

## 2次元X線検出器を用いた XRD・XAFS 測定

馬込 栄輔

九州シンクロトロン光研究センター ビームライングループ

近年，電池材料開発等の分野において in-situ で X 線回折(XRD)・X 線吸収微細構造(XAFS)の同時計測の需要が高まっている．XRD では数 nm 以上の周期構造に対する平均構造に関する情報が，XAFS では試料に含まれる X 線吸収元素の電子状態や化学結合状態等の局所構造に関する情報が得られる．外場を変化させながら測定を行う in-situ 実験は同じ実験条件の再現が難しいことから，1 回の測定で上記の情報が同時に得られる XRD・XAFS 同時計測は極めて魅力的である．さらに最近，XAFS の測定手法の一つとしてイメージング XAFS 法が開発されている．通常の透過 XAFS の場合，入射 X 線サイズは数 mm 程度であるため，X 線照射領域について平均化された局所構造情報となる．一方，透過強度を 2 次元検出器で観察するイメージング XAFS では，照射領域を数十 $\mu\text{m}$  領域に切り分けた情報が得られるため，試料の不均一性等を可視化できる．SAGA-LS BL15 において，このイメージング XAFS と XRD の同時計測システムの開発を行ったので，その現状を報告する．

また，BL07，BL15 において 2 次元検出器(PILATUS 100K, DECTRIS 社製)を用いた XRD 計測システムを構築したので，これについても報告する．

---

# 2次元X線検出器を用いたXRD・XAFS測定

馬込栄輔

九州シンクロトロン光研究センター



## 要旨

近年、電池材料開発等の分野においてin-situでX線回折(XRD)・X線吸収微細構造(XAFS)の同時計測の需要が高まっている。XRDでは数nm以上の周期構造に対する平均構造に関する情報が、XAFSでは試料に含まれるX線吸収元素の電子状態や化学結合状態等の局所構造に関する情報が得られる。外場を変化させながら測定を行う in-situ実験は同じ実験条件の再現が難しいことから、1回の測定で上記の情報が同時に得られるXRD・XAFS同時計測は極めて魅力的である。さらに最近、XAFSの測定手法の一つとしてイメージングXAFS法が開発されている。通常の透過XAFSの場合、入射X線サイズは数mm程度であるため、X線照射領域について平均化された局所構造情報となる。一方、透過強度を2次元検出器で観察するイメージングXAFSでは、照射領域を数mm領域に切り分けた情報が得られるため、試料の不均一性等を可視化できる。SAGA-LS BL15において、このイメージングXAFSとXRDの同時計測システムの開発を行った。

また、BL07, BL15において2次元検出器(PILATUS 100K, DECTRIS社製)を用いたXRD計測システムを構築した。

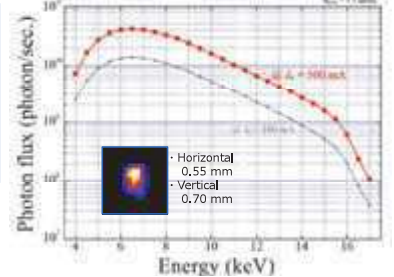
## SAGA Light Source BL15



X線回折装置 (Rigaku, SOR-SmartLab)



XAFS測定システム



主にXRD, XAFS, Topographyの測定が可能。

九州シンクロトロン光研究センター BL15において、2次元検出器を用いたイメージングXAFSとXRDの同時計測システムの開発を行った。

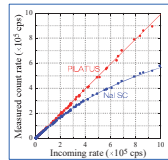
## XRD・XAFS計測システム

### ● 2次元X線検出器

・ PILATUS 100K (DECTRIS社製)



Sensor	Si (320 μm)
Sensitive area	33.5×83.5 mm <sup>2</sup>
Readout speed	300 frames/s
Num. of pixel	195×487
Pixel pitch	172 μm
Counting rate	2×10 <sup>7</sup> photons/s
Weight	2.3 kg
Dimensions	143×110×180 mm <sup>3</sup>



・ MINIPIX (Advacam社製)



Sensor	Si (300 μm)
Sensitive area	14×14 mm <sup>2</sup>
Readout speed	30 frames/s
Num. of pixel	256×256
Pixel pitch	55 μm
Counting rate	1×10 <sup>7</sup> photons/s
Weight	50 g
Dimensions	60×12×5 mm <sup>3</sup>

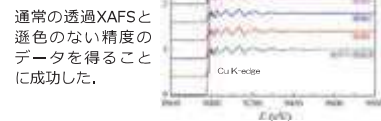


構築予定の計測システム

### ● イメージングXAFS



試料と透過X線像

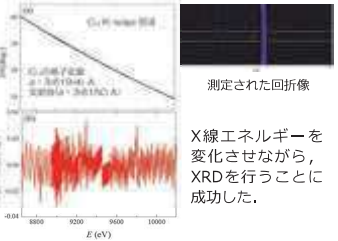


通常の透過XAFSと遜色のない精度のデータを得ることに成功した。

### ● X線エネルギー走査XRD



測定された回折像



X線エネルギーを変化させながら、XRDを行うことに成功した。

現在、イメージングXAFSとX線エネルギー走査XRDを組合せた計測システムを構築中

## 粉末回折実験設備の構築 (BL07, BL15)

### ● PILATUSを用いた粉末回折実験



測定の様子

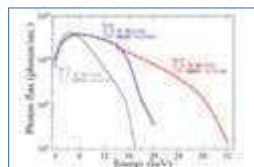


ガラスキャピラリー封入試料



測定時間  
5 min × 12 step  
= 60 min

	BL15	BL07
測定可能2θ (deg.)	-5~140	-5~160
角度分解能 (deg.)	0.03	0.012
カメラ長 (mm)	328.5	821.2
エネルギー範囲(keV)	8 ~ 16	15 ~ 25
温度制御範囲 (K)	90 ~ 300	室温のみ



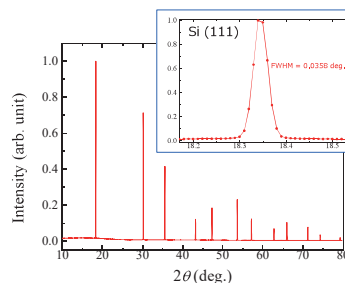
### ● 測定例



測定された回折像(BL15, E = 12.4keV, Si)

#### ・ BL15

X線エネルギー	12.4 keV
試料	Si (Nist 640e)
試料サイズ	0.1 mmφ × 30 mm
露光時間	5 min.



#### ・ BL07

X線エネルギー	17.4 keV
試料	LaB <sub>6</sub> (Nist 660c)
試料サイズ	0.1 mmφ × 30 mm
露光時間	3 min.

