

単結晶 X 線構造解析装置

XtaLAB Synergy



1. はじめに

XtaLAB Synergy は、使用者の目的が十分に達成できることを最優先に考えて開発された単結晶 X 線構造解析装置です。最先端技術を駆使したハードウェアとユーザーフレンドリーなソフトウェアのそれぞれの特長を活かし、最高のパフォーマンスを発揮できるように設計されています。以下に、XtaLAB Synergy の特長を紹介します。

表1. PhotonJet-S 一覧 (XtaLAB Synergy 対応).

線源	出力/電圧	フルエンスの増加 (ph/sec/mm ²)
Cu	50 W/50 kV	> 100%
Mo	50 W/50 kV	> 75%
Ag	44 W/65 kV	> 100%

2. 主な特長

2.1. ゴニオメーター

さらに進化した κ ゴニオメーターを採用しています。カメラ長の対応範囲も広く、効率よく X 線回折強度データを収集できます。従来の κ ゴニオメーターと比較すると、モーターの駆動速度は2倍になりました。X 線回折強度データの収集速度は速く、最小限のデッドタイムで次の測定シリーズに移行できるため、全測定にかかる時間を短縮できます。また、新型 X 線源 PhotonJet-S との組み合わせにより、微小結晶の測定も可能です。

2.2. X 線源

XtaLAB Synergy では、Cu, Mo, Ag の3種の線源から1つもしくは2つの PhotonJet-S を選択し、搭載できます (表1)。PhotonJet-S はマイクロフォーカスタイプの封入管で、新型 X 線管球、新型光学系、新型調整機

構から構成されており、従来のマイクロフォーカス線源と比較して、フルエンスは2倍になり、X線管球の寿命延長につながっています。

2.3. 検出器

新型検出器 HyPix-6000HE (図2) は、インハウス用 X線回折装置ユーザーのニーズに応えた1光子検出型のハイブリッドフォトンカウンティング (Hybrid Photon Counting: HPC) 検出器です。有効面積は大きく (約6000 mm²)、ピクセルサイズは小さく (100×100 μm²)、計数率は高く (10⁶ cps/pixel 以上)、真のシャッターレス測定を実現可能です。

HyPix-6000HEの個々のピクセルには2つのコンパレーターが内蔵されており、それぞれの閾値をLow側とHigh側に指定することにより、適切なエネルギーウィンドウ設定ができます。Low側の閾値は電気ノイズを完全に除去し、ノイズレスな測定を実現します。また、蛍光X線によるバックグラウンドの上昇を低減します。High側の閾値は宇宙線や連続線などのノイズとなる原因を除去します。これにより、S/Nの優れたデータを取得できます。

XtaLAB Synergyでは、従来モデル SuperNovaで採用



図1. 新型PhotonJet-Sマイクロフォーカス線源 (X線管球, 光学系, 調整機構一体型).



図2. HyPix-6000HE 検出器.

していたインテリジェント CCD 検出器も搭載可能です。広いエネルギー範囲を高速・高感度で計測でき、Ag線源を用いた測定にも適した検出器です。即時応答型のピニング制御と、ソフトウェア制御による感度の自己最適化により、広いダイナミックレンジを必要とするような測定にも対応します。

2.4. キャビネット

ワークフローを考慮したキャビネット内部には、顕微鏡やデューワーを置くスペースを設け、不安定な結晶のハンドリングを念頭に置いた設計になっています。また、内部および試料観察用に設置された照明は、ソフトウェア上で輝度を調整でき、あらゆる種類の結晶を最適な条件で観察することができます。

単結晶X線構造解析装置の使用において、特に複数のユーザーが共同で利用する場合には、とりわけ重視されるのは安全性です。XtaLAB Synergyは、新開発の専用の安全モジュールを搭載し、世界的に最も厳しいと考えられる安全基準を満たすように設計されています。

2.5. ソフトウェア

装置制御・データ処理ソフトウェアとして高い評価をいただいておりますCrysAlis^{Pro}は、XtaLAB Synergyの中核を担っています。緻密な並列処理アーキテクチャにより、高速化されたゴニオメーターおよび検出器と高いフルエンスを最大限に活かし、これまでになく短い時間で三次元結晶構造を得ることができるようになりました。

3. 測定例

ただ単に、X線源、検出器、ゴニオメーターといった個々のハードウェアの技術的進歩だけではなく、これらを組み合わせた場合に、単結晶X線構造解析装置としてどのような相乗効果 (シナジー) を生み出すのか、実際の測定例を用いてご紹介いたします。以下の

表2. Nova線源 (SuperNova) と PhotonJet-S Cu線源 (XtaLAB Synergy) の比較.

	Nova (SuperNova)	PhotonJet-S Cu (XtaLAB Synergy)
試料-検出器間距離 (mm)	50	52
露光時間 (秒/°)	1	1
Completeness (%)	97.3	98.6
Redundancy	2.4	2.1
I/sigma (最大分解能0.84 Å)	25	39
全測定時間	7 min 5 sec	6 min 29 sec
R _{int}	0.026	0.018
R ₁ (%)	4.14	2.74

表3. SuperNovaと XtaLAB Synergyの比較.

	SuperNova	XtaLAB Synergy Very fast	XtaLAB Synergy using extra data
試料-検出器間距離 (mm)	50	35.5	35.5
Completeness (%) (最大分解能 0.84 Å)	99.2	98.6	99.8
Redundancy	2.7	2.1	2.7
相対ゴニオメーター速度	×1	×2	×2
I/σ (最大分解能 0.84 Å)	26	39	59
全測定時間	12 min 48 sec	7 min 38 sec	11 min 17 sec
R _{int}	0.036	0.018	0.016
R ₁ (%)	3.97	2.74	2.54

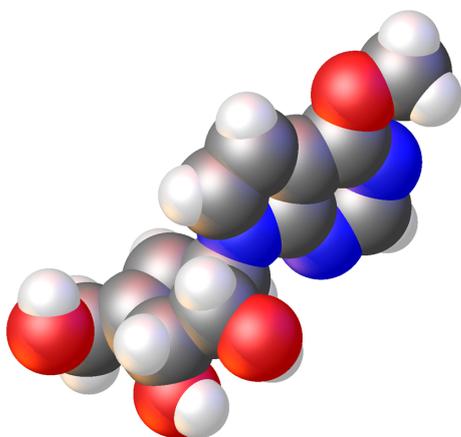


図3. 軽原子のみで構成される有機化合物結晶 (空間充填モデル).

測定例では、性能の向上がわかるように、SuperNovaを比較装置として使用しました。

3.1. X線源の比較

空間群 $P2_12_12_1$ を有する軽原子のみで構成される有機化合物結晶 (図3) を用いて、XtaLAB SynergyおよびSuperNovaで比較測定を行いました。カメラ長 (試料-検出器間距離) は同程度であり、X線回折強度データの収集速度も同一に設定しています。測定条件が同一であるため、この測定例では、X線源 PhotonJet-S Cuの性能を評価できます。

表2に示すように、XtaLAB Synergyで測定したデータでは、SuperNovaで測定したデータと比較して、50%以上高い $I/\sigma(I)$ が得られました。 $I/\sigma(I)$ が向上したことにより、 R_{int} や R_1 値が大幅に低くなっています。

3.2. 総合的な評価

2つ目の例として、上記と同じ試料を用い、それぞれの装置において、できる限り速く3シリーズ分のX線回折強度データ収集を完了するように条件を設定しました。表3に示すように、SuperNovaとXtaLAB Synergyでは、カメラ長とゴニオメーター速度が大きく異なります。次に、より精度の高いX線回折強度データを得ることを目的として、全測定時間がSuperNovaでの測定と同程度になるようにXtaLAB Synergyでの測定条件を設定しました。

結果を比較すると、新型ゴニオメーターの高速化・カメラ長の最短化および新型X線源の高フルエンス化の効果が顕著に現れています。

4. おわりに

XtaLAB Synergyは、新開発のX線源、検出器、ゴニオメーターに、SuperNovaで洗練されたソフトウェアCrysAlis^{Pro}が備わり、その名のとおりシナジー効果により、X線回折強度データを精度よく、迅速かつインテリジェントに収集することができます。