

SAGA-LS BL15 における粉末 X 線回折法の測定技術開発

大谷亮太, 隅谷和嗣, 岡島敏浩, 平井康晴
九州シンクロトロン光研究センター

粉末回折法は結晶性物質の同定, 定量分析, 構造解析の手段として広く普及している強力な評価・解析手法である. 近年では基礎的構造物性研究だけでなく, 環境材料の分析など, 社会的なニーズも増加傾向にある. 本年度, SAGA-LS においてデバイ-シェラー光学系による粉末 X 線回折システムの構築を目標とし, 測定技術の研究開発をスタートした. 今回は構造科学・イメージング分析ビームライン (BL15) に現有の装置を用いて構築した粉末 X 線回折装置の現状について報告する. 図 1 に実験配置, 図 2 に実験ハッチ内の測定部の外観をそれぞれ示す. 蓄積リングからの白色 X 線を二結晶モノクロメータにより単色化して実験ハッチへ導く. 入射 X 線エネルギーは 2.1~23 keV である. 回折計は一般的なデバイ-シェラー光学系であり, 2θ 軸にサイズ 200×400 mm, カメラ長 286 mm の湾曲型 IP カメラを搭載している. ガラスキャピラリーに封入した試料をゴニオメーターヘッドに固定し, スピナーにより ω 軸を回転しながら X 線を露光し IP に回折図形を記録する. 撮像後スキャナで IP 上での記録強度を読み取り, 1 次元の回折強度プロファイルに数値化する. 今後, 本装置を用いた測定技術の研究を元に大型デバイ-シェラーカメラ等の設計・開発を行い, より高度な測定が可能な粉末 X 線回折システムを構築する計画である.

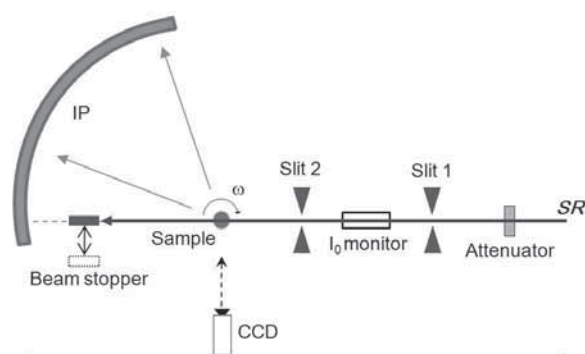


図 1 実験配置.

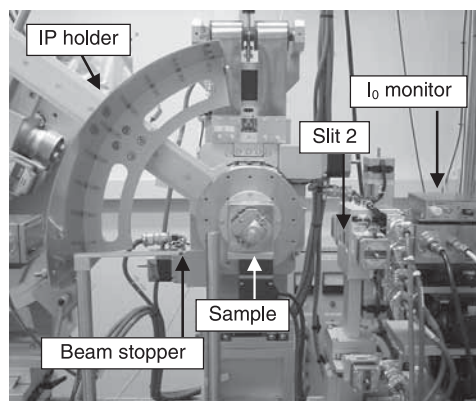


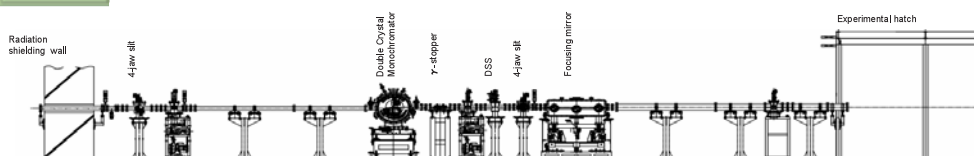
図 2 測定部外観.

SAGA-LS BL15における粉末X線回折法の測定技術開発

九州シンクロtron光研究センター
大谷亮太 隅谷和嗣 岡島敏浩 平井康晴

粉末回折法は結晶性物質の同定、定量分析、構造解析の手段として広く普及している強力な評価・解析手法である。近年では、基礎的構造物性研究だけでなく、環境材料の分析など、社会的なニーズも増加傾向にある。現在SAGA-LSにおいてデバイ・シェラー光学系による粉末X線回折システムの構築を目標とし、測定技術の研究開発を行っている。今回は構造科学・イメージング分析ビームライン(BL15)に現有の装置を用いて構築した粉末X線回折測定装置の現状について報告する。

BL15



BL15外観



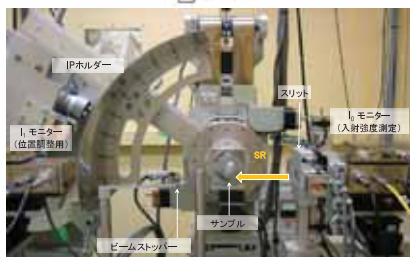
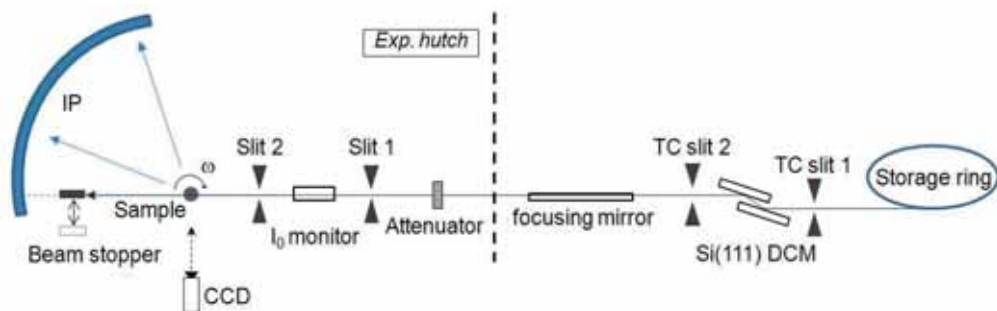
実験ハッチ内部

Light source: Bending Magnet
Monochromator: Si(111)二結晶分光器
Energy range: 2.1~22.4keV
Photon Flux: $>1 \times 10^{10}$ Photons/sec ($h\nu = 10$ keV)

主な実験手法

X線吸収微細構造(XAFS)
蛍光X線分析
X線反射率
イメージング
X線回折法
小角散乱
粉末X線回折 ...今回新たに立上げ

粉末X線回折測定の実験配置



測定部の外観

検出器：湾曲型IPカメラ
200 x 400 mm²

カメラ長：~285 mm

(NIST標準試料による校正を行う)

各コンポーネントはそれぞれ独立して着脱・分解・移動が可能であり、他の手法と組み合わせた自由度の高い実験が可能である。

測定の流れ

- ビーム調整
- 粉末試料を封入したキャピラリーをゴニオメーターにセット
- サンプル位置調整
- IPをセット



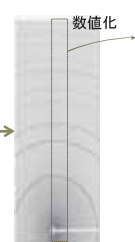
ポロシリケート
キャピラリー



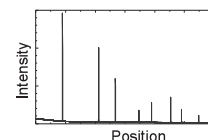
ω軸を回転しながら露光開始



IPの読み取り、
回折図形の画像化



IP上の記録図形
(試料: Si X線エネルギー12 keV)

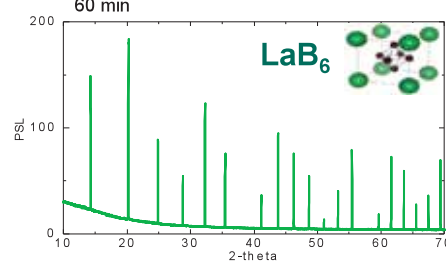
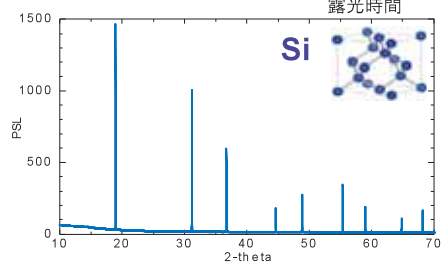


距離 → 2θへ変換
構造精密化等の解析

標準試料の測定結果

X線エネルギースポットサイズ
キャピラリー直径
露光時間

12 keV~0.4 mm (h) x 2 mm (w)
0.3 mm
60 min



BL15 粉末X線回折による支援事例

- － シュウ酸金属錯体の構造解析
- － アスベストの定性分析
- － 超ナノ微結晶ダイヤモンド/a-C薄膜の構造解析

など

* * * * *



<http://nanotechjapan.jp/>
<http://nanoscience.cstm.kyushu-u.ac.jp/>

まとめと今後の展望

SAGA-LS BL15に構築したデバイ-シェラー型の粉末X線回折装置を用いて、回折プロファイルの取得が可能であった。今後、本装置を用いた測定技術の研究を元に大型デバイ-シェラーカメラ等の設計・開発を行い、より高度な測定が可能な粉末X線回折システムを構築する計画である。

