

大型デバイシェラーカメラの導入と構造変化の観察 (BL15)

隅谷和嗣、岡島敏浩

九州シンクロトロン光研究センター

BL15 では、3.5 keV ~ 16 keV の硬 X 線を用いて、粉末 X 線回折実験が供用に供されてきた。実験装置はデバイシェラーカメラと呼ばれるもので、ガラスキャピラリーに封入された粉末試料を回転させてこれに X 線を照射し、回折パターンをイメージングプレート (IP) や PILATUS などの 2 次元検出器で観測するものである。これまで、粉末 X 線回折の利用は主に室温において安定な結晶構造を持つ粉末試料に対して実施されてきた。一方、近年では、高温、低温における構造相転移現象や結晶状態の変化など、温度による結晶構造の変化に興味を持たれている。また、放射光の高輝度 X 線を利用して、構造の時間的な変化の様子を観察したいという要望が高まっている。

そこで我々は、BL15 に大型デバイシェラーカメラを導入し、また吹き付け型の試料加熱・冷却装置の整備を行った。デバイシェラーカメラは株式会社リガク製の多軸回折計 SmartLab. に設置するものである。IP はスリット付きの IP ホルダーに設置する。このホルダーはモーター駆動によりスライドすることが可能であり、1 枚の IP に複数の回折パターンを記録することが可能である。試料吹付低温装置は改良ソルベサイクルによる冷凍機を備えた低温窒素ガス吹付け装置である。また温度制御用のヒーターを使用することにより -180 °C ~ 300 °C のガスを吹き付けることが可能である。

本発表では、導入された装置の概要とともに、装置の性能評価の結果やデモ実験の結果について報告する。

(メモ)

大型デバイセラーカメラの導入と構造変化の観察

隅谷和嗣、岡島敏浩

九州シンクロtron光研究センター

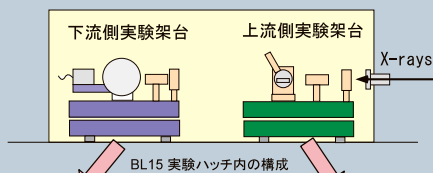
Introduction

BL15では、3.5 keV ~ 16 keVの硬X線を用いて、粉末X線回折実験が供用に供されてきた。実験装置はデバイセラーカメラと呼ばれるもので、ガラスキャビラリーに封入された粉末試料を回転させてこれにX線を照射し、回折パターンをイメージングプレート(IP)やPILATUSなどの2次元検出器で観測するものである。これまで、粉末X線回折の利用は主に室温において安定な結晶構造を持つ粉末試料に対して実施されてきた。一方、近年では、高温、低温における構造相転移現象や結晶状態の変化など、温度による結晶構造の変化に興味を持たれている。また、放射光の高輝度X線を利用して、構造の時間的な変化の様子を観察したいという要望が高まっている。そこで我々は、BL15に大型デバイセラーカメラを導入し、また吹付け型の試料加熱・冷却装置の整備を行った。

BL15の現状



2011年に、株式会社リガク製の薄膜X線回折装置SmartLab.が導入された。これに伴い、実験機器の再配置を行った。現在、ハッチ上流側に汎用のスリット、イオンチャンバー、ゴニオメータ等が設置され、ハッチ下流側にSmartLab.が設置されている。



実験手法

- 薄膜X線回折
- 粉末X線回折

主な実験機器

- 薄膜X線回折装置 (SmartLab.)
- 薄膜加熱装置
- **大型デバイセラーカメラ**
- 粉末(キャビラリー)用試料吹付冷却装置 (加熱も可能)

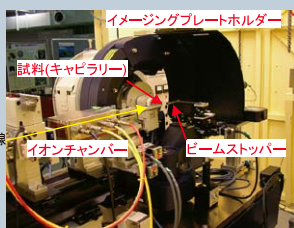
実験手法

- XAFS
- 蛍光X線分析
- 粉末X線回折(デバイセラーカメラ)
- 単色X線トポグラフィ

主な実験機器

- 精密ゴニオメータ
- 四象限スリット
- イオンチャンパー

大型デバイセラーカメラ



↓株式会社リガク製薄膜X線回折装置SmartLab.に設置する。

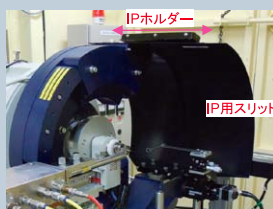
↓装置は、薄膜X線回折でも用いられるスリット、アッテネーター、入射強度モニター用イオンチャンパーに加えて、キャビラリー設置・回転用スピナー、キャビラリー位置調整用CCDカメラ、イメージングプレートホルダー、IP用スリット、ビームストッパー、等で構成される。

↓カメラ長(試料とイメージングプレートの距離): 286.5 mm

↓角度分解能: 0.01°

↓角度範囲: 0 ~ 70°

イメージングプレートホルダー



↓バキュームチャックでIPを固定する。

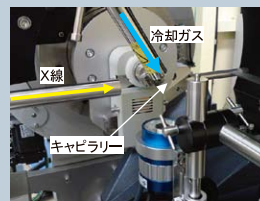
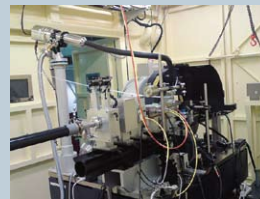
↓平行移動軸があり、前段のIP用スリットと組み合わせることで、1枚のIPに複数の回折スペクトルを測定することが可能

↓スリット幅: 10, 20, 30 mm

↓IP移動範囲: ±100 mm

この他、検出器として2次元ピクセル検出器PILATUSの利用も可能である。

粉末X線回折用吹付け試料低温装置



↓吹付け試料低温装置の概要

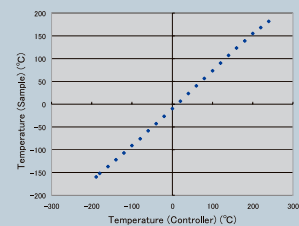
↓冷却方式: 低温窒素ガス吹付 (Pressure Swing Adsorption (PSA) 方式) による窒素ガス発生

↓改良ソルベサイクル極低温冷凍機

↓使用温度範囲: -180 ~ 300 °C

↓温度制御: 低温ガスをヒーターで昇温

温度校正結果

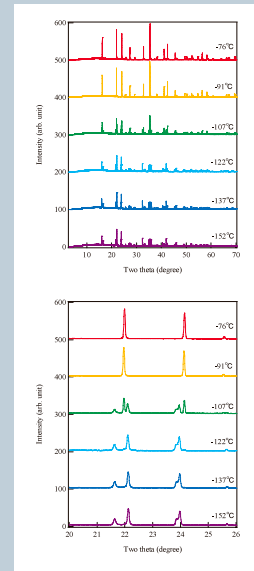
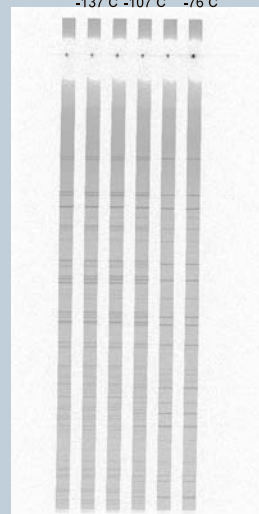


V₂O₃結晶構造の温度依存性測定

酸化バナジウム(III) (V₂O₃) : 150 K (-123°C)で金属-絶縁体、常磁性-反強磁性およびコルダム-単斜晶という3重の相転移を示すことで知られる材料。近年では、薄膜化、ナノ粒子化などによる機能性材料研究が進められている。

-152°C -122°C -91°C

-137°C -107°C -76°C



まとめ

↓九州シンクロtron光研究センターのビームラインBL15に、粉末X線回折用の大型デバイセラーカメラおよび試料吹付低温装置を導入した。

↓これまでの装置に比べて試料や検出器の設置、調整が容易になり、よりユーザーフレンドリーな装置となった。

↓試料吹付低温装置の導入により、結晶構造の温度依存性の測定が可能になった。温度制御範囲は-180 °C ~ 300 °Cである。

↓V₂O₃の相転移に伴う結晶構造の変化を観察できた。