

イメージングプレートを用いた粉末 X 線回折システムの現状

馬込栄輔

九州シンクロトロン光研究センター

デバイシェラー法による粉末 X 線回折実験は、高精度の結晶構造解析が行える手法として多くの放射光施設において活発に行われている。この実験には、回折強度を広いダイナミックレンジで広範囲かつ高角度分解能で計測することができる、2次元 X 線検出器が必要不可欠である。これらの条件を満たす検出器として、2次元半導体検出器やイメージングプレート(略称 IP)などがある。これらの検出器にはそれぞれで長所と短所があるが、IP の長所は、広い角度範囲の同時測定と高い角度分解能の測定を両立できることである。当センターでは、この IP の長所を活用した粉末 X 線回折実験を行うため、新規に IP と IP 読取り装置(Baker Hughes 社製, CRxVision)を導入し、粉末 X 線回折システムを構築した。IP の受光面サイズは 200 mm×400 mm であり、 $2\theta = 5 \sim 75 \text{ deg.}$ の広い角度範囲を同時に測定できる。また、角度分解能($\Delta 2\theta$)については 0.007 deg.または 0.014 deg.で測定可能であり、極めて高い角度分解能をもつ。発表では、構築した粉末 X 線回折システムの性能評価として行った粉末 X 線回折実験、結晶構造解析の詳細について報告する。

イメージングプレートを用いた粉末X線回折システムの現状



馬込栄輔

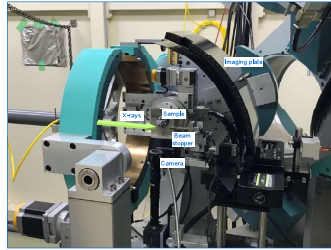
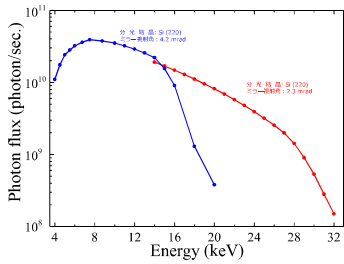
九州シンクロトロン光研究センター

緒言

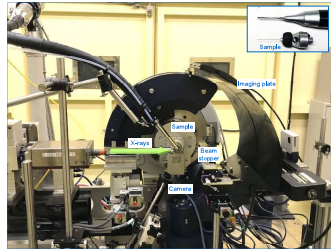
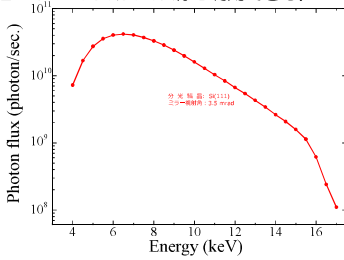
デバイセラー法による粉末X線回折実験は、高精度の結晶構造解析が行える手法として多くの放射光施設において活発に行われている。九州シンクロトロン光研究センターでは、回折強度を広いダイナミックレンジ、広角度範囲かつ高角度分解能で計測することができるイメージングプレートを用いた粉末X線回折実験設備をBL07, BL15で構築した。

ビームラインの概要

- BL07
超電導ウィグラーを光源とするビームライン。
 $E = 12 \sim 30$ keVのX線を利用できる。



- BL15
偏向電磁石部を光源とするビームライン。
 $E = 5 \sim 16$ keVのX線を利用できる。

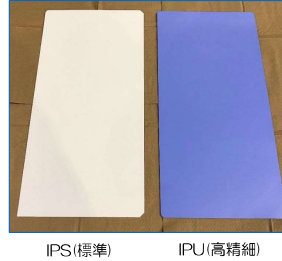


直径0.1 ~ 0.2 mmφのガラスキャピラリーに封入された粉末結晶に放射光を照射し、回折強度をIPで測定する。

IP および IP読取装置の概要

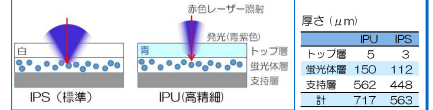
- イメージングプレート(IP)

IPの種類

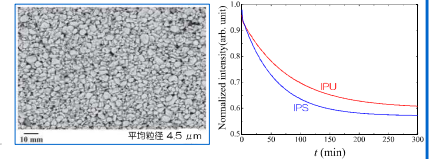


A.S.S. Silva et al.: X-Ray Spectrom. 48, 375-381 (2019).

IPの構造



蛍光体層のSEM像



フェーディング効果

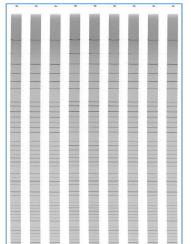
- イメージングプレート(IP)読取装置



CRVision (Baker Hughes社製)

機能データ

分解能 (μm)	標準 70	高 35
空間分解能 (μm)	標準 80	高 40
スキャン時間 (min)	標準 2	高 4
スキャンサイズ (cm)	35×40	
ビット深度 (bit)	16	
イレーサ	インライン	

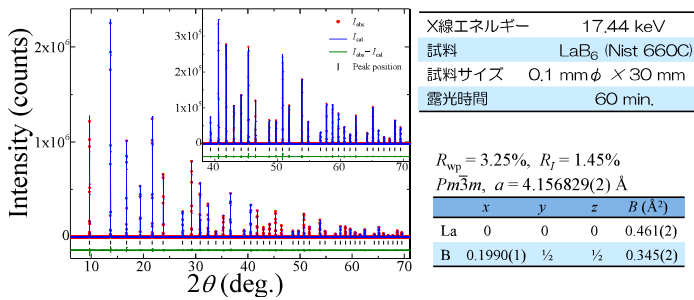


読み取られた回折像

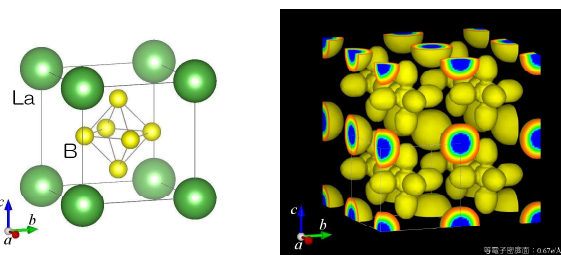
性能評価

- 性能評価

結晶構造解析 (Rietveld 法)



電子密度分布解析 (Maximum Entropy Method)



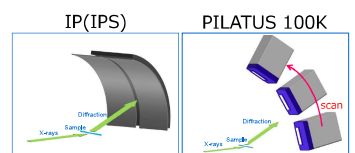
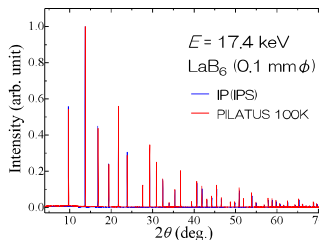
高精度の結晶構造解析が可能になった。

- 検出器比較

	IP(IPS)	PILATUS 100K
測定範囲 2θ (deg.)	0~72	0~150
角度分解能 (deg.)	0.007	0.012
カメラ長 (mm)	284.68	820
検出域サイズ (mm ²)	400×200	83×33
ピクセルサイズ (μm ²)	35×35	172×172



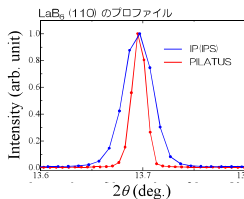
PILATUS 100K



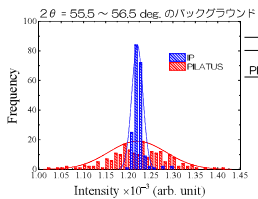
測定時間: 60 min
露光時間/pix: 60 min

測定時間: 74 min
露光時間/pix: 3 min

半値幅



BG強度のパラツキ



実験目的によって検出器の使い分けが必要