

デスクトップ型単結晶X線構造解析装置

XtaLAB mini II

1. はじめに

XtaLAB mini IIは、デスクトップ型でありながら、高品質の単結晶X線構造解析が可能なシステムです。メンテナンス性もよいコンパクトな卓上型システムとしてご好評をいただいていたXtaLAB miniの後継機として誕生しました。大きな変更点としては、Hybrid Photon Counting (HPC) 検出器HyPix-Bantamを搭載しました。HPC検出器は、回折測定における最先端技術であり、高感度かつ高速な読み出しスピードにより、放射光施設で広く使用されています。データ測定からデータ処理までの全ての操作を、ソフトウェアCrysAlis^{Pro}を用いて行うことができ、さらに自動構造解析プラグインAutoChemによって構造解析も自動で行えます。

2. 特長

2.1. コンパクトな卓上型システム

XtaLAB mini IIの筐体(図1)の大きさは外形寸法560 × 395 × 674 mm、質量約100 kgであり、世界最小のX線単結晶構造解析装置となっています。非常にコンパクトであり、さまざまな場所に容易に設置できます。また、前面パネルの扉だけでなく、防X線カバー全体に安全機構が備わっており、はじめてX線を使用する製品を扱う方であっても安全にお使いいただけますので、教育現場での使用にも最適です。前面パネル



図1. XtaLAB mini IIの外観。

の扉を閉じた状態でも、カメラを通して装置内部の様子をPCモニター上で観察できます。

XtaLAB mini IIは、低温測定にも対応しています。Oxford CryoSystems社のCryoStream 800アタッチメントほか、各種冷却装置を使用可能です。

2.2. X線源

XtaLAB mini IIは、モリブデンのファインフォーカスX線源と、集光素子SHINEを搭載しています。標準的なX線管を使用していますので、交換が必要な際も入手しやすく、メンテナンスが容易で維持費も抑えることができます。



図2. XtaLAB mini II内部.

2.3. ゴニオメーター

XtaLAB mini IIの可動部は、X線シャッター、ゴニオメーターの ϕ 軸・ ω 軸の3箇所だけです (図2)。ゴニオメーターは容易に試料をマウントできるような設計されており、初めての方でも安心してお使いいただけます。シンプルなシステム設計により、メンテナンスも必要最小限で済み、特別なユーティリティも必要ありません。

2.4. HPC 検出器: HyPix-Bantam

HyPix-Bantamは、デスクトップ機に搭載するために開発された、有効検出面積約3000 mm²、ピクセルサイズ100 μ m $\times$ 100 μ m、計数率10⁶ cps/pixel以上の新型HPC (Hybrid Photon Counting) 検出器です。

HPC検出器の大きな利点は、ダイナミックレンジの大きさです。HyPix-Bantamの1ピクセルには2つの16ビットカウンタを備えており、2つを結合して1つの31ビットカウンタとして使用することで、非常に大きなダイナミックレンジを確保しています。HPC検出器のもう一つの利点は、バックグラウンドノイズが極めて低く、さらに高感度であるため、微弱な反射を検出できることです。

これらの特長により、強い反射と弱い反射の両方が共存するイメージを極めて正確に測定可能です。

2.5. ソフトウェア: CrysAlis^{Pro}

並列処理アーキテクチャに対応したソフトウェアCrysAlis^{Pro}が、検出器の特長である高速測定・精密測定を最大限に生かし、信頼性の高い単結晶X線構造解析システムを実現しています。CrysAlis^{Pro}は、プロフェッショナル向けの幅広い機能もちろん搭載していますが、結晶学者でなくても扱えるようなインターフェース (What is this?機能など) や、自動構造解析プラグインAutoChemに代表されるような非常に便利な機能を搭載しており、研究者にも学生の方にも便利にお使いいただけます。フリーの結晶構造解析・精密化ソフトウェアOlex2とも親和性が高く、CrysAlis^{Pro}

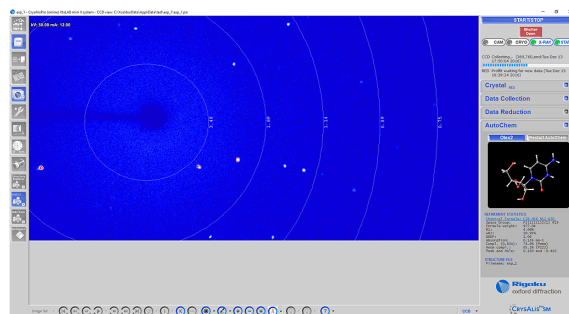
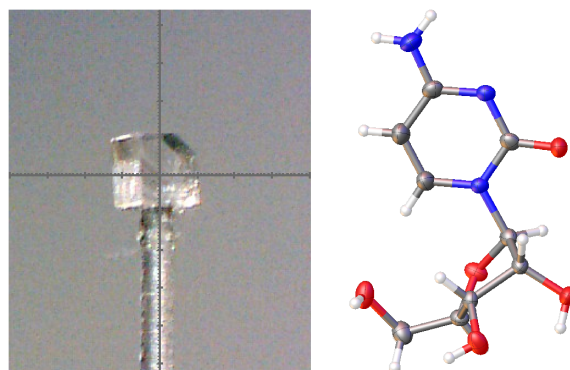

図3. 単結晶構造解析 統合プラットフォームCrysAlis^{Pro}.


図4. 試料の写真および分子構造.

表1. 構造精密化の詳細.

Space group	$P2_12_12_1$
Cell parameters	a=5.1265 (6) Å b=13.9969 (15) Å c=14.7637 (13) Å V=1059.37 (19) Å ³ Z=4
Chemical formula	C ₉ H ₁₃ N ₃ O ₅
Completeness to 0.77 Å	99.6%
Redundancy to 0.77 Å	3.6
R _{int} to 0.77 Å	0.0249
Final R factors [I>2σ(I)]	R ₁ =0.0320, wR ₂ =0.0813
Largest residual peak/hole /eÅ ⁻³	0.18/ -0.20

からシームレスにプロジェクトを開き、作業することができます。

3. XtaLAB mini IIでの測定・解析例

XtaLAB mini IIを用いて、シチジン結晶 (0.167 $\times$ 0.171 $\times$ 0.231 mm) を室温で測定した結果を示します。1フレーム当たり10秒の露光時間で648枚のイメージを取得した結果です。

トータルの測定時間は1時間50分程度と高速で、かつ、良好なデータが得られました。高感度・高ダイナミックレンジを併せ持つ検出器であるHyPix-Bantamにより、非常に高速かつ正確に測定できていることが分かります。