

高エネルギーX線を用いた粉末回折実験設備の構築(BL07)

馬込栄輔、河本正秀、岡島敏浩
九州シンクロトロン光研究センター

高エネルギーの放射光($E = 17 \sim 35 \text{ keV}$)を利用した粉末X線回折実験は、高精度・高空間分解能の結晶構造解析が行える手法として、SPRING-8等の放射光施設において活発に行われている。一般に、高い空間分解能で結晶構造解析を行うためには、回折強度の統計精度が高く、散乱ベクトル Q ($Q = 4\pi\sin\theta/\lambda$, [\AA^{-1}], 2θ : 回折角, λ : 入射X線の波長 [\AA])が 15 \AA^{-1} 程度までの測定データが必要とされる。このようなデータを効率良く得るためには、高輝度かつ高エネルギーの放射光が必要不可欠である。これまで九州シンクロトロン光研究センターにおいて粉末X線回折実験を行う場合、偏向電磁石部を光源とするBL15が利用されてきた。しかし、BL15では 17 keV 以上の放射光の輝度は極めて低く、高精度の測定データを効率良く得ることはできなかった。

そこで我々は、九州シンクロトロン光研究センターにおいても高精度の粉末X線回折実験を可能にするため、超電導ウイグラーを光源とし、 30 keV 程度までの放射光を利用できるBL07において、デバイシェラー法を用いた粉末回折実験設備を構築した。この設備は、多軸回折計(Huber社製)上に構築されており、直径 $0.1 \sim 0.2 \text{ mm}\phi$ 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、その回折強度分布をイメージングプレート(IP)、またはPILATUS 100K(Dectris社製)などの2次元検出器で測定するものである。この実験設備の構築によりBL15の環境では長時間必要であった測定を、 $1/10$ 程度の極めて短時間で測定できるようになった。

発表では、構築された実験設備の概要とともに、装置の性能評価として行った回折実験・構造解析の結果について報告する。

高エネルギーX線を用いた粉末回折実験設備の構築(BL07)



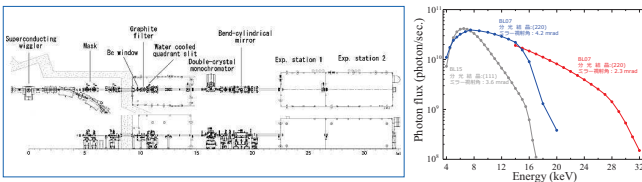
馬込栄輔、河本正秀、岡島敏浩
九州シンクロトロン光研究センター

緒言

高エネルギー放射光 ($E = 17 \sim 35 \text{ keV}$) を利用した粉末X線回折実験は、高精度・高空間分解能の結晶構造解析が行える手法としてSPRing-8等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においても高精度・高空間分解能の結晶構造解析を可能にするため、高エネルギー放射光を利用可能なBL07においてデバイセラー法を用いた粉末回折実験設備を構築した。

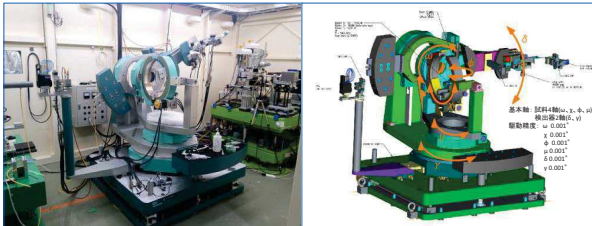
BL07の概要

● ビームライン



電子蓄積リング直線部の4テスラ超電導ウイグラーを挿入光源とするビームライン。偏向磁石部を光源とするビームラインより高エネルギーのX線を高強度で利用できる。X線は2結晶分光器[分光結晶Si(220)]で分光され、視射角2.3 mradの湾曲円筒型ミラーにより実験ハッチ2に集光される。

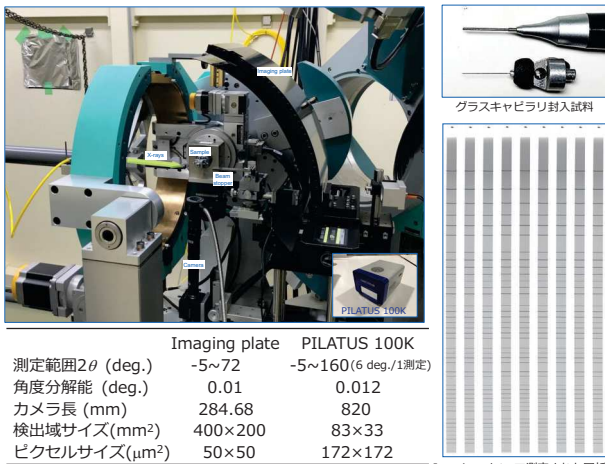
● X線回折



実験ハッチ2には、主に薄膜回折・微小角入射X線回折(GIXD)を目的とした多軸回折装置(Huber社製)が設置されている。X線検出器としてシンチレーションカウンタ(NaI, Yap), 2次元検出器(PILATUS 100K)を使用できる。

粉末回折実験設備の概要

● デバイセラーカメラ



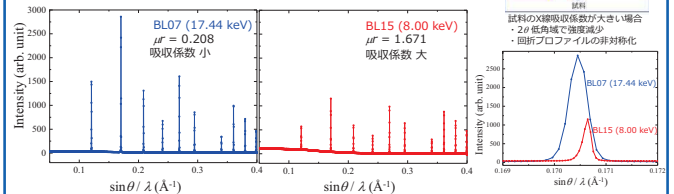
多軸回折計上に デバイセラー法を用いた粉末回折実験設備 を構築した。直径0.1 ~ 0.2 mm ϕ のガラスキャピラリーに封入された粉末結晶に放射光を照射し、回折強度分布を2次元検出器[Imaging plate(IP)、またはPILATUS]で測定する。

粉末回折実験

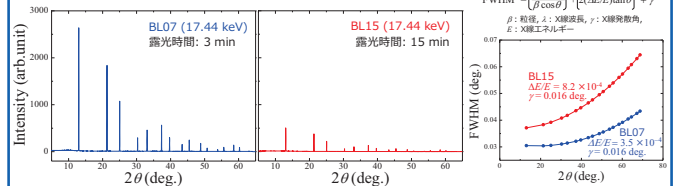
● 性能評価

・ 回折パターン比較

1. LaB₆ (Nist660C, $2r = 0.1 \text{ mm}\phi$)

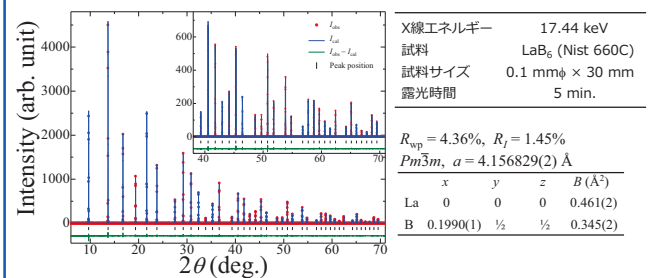


2. Si (Nist640C, $2r = 0.1 \text{ mm}\phi$)



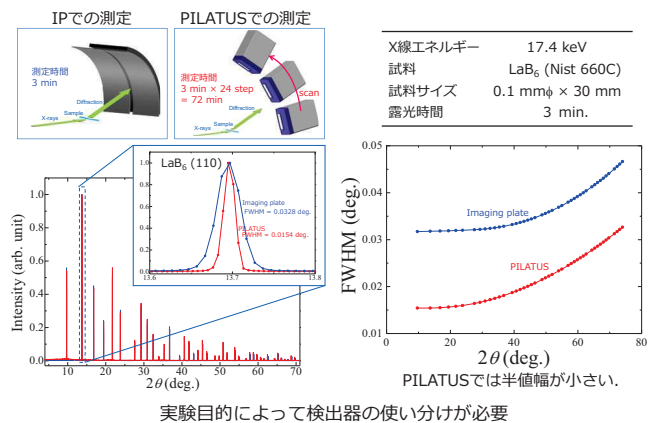
吸収補正の必要のない回折データを高強度・高角度分解能で得られた。

・ 結晶構造解析 (Rietveld解析)



短時間の測定で、高精度の結晶構造解析が可能になった。

● 検出器比較



まとめ

- ・ SAGA-LS BL07において、粉末回折実験設備を構築した。
- ・ 高強度、高角度分解能の粉末回折実験が可能になった。
- ・ 高精度の結晶構造解析が可能になった。

今後より高精度の結晶構造解析が行えるように、回折実験設備の高度化(半導体検出器の多連装化等)を進めていく。