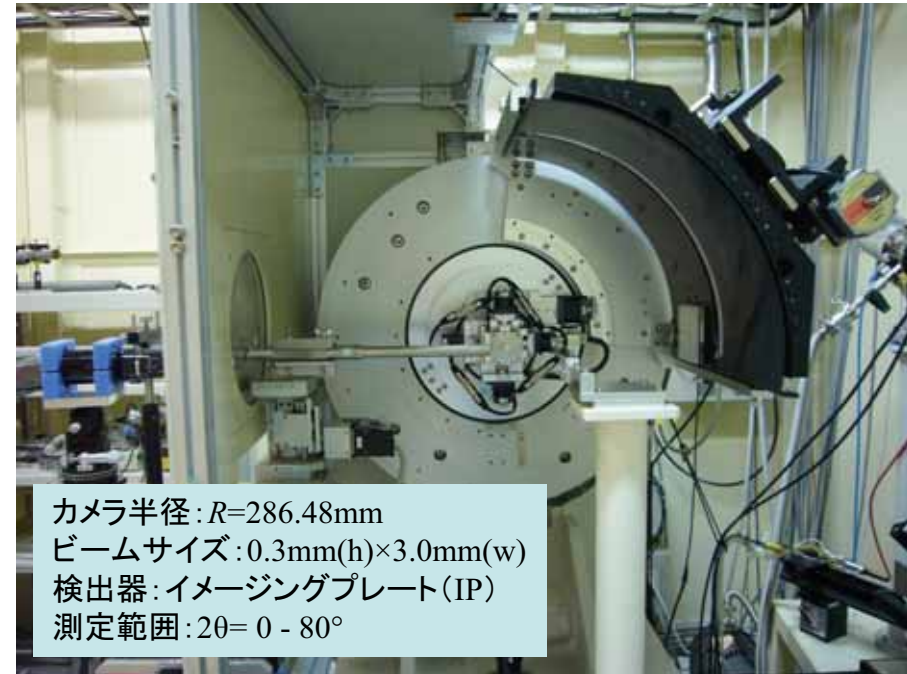
図 6-1 Debye-Scherrer カメラ。右下はそのふた (North American Philips Company, Inc. の好意による)。

カメラの直径は約 5~20 cm である。直径が大きいほど一定フィルム上の特定の2本の線の分離性や解像力が大きくなる。分光学においては、解像力はX線の互いに非常に接近した波長の2成分を区別する能力をいい、 $\lambda/\Delta\lambda$ で与えられる。 $\Delta\lambda$ は2本の波の波長の差であり、 λ はその平均値である。結晶構造解析で、解像力を画間隔が非常に近い二組の

(カリティ: X線回折要論)



BL02B2と同型 精密構造解析・・・電子密度

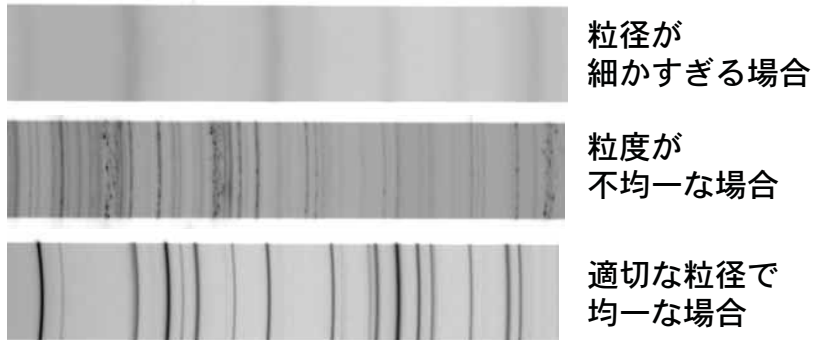
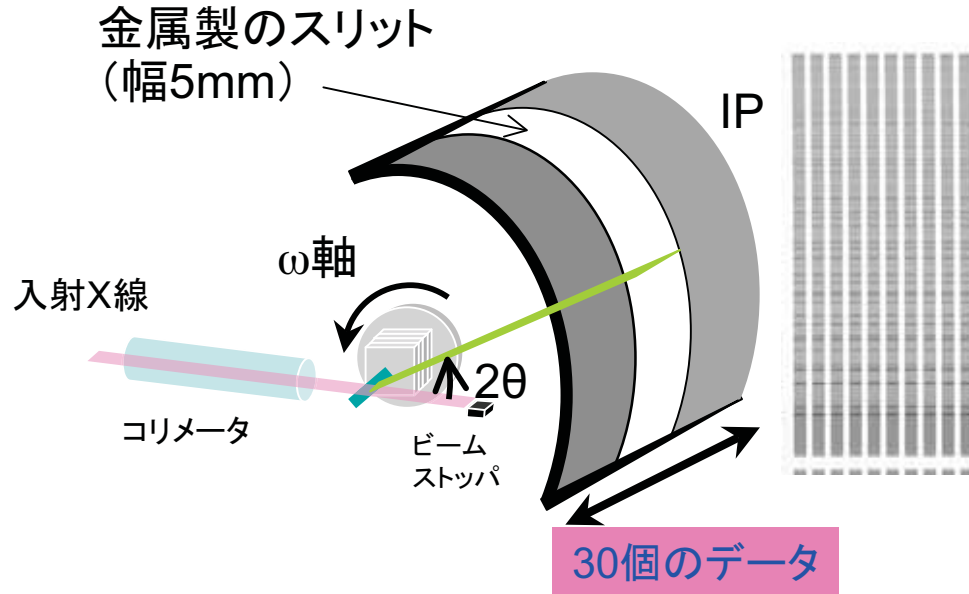


カメラ半径: $R=286.48\text{mm}$
 ビームサイズ: $0.3\text{mm}(h)\times 3.0\text{mm}(w)$
 検出器: イメージングプレート(IP)
 測定範囲: $2\theta = 0 - 80^\circ$

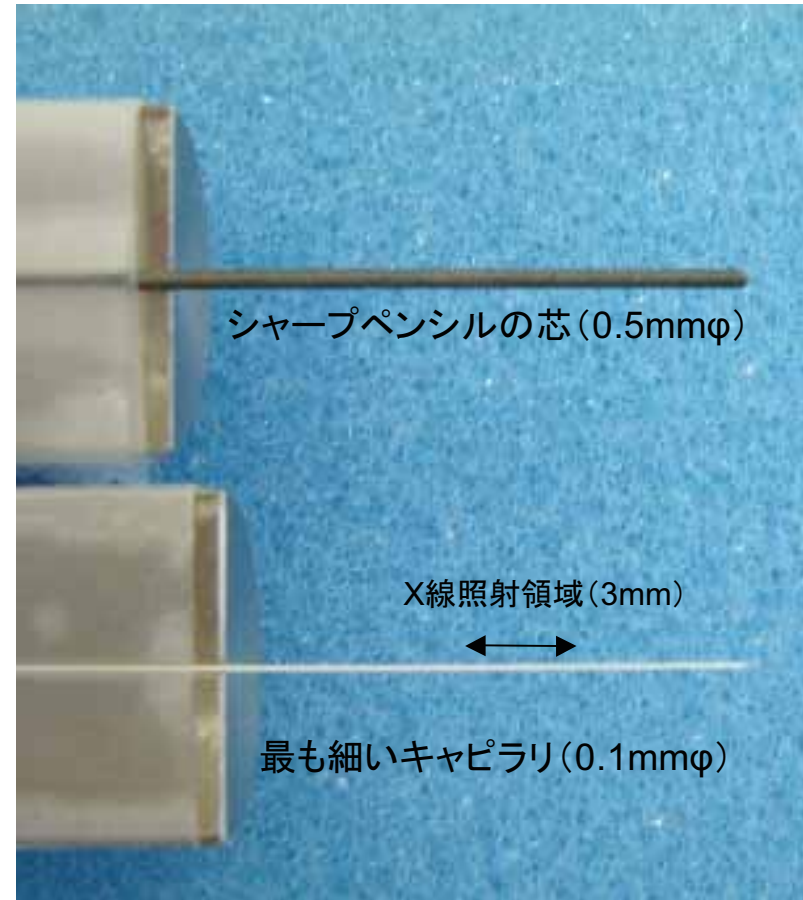
IPの特徴

- ・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)

大型デバイ-シェラーカメラ

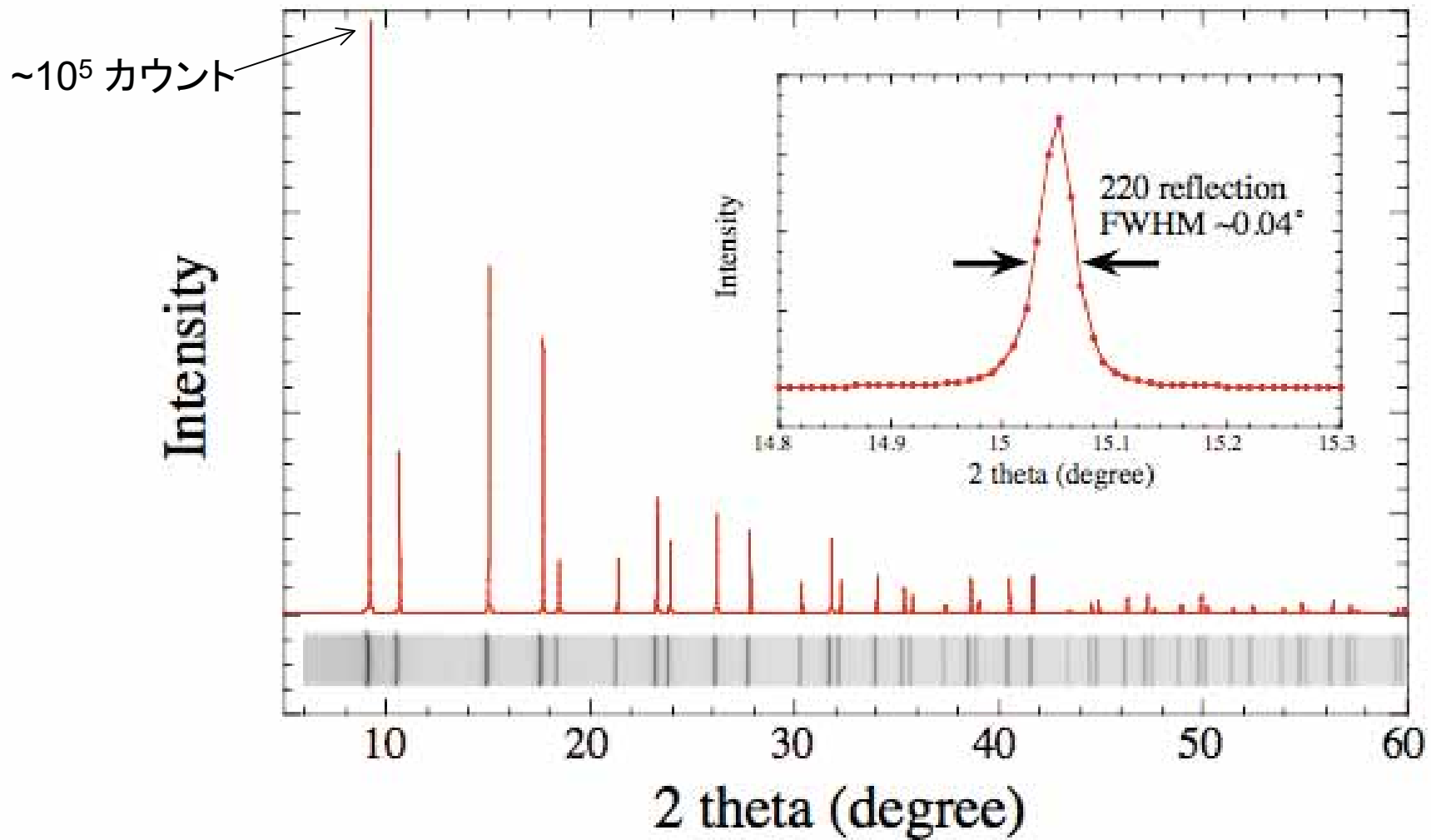


2次元検出器
・・・結晶粒度を評価



入射X線エネルギー：7~35 keV
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

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



数mgで実験可能

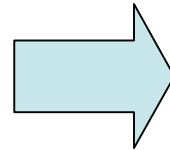


新物質の構造解析

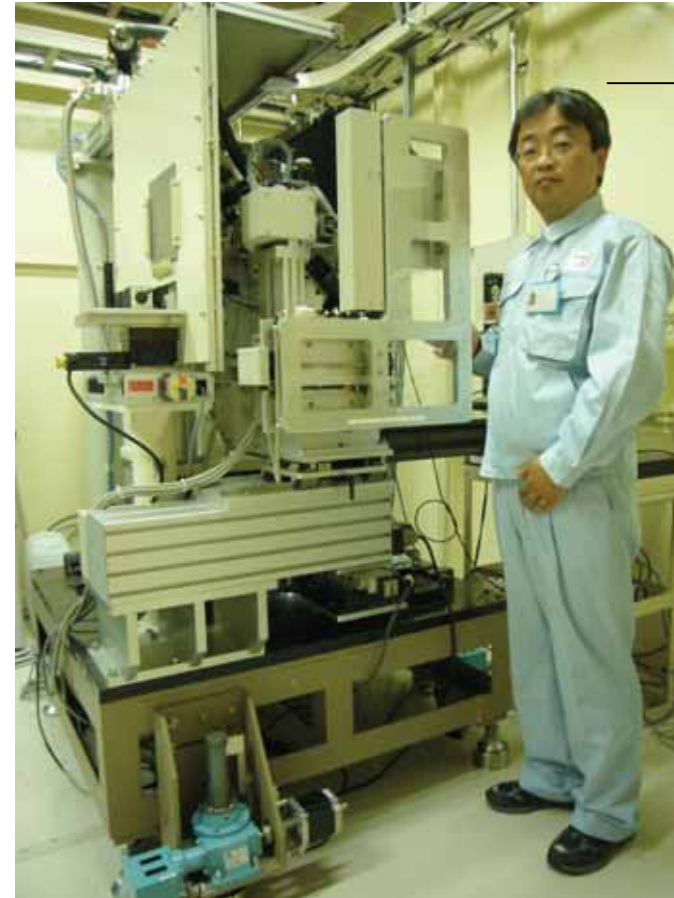
- 1 産業利用ビームライン I BL19B2
- 2 大型デバイシェラーカメラ
- 3 自動試料交換・測定システム (JukeBox)
- 4 JASRI共用ビームライン利用制度・産業利用推進室

自動試料交換・測定システム “JukeBox”

2009年3月まで

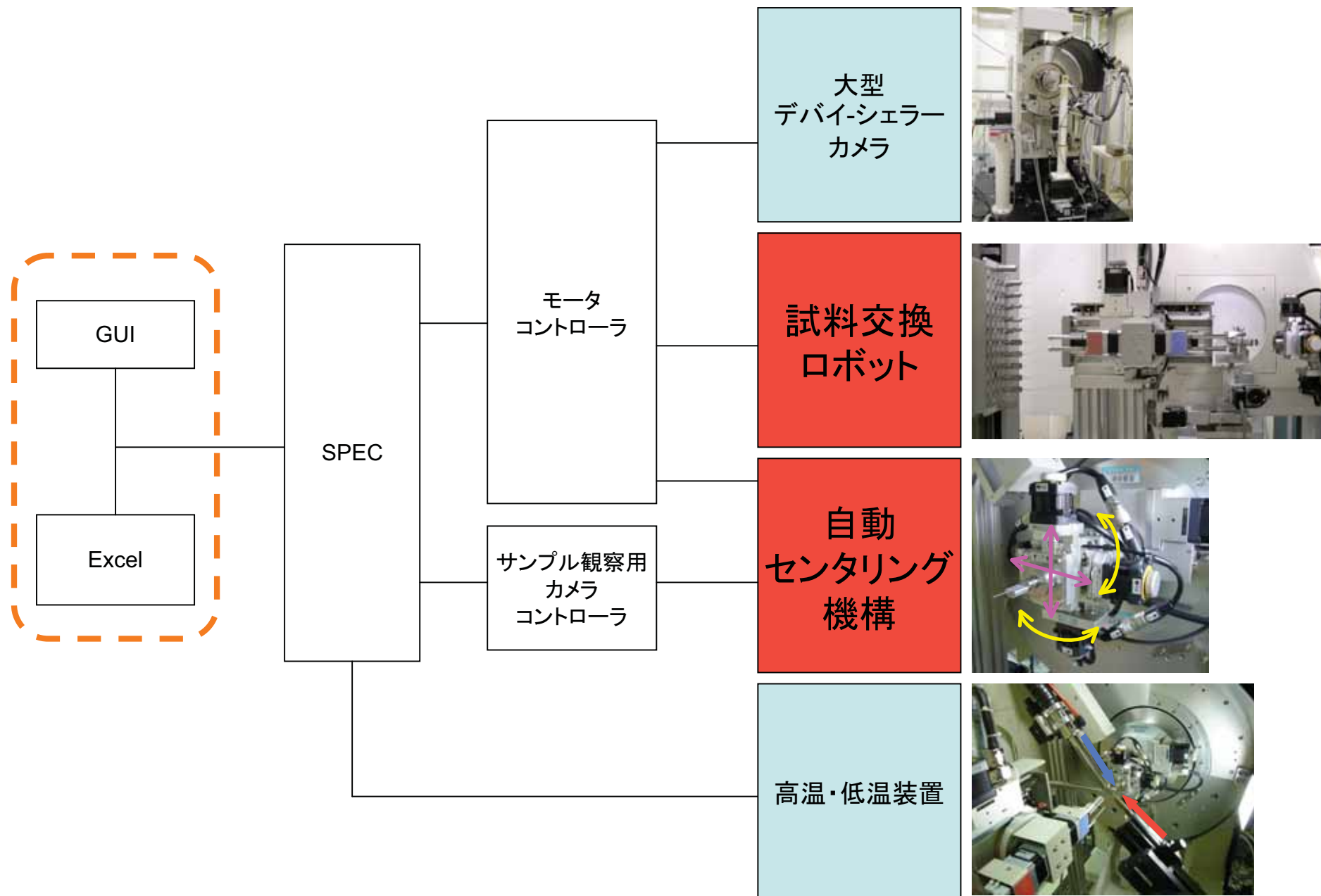


2009年4月から



170cm

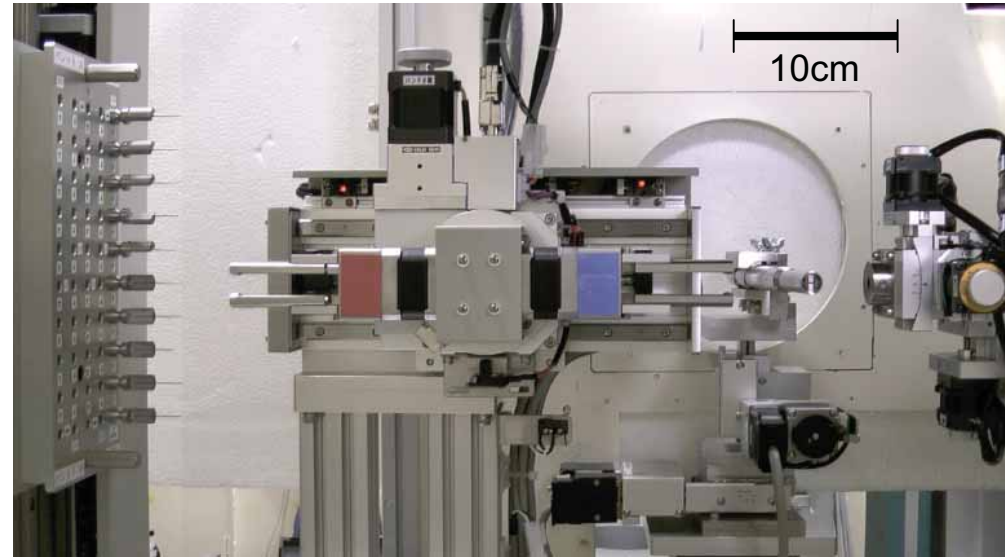
BL19B2大型デバイ-シェラーカメラ 装置構成



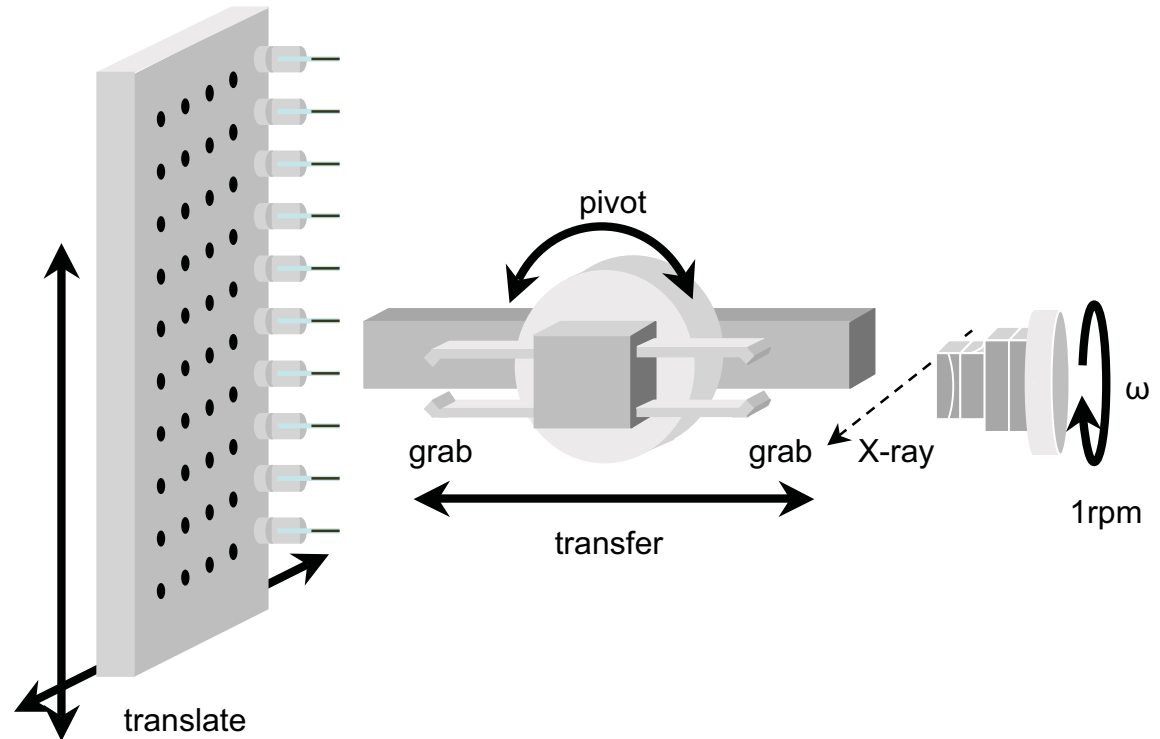
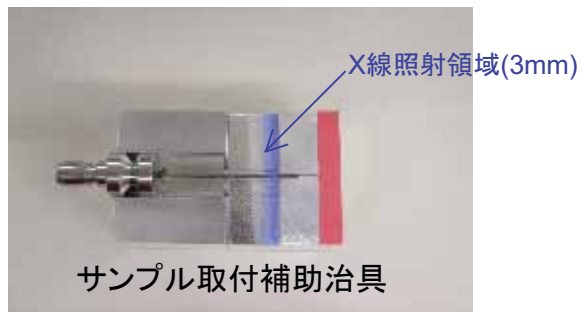
試料交換ロボット部



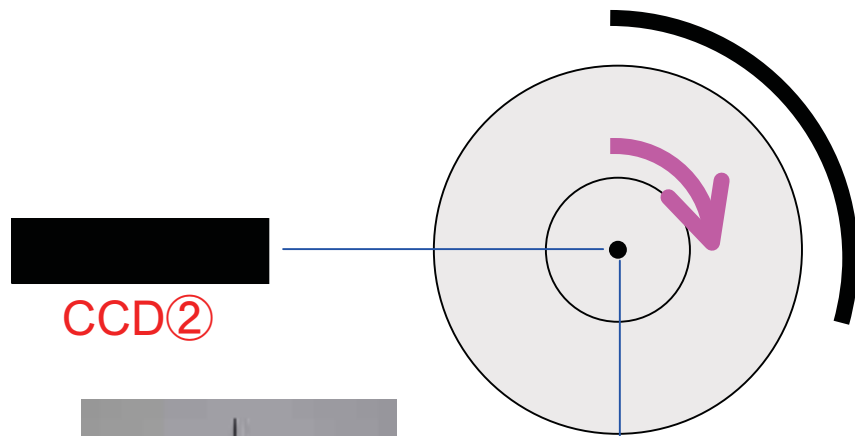
100サンプル
装填可能



8パレット = 400個分用意



試料自動センタリング機構(試料の位置合わせ)



CCD②

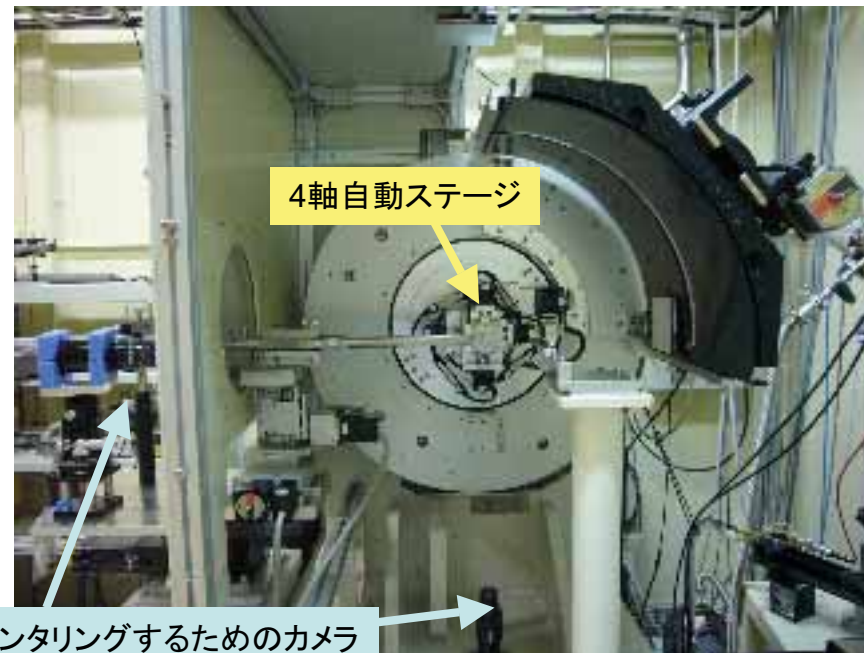


1~5分 10 μ m



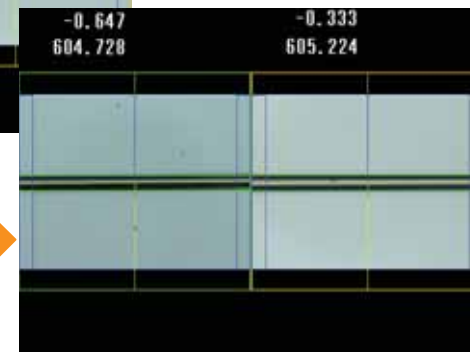
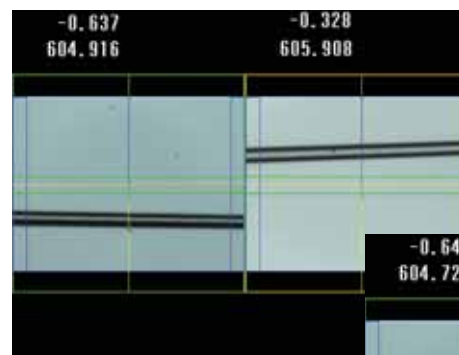
3~5秒 1 μ m

CCD①



4軸自動ステージ

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

温度変化・測定条件
作成・印刷

IP初期位置 10

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

優先する装置
H 高温装置
L 低温装置

IPファイル名

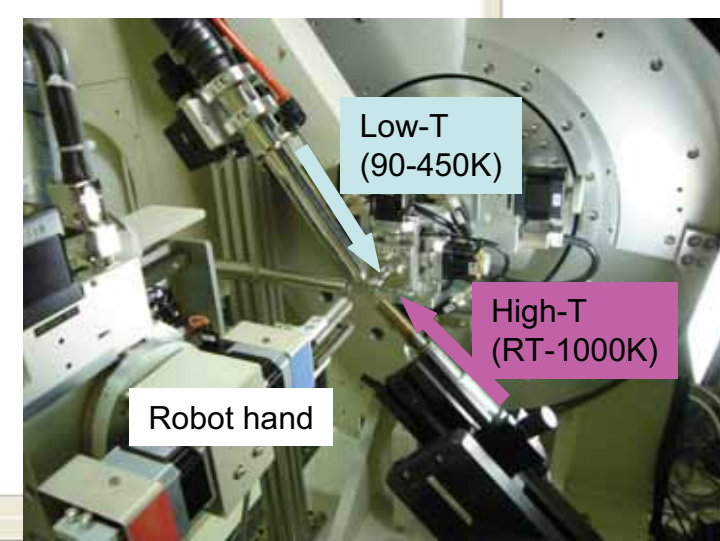
データ	試料	試料名	装置	温度(K)	変化	待ち	露光	IP移動	IP位置	判定	備考 (1次元データ名等)	終了予定
1	1	001	L	80	0	3	5	8	10			0 18
2			L	200	2	2	5	8	16			0 18
3				300	0	0	5	8	22			0 24
4			H	400	2	2	5	8	28			0 33
5			H	500	2	2	5	8	34			0 42
6			H	800	2	2	5	8	40			0 51
7			H	1000	2	2	5	8	46			1 0
8			H	500	2	2	5	8	52			1 9
9				300	2	2	5	8	58			1 19
10			L	80	2	2	5	10	64			1 28
11	2	002	L	80	0	3	5	8	74			1 37
12			L	200	2	2	5	8	80			1 46
13				300	0	0	5	8	88			1 52

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

データログノートとしてお持ち帰り可能

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

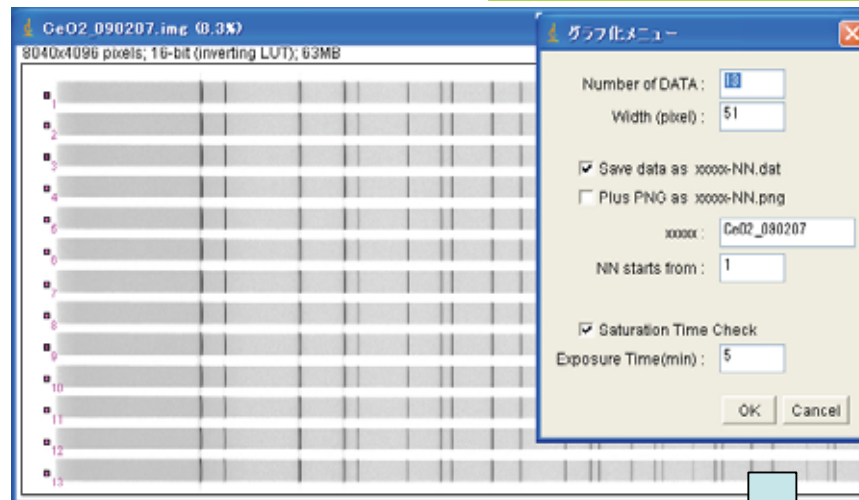
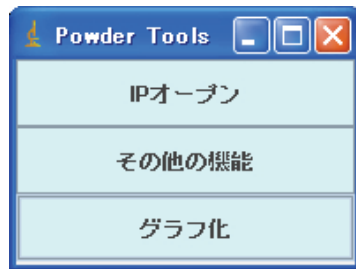
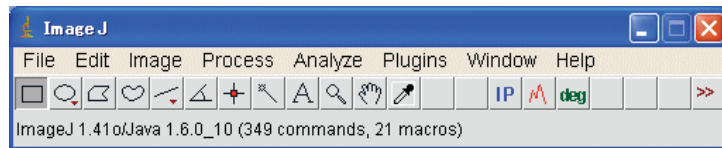
測定終了時間の目安



測定後のデータ処理もより迅速に

ImageJを利用したデータ処理

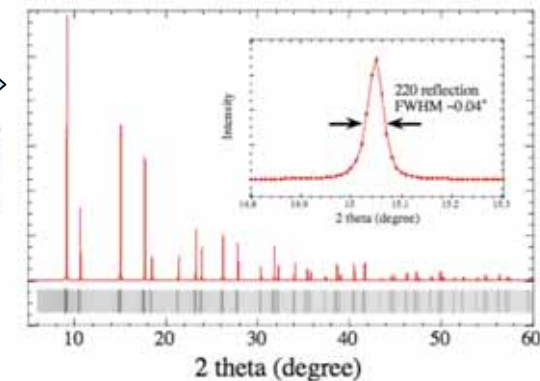
ImageJ: 米国立衛生研究所で開発された画像処理ソフト(フリー)
ダウンロード → <http://rsbweb.nih.gov/ij/>



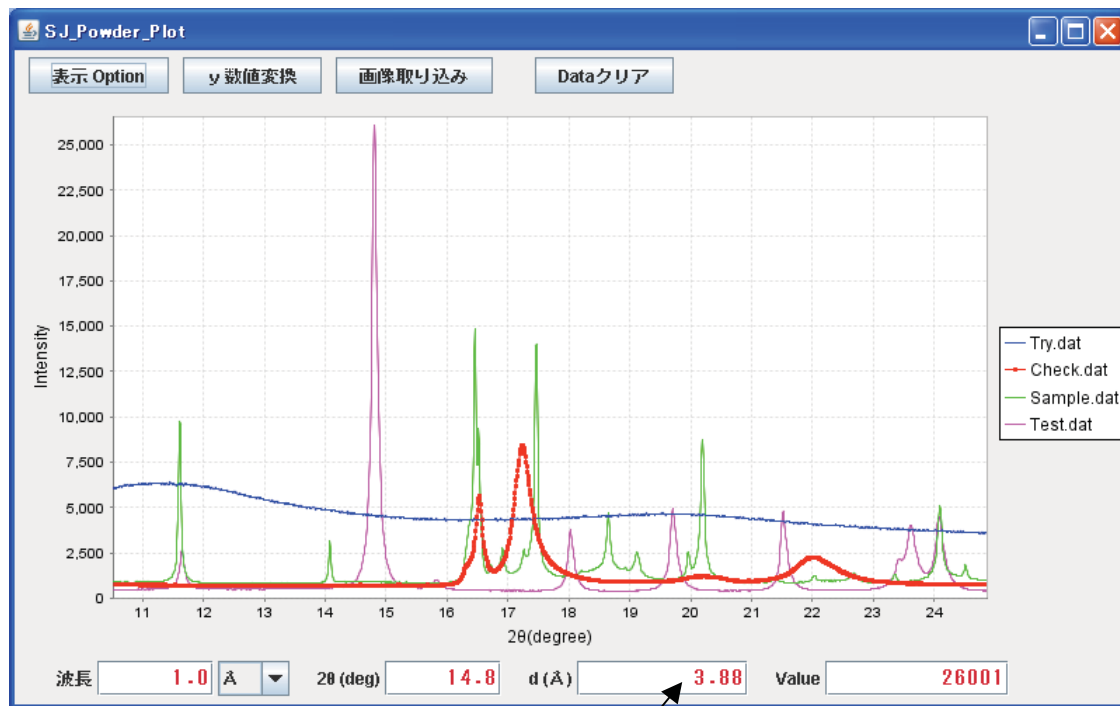
産業利用推進室で
プラグインを開発・マニュアル完備

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



粉末回折データ描画ソフトの開発

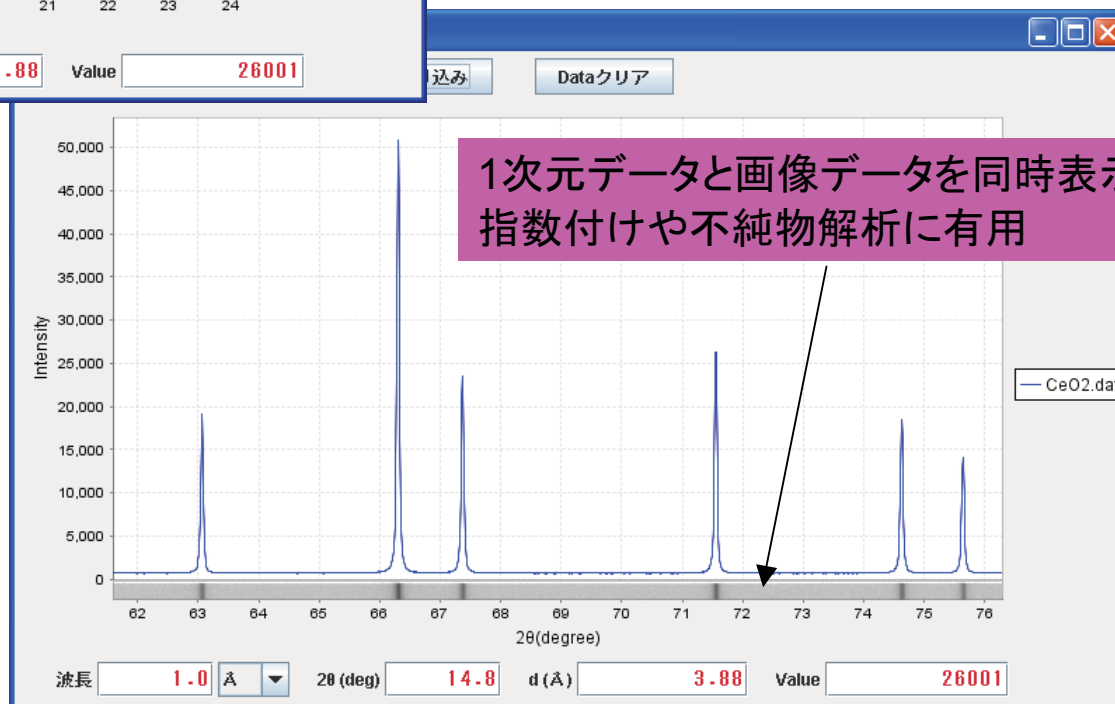


ただ今鋭意開発中

様々な機能を付加していきます

クリック位置の情報表示

- ・回折角
- ・面間隔(波長から換算)
- ・回折強度



1次元データと画像データを同時表示
指数付けや不純物解析に有用

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

実験に関わる費用削減（ビーム使用料，人件費，交通費，etc）

他の仕事と平行作業（試料調製，discussion，etc）

仕事の質・量 ともに向上

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

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 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・粉末回折, 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・・・例年は2回実施 (今年は震災の影響で1回キャンセル)

次回: 12月ころ予定

産業利用目的での主な応募方法

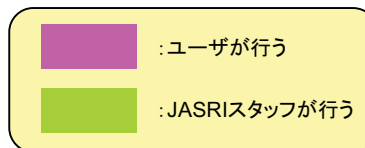
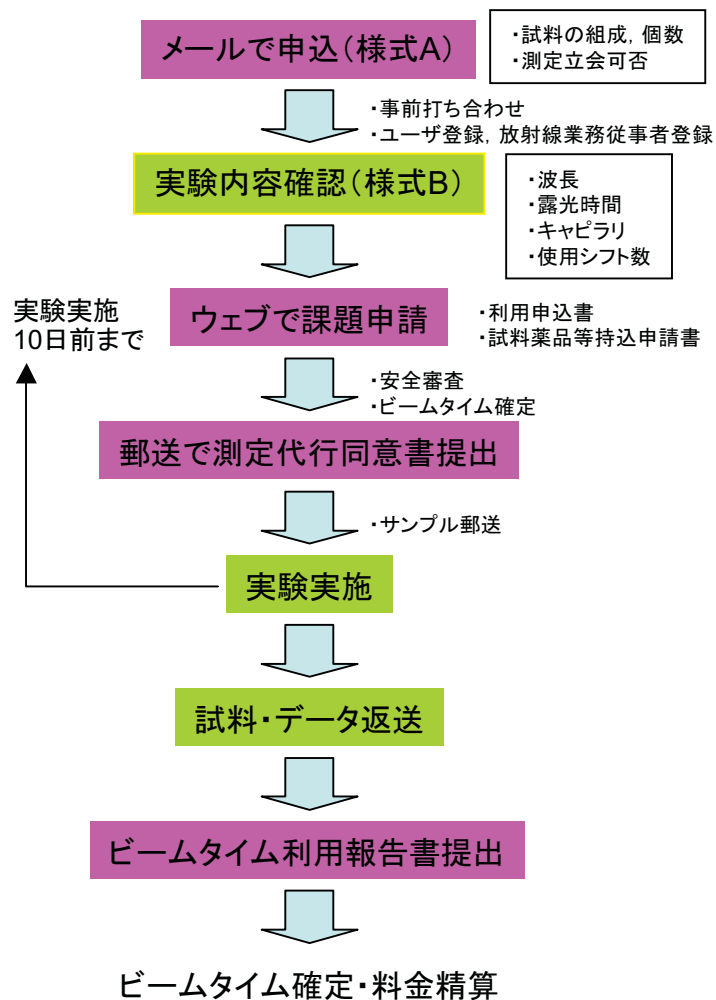
1. 重点産業利用課題 (4回/年)

うち 2回 一般課題 産業利用

2. 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
(月1-2回実施できるように調整)

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(H22年度)

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)

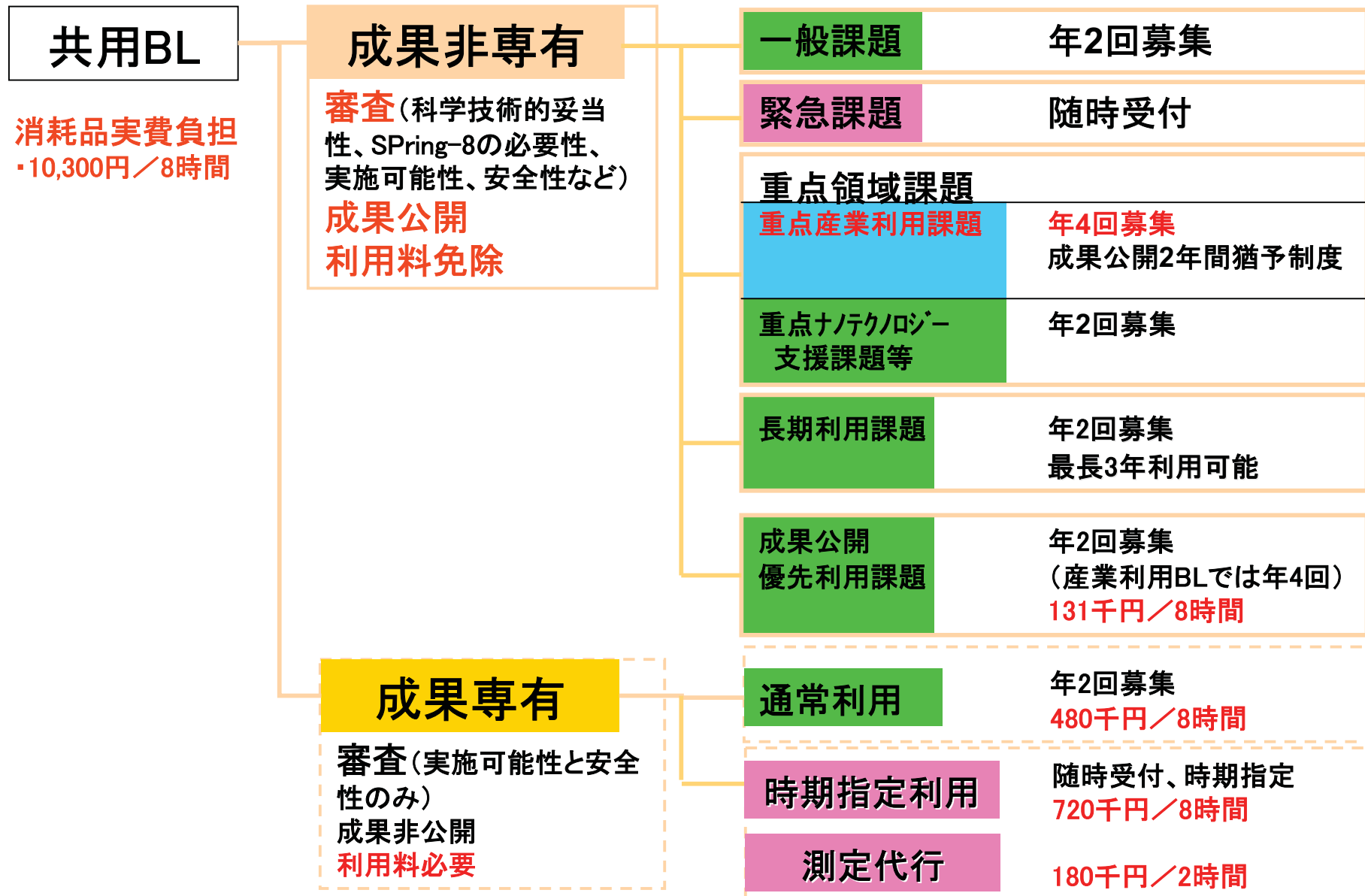
(測定に関する事前相談先) 大坂 恵一(粉末X線回折測定)

TEL : 0791-58-0802(tone)3537

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



SPring-8 共用ビームラインの利用制度



JASRI産業利用推進室

●室長：廣沢

hirosawa@spring8.or.jp

●コーディネーター等

・古宮：電子デバイス

komiya@spring8.or.jp

・杉浦：触媒材料

sugiuram@spring8.or.jp

・竹村：電子材料

takemura@spring8.or.jp

・二宮：蛍光分析

ninomiya@spring8.or.jp

・橋本：金属材料

hashimot@spring8.or.jp

・梅咲：無機材料

umesaki@spring8.or.jp

・八田：生体物理

hatta@spring8.or.jp

・吉田：高分子・有機材料

hyoshida@spring8.or.jp

一般お問い合わせ窓口

support@spring8.or.jp