

極微小単結晶電子回折システムの共用化支援

○千々和 恭輔, 井手 奈都子, 田中 友基, 善 文比古, 増子 隆博
九州大学 工学部技術部

1.はじめに

九州大学では、マテリアル先端リサーチインフラ事業 (ARIM) の共同利用装置として「XtaLAB Synergy-ED」を導入し、今年度中の供用開始を予定している。この装置は ARIM 補正予算により措置されたもので、技術職員は装置選定や入札説明会の段階からプロジェクトに参加しており、現在は保守管理・依頼測定といった業務に関わっている。

2.Synergy-EDの特徴

極微小単結晶電子回折法は、単結晶 X 線回折法で測定可能なサイズ ($100\mu\text{m}$ ~) の単結晶を得ることが難しい物質の構造解析が可能な手法であるが、実際の測定のためには結晶学的な知識に加えて電子線源となる TEM の操作に習熟している必要がある。しかし、日本電子(株)と(株)リガクが共同開発した本システムでは、二社の TEM 装置と検出器の操作を統合・自動化することでユーザーの技術的負担を減らす設計となっており、共同利用装置としての適性が高い。電子線や装置構成の特性上、多重散乱の影響により解析が妨げられる、厚みのある試料では電子線が透過しない、単軸回転しかできないなどといった独特の難点もあるが、他の測定手法と相補的に使用することで構造決定への貢献が期待できる。



Fig.1. Synergy-ED 装置写真

3.共用化に向けて

現在のところ、測定は担当の技術職員だけで行い、習熟度を高めている段階である。回折測定の結果が必ずしも構造決定に結びつかなかつたり、ハードウェアの調整が必要な部分が見つかったりといった困難もあり、装置の維持管理から試料の調製・測定・解析に至るまで試行錯誤を繰り返している段階である。

4.測定・解析例

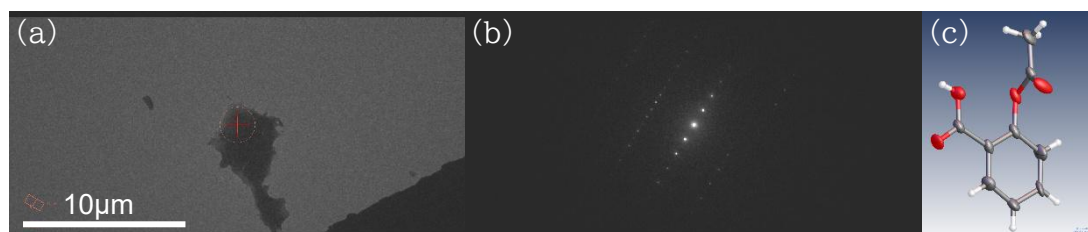


Fig.2. 本装置で測定したアスピリンの(a)結晶、(b)回折パターン、および(c)解析により得られた構造

謝辞

マテリアル先端リサーチインフラ事業 (ARIM) 九州大学ハブ拠点サイトスタッフの皆様へ感謝いたします。