

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-173042
(P2012-173042A)

(43) 公開日 平成24年9月10日 (2012.9.10)

(51) Int.Cl.
G01N 23/20 (2006.01)

F1
G01N 23/20

テーマコード (参考)
2G001

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 14 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2011-33264 (P2011-33264) (22) 出願日 平成23年2月18日 (2011.2.18)</p>	<p>(71) 出願人 504132272 国立大学法人京都大学 京都府京都市左京区吉田本町36番地1 (74) 代理人 110000280 特許業務法人サンクレスト国際特許事務所 (72) 発明者 木村 恒久 京都府京都市左京区吉田本町 国立大学法人京都大学大学院農学研究科内 (72) 発明者 木村 史子 京都府京都市左京区吉田本町 国立大学法人京都大学大学院農学研究科内 Fターム(参考) 2G001 AA01 BA18 CA01 GA13 GA14 HA12 KA08 MA04</p>
---	---

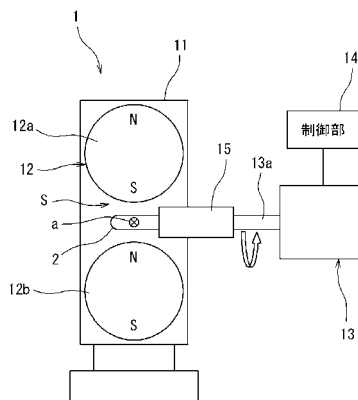
(54) 【発明の名称】 微粒子配向装置及び微粒子配向方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 微粒子を三次元配向させる際の配向精度を高めることができる微粒子配向装置及び微粒子配向方法を提供する。

【解決手段】 微粒子配向装置 1 は、磁場発生部 1 2 と、微粒子を懸濁させた試料容器 2 を、回転磁場を形成するのに必要な速度で前記磁場発生部 1 2 に対して相対回転させる駆動部 1 3 と、前記試料容器 2 が 180 度回転するたびに、静磁場を形成するのに必要な所定時間 t_s の間、前記相対回転を一時的に略停止させるように前記駆動部 1 3 を駆動制御する制御部 1 4 とを備える。

【選択図】 図 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

互いに直交する三方向の磁化率がそれぞれ異なる微粒子を懸濁させた試料に、時間的に変動する磁場を印加して、前記微粒子を三次元配向させる微粒子配向装置であって、
磁場発生部と、

前記試料を、前記磁場発生部に対して、回転磁場を形成するのに必要な速度で相対回転させる駆動部と、

前記試料が略 $180 \times n$ 度 (n は任意の自然数) 相対回転するたびに、静磁場を形成するのに必要な所定時間の間、前記相対回転を一時的に略停止させるように前記駆動部を駆動制御する制御部と、を備えていることを特徴とする微粒子配向装置。

10

【請求項 2】

前記制御部は、前記試料が 180 度相対回転するたびに、その相対回転を一時的に略停止させるように前記駆動部を駆動制御する請求項 1 に記載の微粒子配向装置。

【請求項 3】

前記制御部は、前記相対回転を略停止させる際に、当該相対回転を完全に停止させるように前記駆動部を駆動制御する請求項 1 又は 2 に記載の微粒子配向装置。

【請求項 4】

前記試料を相対回転させる時間は、次式の関係を満たすように設定されている請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の微粒子配向装置。

$$t_r < \frac{2}{D_1}$$

20

ここで、 t_r は試料を相対回転させる時間、 $\frac{2}{D_1}$ は X 線構造解析に必要な回折スポットの許容最大半価幅、 D_1 は磁化容易軸まわりの回転拡散係数である。

【請求項 5】

前記試料の相対回転を略停止させる前記所定時間は、次式を満たすように設定されている請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の微粒子配向装置。

$$t_s < \frac{2}{D_3}$$

ここで、 t_s は試料の相対回転を略停止させる所定時間、 $\frac{2}{D_3}$ は X 線構造解析に必要な回折スポットの許容最大半価幅、 D_3 は磁化困難軸まわりの回転拡散係数である。

【請求項 6】

前記試料を相対回転させる時間と、前記試料の相対回転を略停止させる前記所定時間とは、次式を満たすように設定されている請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の微粒子配向装置。

30

$$t_r / t_s = 2 (\mu_1 - \mu_2) / (\mu_3 - \mu_2)$$

ここで、 t_r は試料を相対回転させる時間、 t_s は試料の相対回転を略停止させる所定時間、 μ_1 は磁化容易軸の磁化率、 μ_2 は中間軸の磁化率、 μ_3 は磁化困難軸の磁化率である (ただし、 $\mu_1 > \mu_2 > \mu_3$)。

【請求項 7】

前記試料の相対回転速度は、次式を満たすように設定されている請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の微粒子配向装置。

$$q \times 6 \mu_0 / (B^2 (\mu_1 - \mu_2)) > > 1 / 2$$

40

ここで、 q は試料が相対回転する角速度、 η は懸濁液の粘性係数、 μ_0 は真空の透磁率、 B は磁場強度、 μ_1 は磁化容易軸の磁化率、 μ_2 は中間軸の磁化率である (ただし、 $\mu_1 > \mu_2$)。

【請求項 8】

前記駆動部が、前記試料を回転させるものである請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の微粒子配向装置。

【請求項 9】

前記駆動部が、ステッピングモータである請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の微粒子配向装置。

【請求項 10】

50

互いに直交する三方向の磁化率がそれぞれ異なる微粒子を懸濁させた試料に、時間的に変動する磁場を印加して、前記微粒子を三次元配向させる微粒子配向方法であって、

前記試料を、磁場発生部に対して、回転磁場を形成するのに必要な速度で相対回転させ

、
前記試料が略 $180 \times n$ 度 (n は任意の自然数) 相対回転するたびに、静磁場を形成するのに必要な所定時間の間、前記相対回転を一時的に略停止させることを特徴とする微粒子配向方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、時間的に変動する磁場を印加することによって試料中に懸濁した微粒子を三次元配向させる微粒子配向装置及び微粒子配向方法に関する。

【背景技術】

【0002】

物体の結晶構造を解析するものとして、X線構造解析が知られている。このX線構造解析は、通常 $100 \mu\text{m}$ 程度以上の単結晶又は微結晶粉末を用いて行う。近年、試料中に懸濁した微結晶粒子(以下、単に「微粒子」という)を三次元配向させ、擬単結晶化した状態で解析を行う方法が開発されている。

この方法に関しては、従来、相互に直交する三方向の磁化率がそれぞれ異なる微粒子を三次元配向させるものとして、前記微粒子を懸濁させた試料に、時間的に変動する磁場を印加することによって微粒子を三次元配向させる微粒子配向装置が知られている(例えば、特許文献1, 2及び非特許文献1参照)。

【0003】

前記時間的に変動する磁場は、例えば非特許文献1に示すように、 xy 平面上に発生させた磁場において、 xy 平面に対して垂直な z 軸回りに試料を 90 度毎に角速度を変化させながら回転させることによって形成される。前記角速度は、 x 軸を通過する 90 度の範囲内では低く、 y 軸を通過する 90 度の範囲内では高く設定されている。これにより、試料が低速回転する x 軸付近では静磁場が形成されるとともに、高速回転する y 軸付近では回転磁場が形成されるため、静磁場では微粒子の磁化容易軸を x 軸方向に配向し、回転磁場では微粒子の磁化困難軸を z 軸方向に配向することができる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開2008-039699号公報

【特許文献2】特開2006-057055号公報

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】木村恒久、「強磁場を用いた微結晶粉末の配向制御 - 回折法, 分光法への応用 - 」、「日本中性子科学会誌」、2007年 VOL17 No1 55~58頁

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

従来の前記微粒子配向装置にあつては、試料を 90 度の広範囲に亘って低速回転させながら静磁場を形成しているため、静磁場において微粒子の磁界容易軸を配向させているときに、その直前の回転磁場で配向させた磁化困難軸が揺らいで、磁化困難軸の配向が乱れるという問題があつた。

【0007】

本発明は、前記問題点に鑑みてなされたものであり、微粒子を三次元配向させる際の配向精度を高めることができる微粒子配向装置及び微粒子配向方法を提供することを目的としている。

10

20

30

40

50

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の微粒子配向装置は、互いに直交する三方向の磁化率がそれぞれ異なる微粒子を懸濁させた試料に、時間的に変動する磁場を印加して、前記微粒子を三次元配向させる微粒子配向装置であって、磁場発生部と、前記試料を、前記磁場発生部に対して、回転磁場を形成するのに必要な速度で相対回転させる駆動部と、前記試料が略 $180 \times n$ 度（ n は任意の自然数）相対回転するたびに、静磁場を形成するのに必要な所定時間の間、前記相対回転を一時的に略停止させるように前記駆動部を駆動制御する制御部と、を備えていることを特徴とする。

【0009】

また、本発明の微粒子配向方法は、互いに直交する三方向の磁化率がそれぞれ異なる微粒子を懸濁させた試料に、時間的に変動する磁場を印加して、前記微粒子を三次元配向させる微粒子配向方法であって、前記試料を、磁場発生部に対して、回転磁場を形成するのに必要な速度で相対回転させ、前記試料が略 $180 \times n$ 度（ n は任意の自然数）相対回転するたびに、静磁場を形成するのに必要な所定時間の間、前記相対回転を一時的に略停止させることを特徴とする。

【0010】

本発明の微粒子配向装置及び微粒子配向方法によれば、微粒子を懸濁させた試料を、駆動部により磁場発生部に対して相対回転させることにより、回転磁場が形成されるため、微粒子の磁化困難軸を回転磁場面に対して垂直な方向に配向させることができる。また、前記試料の相対回転を一時的に略停止させることにより、静磁場が形成されるため、微粒子の磁化容易軸を静磁場面と平行になるように配向することができる。その際、前記相対回転を略 $180 \times n$ 度の回転位置で局所的に略停止させているため、従来のように試料を 90 度の広範囲に亘って低速回転させる場合に比べて、静磁場が形成される時間を短くすることができる。これにより、微粒子の磁化容易軸を配向している間に、磁化困難軸の配向が乱れるのを抑制することができるため、微粒子を三次元配向させる際の配向精度を高めることができる。

【0011】

また、前記制御部は、前記試料が 180 度相対回転するたびに、その相対回転を一時的に略停止させるように前記駆動部を駆動制御することが好ましい。

この場合は、試料が 180 度相対回転するたびに、その相対回転を略停止させているため、試料が 360 度以上回転する場合に比べて回転磁場が形成される時間を短くすることができる。これにより、微粒子の磁化困難軸を配向している間に、磁化容易軸の配向が乱れるのを抑制することができるため、微粒子を三次元配向させる際の配向精度をさらに高めることができる。

【0012】

また、前記制御部は、前記相対回転を略停止させる際に、当該相対回転を完全に停止させるように前記駆動部を駆動制御することが好ましい。

この場合は、前記相対回転を完全に停止させているため、安定した静磁場を形成することができる。これにより、微粒子の磁化容易軸の配向を正確に行うことができるため、微粒子を三次元配向させる際の配向精度をさらに高めることができる。

【0013】

また、前記試料を相対回転させる前記所定時間は、次式の関係を満たすように設定されていることが好ましい。

$$t_r < \lambda^2 / D_1$$

ここで、 t_r は試料を相対回転させる時間、 λ はX線構造解析に必要な回折スポットの許容最大半価幅、 D_1 は磁化容易軸まわりの回転拡散係数である。

この場合は、微粒子を三次元配向させる際の配向精度をさらに高めることができる。

【0014】

また、前記試料の相対回転を略停止させる前記所定時間は、次式を満たすように

10

20

30

40

50

設定されていることが好ましい。

$$t_s < \tau^2 / D_3$$

ここで、 t_s は試料の相対回転を略停止させる所定時間、 τ は X 線構造解析に必要な回折スポットの許容最大半価幅、 D_3 は磁化困難軸まわりの回転拡散係数である。

この場合は、微粒子を三次元配向させる際の配向精度をさらに高めることができる。

【0015】

また、前記試料を相対回転させる時間と、前記試料の相対回転を略停止させる前記所定時間とは、次式の関係を満たすように設定されていることが好ましい。

$$t_r / t_s = 2(1 - \alpha_2) / (\alpha_3 - \alpha_2)$$

ここで、 t_r は試料を相対回転させる時間、 t_s は試料の相対回転を略停止させる所定時間、 α_1 は磁化容易軸の磁化率、 α_2 は中間軸の磁化率、 α_3 は磁化困難軸の磁化率である（ただし、 $\alpha_1 > \alpha_2 > \alpha_3$ ）。

この場合は、微粒子を三次元配向させる際の配向精度をさらに高めることができる。

【0016】

また、前記試料の相対回転速度は、次式を満たすように設定されているのが好ましい。

$$q \times 6 \mu_0 / (B^2 (\alpha_1 - \alpha_2)) \gg 1 / 2$$

ここで、 q は試料が相対回転する角速度、 η は懸濁液の粘性係数、 μ_0 は真空の透磁率、 B は磁場強度、 α_1 は磁化容易軸の磁化率、 α_2 は中間軸の磁化率である（ただし、 $\alpha_1 > \alpha_2$ ）。

この場合は、磁化容易軸の配向精度をさらに高めることができる。

【0017】

また、前記駆動部は、前記試料を回転させるものであることが好ましい。この場合は、試料を回転させるようにしたので、磁場発生部を回転させる場合に比べて装置全体をコンパクトにすることができる。

【0018】

また、前記駆動部は、ステッピングモータであることが好ましい。この場合は、ステッピングモータを用いることにより、制御部による駆動部の駆動制御を容易に行うことができる。

【発明の効果】

【0019】

本発明によれば、微粒子の磁化容易軸を配向している間に磁化困難軸の配向が乱れるのを抑制することができるため、微粒子を三次元配向させる際の配向精度を高めることができる。

【図面の簡単な説明】

【0020】

【図1】本発明の第1の実施形態に係る微粒子配向装置の概略構成を示す側面図である。

【図2】微粒子の磁化軸を示す斜視図である。

【図3】制御部による駆動部の制御方法を示す模式図である。

【図4】微粒子の三次元配向を説明する斜視図である。

【図5】本発明の第2の実施形態に係る微粒子配向装置の制御部による駆動部の制御方法を示す模式図である。

【図6】本発明の微粒子配向装置により擬単結晶化した試料の X 線回折で得られたピークの半価幅を示す表である。

【図7】図6の条件 B により擬単結晶化した試料の X 線回折像を示す図面代用写真である。

【図8】図6の条件 D により擬単結晶化した試料の X 線回折像を示す図面代用写真である。

【図9】本発明の第3の実施形態に係る微粒子配向装置の概略構成を示す側面図である。

【発明を実施するための形態】

10

20

30

40

50

【0021】

以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。

図1は、本発明の第1の実施形態に係る微粒子配向装置の概略構成を示す側面図である。微粒子配向装置1は、所定位置に配置された試料容器2に時間的に変動する磁場（以下、時間変動磁場という）を印加するようになっている。試料容器2は、例えば、医薬分野、バイオテクノロジー分野、高分子材料分野等における有機化合物、無機化合物、生体物質等の微粒子3（図2参照）を懸濁させた試料が収容されたものである。

【0022】

前記微粒子3は、互いに直交する三方向の磁化率がそれぞれ異なる二軸結晶からなり、磁氣的に二軸異方性を有する。図2は、微粒子3の磁化軸を示す斜視図である。微粒子3は、図2に示すように、三軸方向それぞれに3つの異なる磁化率 1、 2 及び 3 を有し、 $1 > 2 > 3$ の大小関係にある。以下、磁化率 1の軸を磁化容易軸、磁化率 2の軸を中間軸、磁化率 3の軸を磁化困難軸という。

10

【0023】

前記微粒子配向装置1は、ケーシング11と、このケーシング11内に配置された磁場発生部12と、この磁場発生部12に対して試料容器2を回転させる駆動部13と、この駆動部13を駆動制御する制御部14とを備えている。

【0024】

磁場発生部12は、ケーシング11に固定された上下一対の永久磁石12a, 12bからなる。各永久磁石12a, 12bは、球状に形成されており、互いにN極とS極とが向かい合うように配置されている。これらの永久磁石12a, 12bの間には、試料容器2を配置するための空間Sが形成されている。

20

【0025】

駆動部13は、例えばステッピングモータからなり、その回転軸13aの先端には、試料容器2を保持するチャック15が取り付けられている。これにより、駆動部13を駆動させると、回転軸13a及びチャック15を介して試料容器2が、固定された磁場発生部12に対して回転するようになっている。その際、試料容器2の回転速度は、回転磁場を形成するのに必要な速度に設定されている。より具体的には、試料容器2の回転速度は、下記式の関係を満たすように設定されている。

$$q \times 6 \mu_0 / (B^2 (1 - 2)) > 1 / 2 \dots (1)$$

30

ここで、 q は試料容器2が回転する角速度、 μ_0 は真空の透磁率、 B は磁場強度である。

【0026】

制御部14は、試料容器2が略 $180 \times n$ 度（ n は任意の自然数）回転するたびに、静磁場を形成するのに必要な所定時間 t_s の間、その回転を一時的に略停止させるように駆動部13を駆動制御している。その際、試料容器2は、所定時間 t_r をかけて、略 $180 \times n$ 度回転するようになっている。ここで「略停止」とは、完全に停止している状態だけでなく、実質的に静磁場が形成されるように局所的にゆっくりと回転している状態も含む意味である。

40

【0027】

試料配管2を回転させる前記所定時間 t_r 、及び試料配管2の回転を略停止させる前記所定時間 t_s は、それぞれ下記式(2)、(3)及び(4)の関係を満たすように設定されている。

$$t_r < 2 / D_1 \dots (2)$$

$$t_s < 2 / D_3 \dots (3)$$

$$t_r / t_s = 2 (1 - 2) / (3 - 2) \dots (4)$$

ここで、 λ はX線構造解析に必要な回折スポットの許容最大半価幅、 D_1 は磁化容易軸まわりの回転拡散係数、 D_3 は磁化困難軸まわりの回転拡散係数である。

【0028】

図3は、制御部14による駆動部13の制御方法を示す模式図である。本実施形態では

50

、図3に示すように、制御部14によってx-y平面上に時間変動磁場を印加するようになっている。以下、例えばz軸よりも上側のx軸を基準(0度)として、試料容器2をz軸を中心に時計回り方向に回転させる場合について説明する。なお、x軸は矢印Bで示す磁場方向と平行に配置されている。

【0029】

まず、0度の位置から180度の位置までのy軸を含む180度の範囲(回転角度 q)では、所定の角速度 q (好ましくは60rpm)により試料容器2を回転させる。そして、x軸上である180度の位置では、試料容器2を所定時間 t_s (好ましくは1秒)の間、完全に停止させる。

【0030】

その後、180度の位置から0度(360度)の位置までのy軸を含む180度の範囲(回転角度 q)では、前記角速度 q により試料容器2を再び回転させる。そして、0度の位置であるx軸上では、試料容器2を所定時間 t_s (好ましくは1秒)の間、完全に停止させる。このように、試料容器2が180度回転するたびにその回転を一時的に停止させるように、制御部14が駆動部13を駆動制御することにより、時間変動磁場が印加される。

【0031】

このように時間変動磁場が印加されると、試料容器2内において懸濁された微粒子3は、回転中に回転磁場が形成されることにより、微粒子3の磁化困難軸がx-y平面(回転面)に対して垂直なz軸方向に配向される。そして、停止中に静磁場が形成されることにより、微粒子3の磁化容易軸が磁場方向Bと平行に配置されたx軸方向に配向されるとともに、残りの軸も自動的にy軸方向に配向される。これにより、微粒子3は、図4(a)に示すようにランダムに配置された状態から、図4(b)に示すように三次元配向された状態、すなわち擬単結晶化した状態となる。この状態において、試料容器2に対してX線源(図示省略)から図1の紙面垂直方向にX線aを照射することにより、X線構造解析を行うことができる。

【0032】

以上、本実施形態の微粒子配向装置及び微粒子配向方法によれば、微粒子3を懸濁させた試料容器2を、磁場発生部12に対して回転させることにより、回転磁場が形成されるため、微粒子3の磁化困難軸を回転磁場面に対して垂直な方向に配向させることができる。また、前記試料容器2の回転を一時的に略停止させることにより、静磁場が形成されるため、微粒子3の磁化容易軸を静磁場面と平行になるように配向することができる。その際、試料容器2の回転を略180 \times n度の回転位置で局所的に略停止させているため、従来のように試料を90度の広範囲に亘って低速回転させる場合に比べて、静磁場が形成される時間を短くすることができる。これにより、微粒子3の磁化容易軸を配向している間に、磁化困難軸の配向が乱れるのを抑制することができるため、微粒子3を三次元配向させる際の配向精度を高めることができる。

【0033】

また、制御部14は、試料容器2が180度回転するたびにその回転を一時的に略停止させるように駆動部13を駆動制御しているため、試料容器2が360度以上回転する場合に比べて回転磁場が形成される時間を短くすることができる。これにより、微粒子3の磁化困難軸を配向している間に、磁化容易軸の配向が乱れるのを抑制することができるため、微粒子3を三次元配向させる際の配向精度をさらに高めることができる。

【0034】

また、制御部14は、試料容器2の回転を完全に停止させるように駆動部13を駆動制御しているため、安定した静磁場を形成することができる。これにより、微粒子3の磁化容易軸の配向を正確に行うことができるため、微粒子3を三次元配向させる際の配向精度をさらに高めることができる。

【0035】

また、試料容器2を相対回転させる所定時間 t_r 及び試料容器2の相対回転を略停止さ

10

20

30

40

50

せる所定時間 t_s は、それぞれ上記式 (2)、(3) 及び (4) の関係を満たすように設定されているため、微粒子 3 を三次元配向させる際の配向精度をさらに高めることができる。特に、式 (4) を満たす場合には、磁化容易軸、中間軸及び磁化困難軸のいずれの回折スポットの半価幅も等しくすることができる点で有効である。

【0036】

また、試料容器 2 の回転速度は上記式 (1) の関係を満たすように設定されているため、微粒子 3 の磁化容易軸の配向精度をさらに高めることができる。

【0037】

また、駆動部 13 は試料容器 2 を回転させるようにしたので、磁場発生部 12 を回転させる場合に比べて装置全体をコンパクトにすることができる。

また、試料容器 2 を回転させる駆動部 13 としてステッピングモータを用いているため、制御部 14 による駆動部 13 の駆動制御を容易に行うことができる。

【0038】

図 5 は、本発明の第 2 の実施形態に係る微粒子配向装置の制御部 14 による駆動部 13 の制御方法を示す模式図である。本実施形態の微粒子配向装置は、試料容器 2 を完全に停止させずに、局所的にゆっくりと回転させることによって略停止状態としている点で、第 1 の実施形態と相違している。

【0039】

図 5 において、例えば z 軸よりも上側の x 軸を基準として試料容器 2 を時計回り方向に回転させる場合について説明すると、5 度の位置から 175 度の位置までの y 軸を含む 170 度の範囲 (回転角度 q) では、所定の角速度 q (好ましくは 60 rpm) により試料容器 2 を高速回転させる。そして、175 度の位置から 185 度の位置までの x 軸を含む 10 度の範囲 (回転角度 s) では、所定の角速度 s (好ましくは 10 rpm) により、試料容器 2 を低速回転させて略停止状態とする。

【0040】

その後、185 度の位置から 355 度の位置までの y 軸を含む 170 度の範囲 (回転角度 q) では、前記角速度 q により試料容器 2 を高速回転させ、さらに 355 度の位置から 5 度 (365 度) の位置までの x 軸を含む 10 度の範囲 (回転角度 s) では、前記角速度 s により試料容器 2 を低速回転させて略停止状態とする。このように、試料容器 2 が 170 度高速回転するたびに、一時的に低速回転 (略停止) させるように、制御部 14 により駆動部 13 を駆動制御することにより、時間変動磁場が印加される。

【0041】

このように時間変動磁場が印加されると、試料容器 2 内において懸濁された微粒子 3 は、高速回転中に回転磁場が形成されることにより、微粒子 3 の磁化困難軸が x y 平面 (回転面) に対して垂直な z 軸方向に配向される。そして、低速回転中に静磁場が形成されることにより、微粒子 3 の磁化容易軸が磁場方向 B と平行に配置された x 軸方向に配向されるとともに、残りの軸も自動的に y 軸方向に配向される。これにより、微粒子 3 は、図 4 (a) に示すようにランダムに配置された状態から、図 4 (b) に示すように三次元配向された状態、すなわち擬単結晶化した状態となる。この状態において、試料容器 2 に対して X 線源 (図示省略) から図 1 の紙面垂直方向に X 線 a を照射することにより、X 線構造解析を行うことができる。

【0042】

以上、本実施形態の微粒子配向装置及び微粒子配向方法においても、試料容器 2 を局所的にゆっくりと回転させて略停止状態としているため、従来のように磁場発生部 32 を 90 度の広範囲に亘って低速回転させる場合に比べて、静磁場が形成される時間を短くすることができる。これにより、微粒子 3 の磁化容易軸を配向している間に、磁化困難軸の配向が乱れるのを抑制することができるため、微粒子 3 を三次元配向させる際の配向精度を高めることができる。

【0043】

図 6 は、本発明の微粒子配向装置により擬単結晶化した試料の X 線回折で得られたピー

10

20

30

40

50

クの半価幅を示す表である。この半価幅は、その値が小さいほど微粒子の配向精度が高いことを示すものである。図6の表では、高速回転時の回転角度 q 及び角速度 q 、低速回転時の回転角度 s 及び角速度 s のいずれかが異なる A ~ D の4種類の試験条件下において、リゾチームを擬単結晶化させたときのX線回折結果を示している。

【0044】

図6において、条件Aは、第1の実施形態の制御方法と同一の条件（前記角速度 q は上記式(1)の関係を満たしており、前記所定時間 t_r 、 t_s はそれぞれ上記式(2)~(4)の関係を満たしている）に設定されている。また、条件Bは、第2の実施形態の制御方法と同一の条件（前記角速度 q は上記式(1)の関係を満たしており、前記所定時間 t_r 、 t_s はそれぞれ上記式(2)~(4)の関係を満たしている）に設定されている。条件Aと条件Bとを比較すると、条件Aが条件Bよりも半価幅の値が小さいことが分かる。すなわち、微粒子の三次元配向時に試料の回転を略停止させる際は、ゆっくりと回転させるよりも、完全に停止させたほうが、微粒子の配向精度が高くなるのが分かる。

10

【0045】

条件Cは、回転角度 q 、 s が条件Bと同一の条件に設定され、角速度 q 、 s が条件Bよりもそれぞれ低く設定されている。条件Bと条件Cとを比較すると、条件Bが条件Cよりも半価幅の値が小さいことが分かる。

【0046】

一方、条件Dは、角速度 q 、 s が条件Bと同一の条件に設定され、回転角度 q が条件Bよりも小さく、回転角度 s が条件Bよりも大きく設定されている。条件Bと条件Dとを比較すると、条件Bが条件Dよりも半価幅の値が小さいことが分かる。条件B~DのX線回折結果より、高速回転を略停止させる際に低速回転させる場合には、条件Bの回転角度及び角速度に設定すれば、微粒子の配向精度が高くなるのが分かる。

20

【0047】

図7は、図6の条件Bにより擬単結晶化した試料のX線回折像を示す図面代用写真であり、図8は、図6の条件Dにより擬単結晶化した試料のX線回折像を示す図面代用写真である。図7の(a)、(b)、(c)は、図8の(a)、(b)、(c)にそれぞれ対応しており、両図の(a)、(b)、(c)は、微粒子の3方向の磁化軸をa軸、b軸及びc軸としたときのac平面、bc平面、ab平面のX線回折像をそれぞれ示している。図7と図8とを比較すると、図7の(a)、(b)、(c)は、いずれも図8の(a)、(b)、(c)よりも、ピークPの尾の長さが短くなっており、微粒子の配向精度が高い状態であることが分かる。

30

【0048】

図9は、本発明の第3の実施形態に係る微粒子配向装置の概略構成を示す側面図である。本実施形態の微粒子配向装置は、試料容器2を固定した状態で磁場発生部32を回転させて時間変動磁場を印加している点で、第1の実施形態と相違している。

【0049】

前記微粒子配向装置は、回転台31と、この回転台31上に取り付けられた前記磁場発生部32と、この磁場発生部32を回転させる駆動部33と、この駆動部33を駆動制御する制御部34と、前記駆動部33が固定されている基台35とを備えている。

40

【0050】

磁場発生部32は、回転台31上に固定された左右一对の永久磁石32a、32bからなる。各永久磁石32a、32bは、互いにN極とS極とが向かい合うように配置されている。これらの永久磁石32a、32bの間の上方には、試料容器2が配置されるようになっている。なお、試料容器2は、図示しない固定部材によって基台35上に固定されている。

【0051】

駆動部33は、例えばステッピングモータからなり、その回転軸33aには前記回転台31が固定されている。前記回転軸33aは、固定された試料容器2の真下に配置されている。これにより、駆動部33を駆動させると、回転軸33a及び回転台31とともに磁

50

場発生部 3 2 が、固定された試料容器 2 を中心に回転するようになっている。その際、磁場発生部 3 2 の回転速度は、回転磁場を形成するのに必要な速度に設定されている。

【 0 0 5 2 】

制御部 3 4 は、試料容器 2 を固定した状態で磁場発生部 3 2 が略 $180 \times n$ 度 (n は任意の自然数) 回転するたびに、静磁場を形成するのに必要な所定時間 t_s の間、その回転を一時的に略停止させるように駆動部 1 3 を駆動制御している。制御部 3 4 の具体的な制御方法は、第 1 の実施形態と同様であるため、その詳細な説明は省略する。

【 0 0 5 3 】

基台 3 5 は、図示しないゴニオメータ上に取り付けられており、X 線構造解析時に前記ゴニオメータを駆動させると、基台 3 5 が試料容器 2 を中心として振れ回る歳差運動を起こすようになっている。これにより、X 線源 (図示省略) から図 5 の右側から試料容器 2 に向けて照射された X 線 a に対して試料容器 2 の向きを任意に調節することができる。

10

【 0 0 5 4 】

以上、本実施形態の微粒子配向装置及び微粒子配向方法においても、磁場発生部 3 2 の回転を局所的に略停止させているため、従来のように磁場発生部 3 2 を 90 度の広範囲に亘って低速回転させる場合に比べて、静磁場が形成される時間を短くすることができる。これにより、微粒子 3 の磁化容易軸を配向している間に、磁化困難軸の配向が乱れるのを抑制することができるため、微粒子 3 を三次元配向させる際の配向精度を高めることができる。

【 0 0 5 5 】

なお、本発明は、上記の実施形態に限定されることなく適宜変更して実施可能である。例えば、上記実施形態では、略 180 度毎に相対回転を略停止させているが、 360 度 (1 回転) 毎や 540 度 (1 回転半) 毎など複数回転毎に相対回転を略停止させたり、毎回異なる回転角度で略停止させるようにしてもよい。要するに、略 180 度の任意の自然数倍まで相対回転させたときに略停止させるようにすればよい。

20

【 0 0 5 6 】

また、上記実施形態では、試料を相対回転させる所定時間及び試料の相対回転を停止させる所定時間は、それぞれ上記式 (2) 及び (3) の関係を満たすように設定されているが、少なくともいずれか一方の所定時間が上記式 (2) の関係を満たすように設定されていればよい。

30

【 0 0 5 7 】

また、第 3 の実施形態にでは、相対回転を略停止させる際に、完全に停止させているが、局所的にゆっくりと回転させるようにしてもよい。

さらに、上記各実施形態においては、駆動部としてステッピングモータを用いているが、サーボモータ等の他のアクチュエータを用いてもよい。

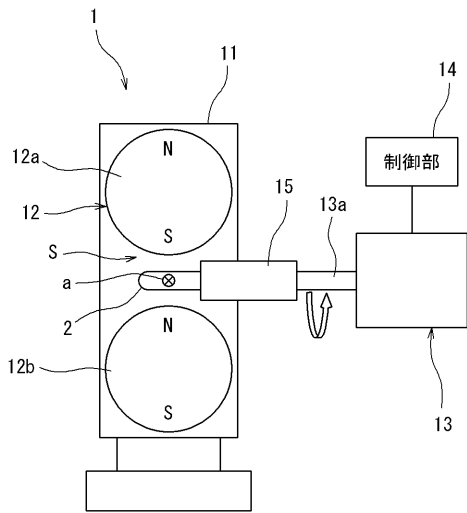
【 符号の説明 】

【 0 0 5 8 】

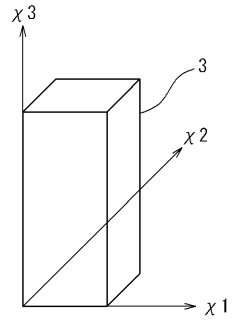
- 1 微粒子配向装置
- 2 試料容器
- 3 微粒子
- 1 2 , 3 2 磁場発生部
- 1 3 , 3 3 駆動部
- 1 4 , 3 4 制御部
- 1 , 2 , 3 磁化率

40

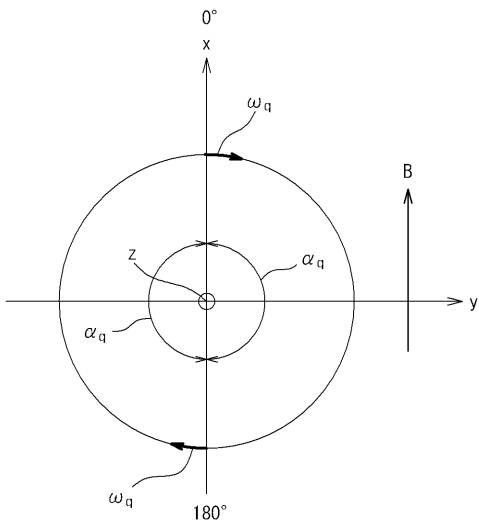
【 図 1 】



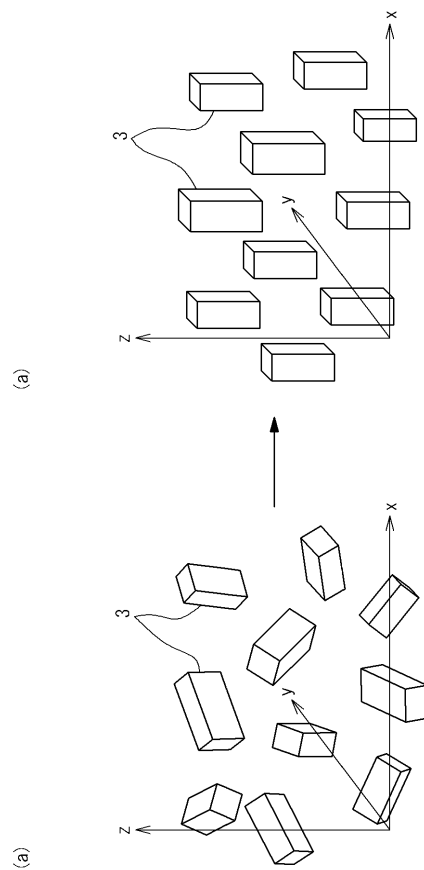
【 図 2 】



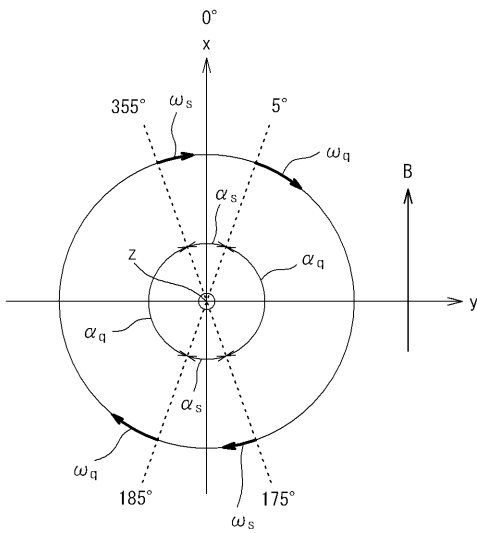
【 図 3 】



【 図 4 】



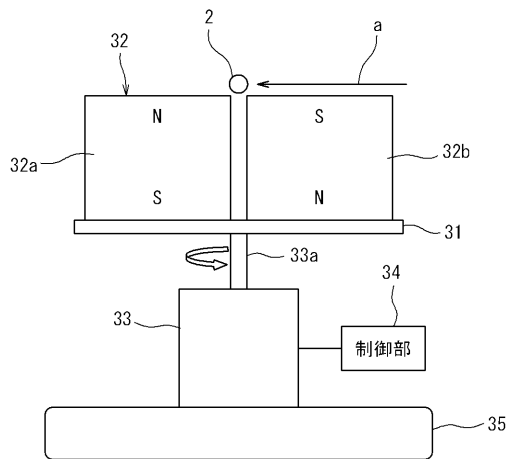
【 図 5 】



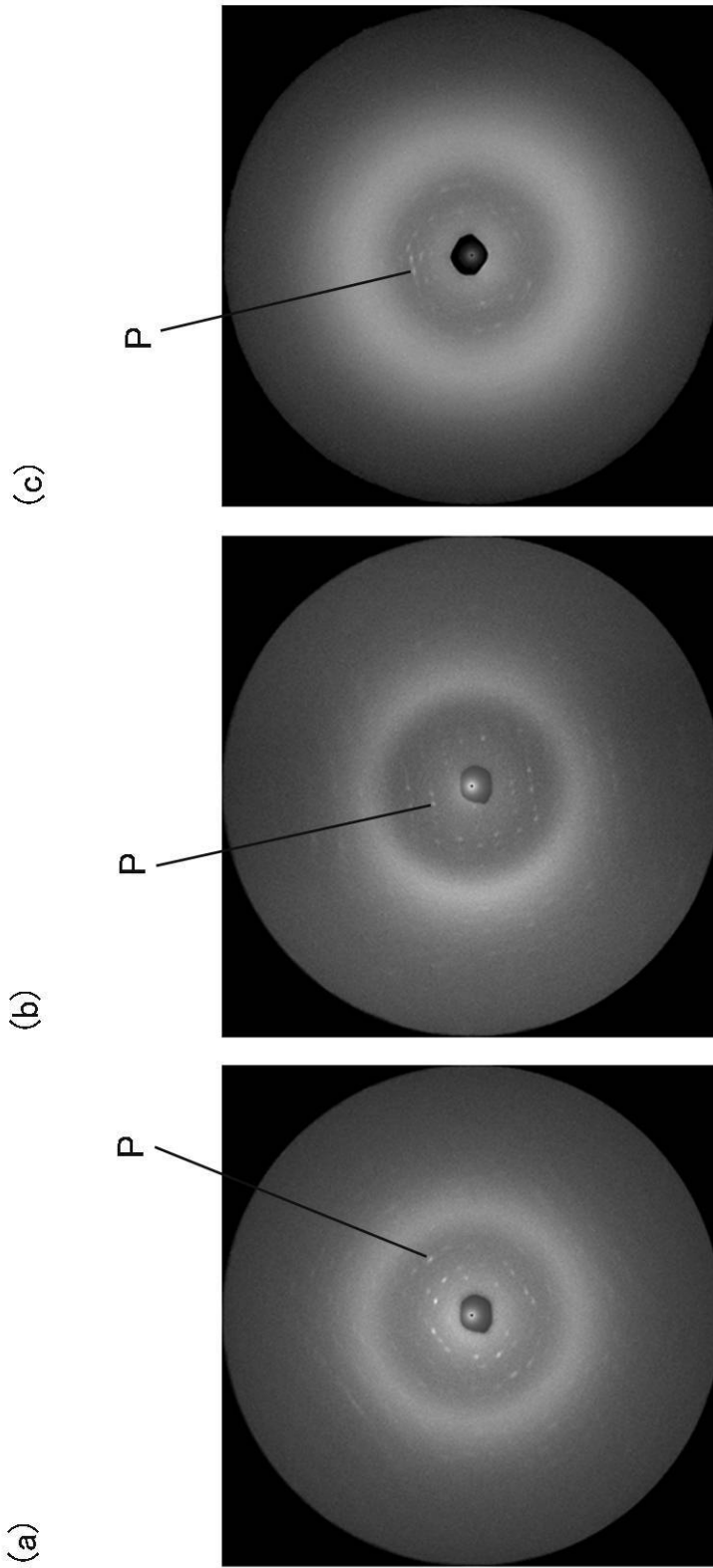
【 図 6 】

条件	α_q (degree)	α_s (degree)	ω_q (rpm)	ω_s (rpm)	半価幅 (degree)
A	180	-	60	-	2.36
B	170	10	60	10	4.50
C	170	10	100	30	5.70
D	160	20	60	10	6.00

【 図 9 】



【 図 7 】



【 図 8 】

