

# BL15XUIP 粉末 X 線回折カメラの評価

田中 雅彦

物質・材料研究機構, 共用ビームステーション  
masahiko@spring8.or.jp

兵庫県西播磨の大型放射光施設 SPring8 の物質材料研究機構 (NIMS) 専用ビームライン、BL15XU ではアンジュレータ光源を持つ放射光ビームラインの既設の 2 軸粉末回折計の 2 $\theta$  アーム上にイメージングプレート (IP) を検出器として搭載し高角度分解と高データ取得効率を両立した放射光用粉末 X 線回折カメラを開発した (Fig. 1) [1]。このカメラの詳細を紹介し性能評価の結果を報告する。

円筒面状の IP カセットの半径は 954.9 (3000/ $\pi$ ) [mm]、この大半径により高い角度分解能を実現した。IP の 1 ピクセルは読み出し分解能 50  $\mu$ m 角にて 2 $\theta$  角にして 0.003 $^\circ$  に相当する。使用する IP は 200\*400mm であり、2 $\theta$  にして 24 $^\circ$  をカバーする。2 $\theta$  高角領域までの全粉末回折データを取得するには 2 $\theta$  アーム位置を変更しながらの数回の露光を行う。

分割して収集された粉末回折データは独自開発したプログラムにより角度-強度データに変換し、重ねて露光した 2 $\theta$  領域に含まれる共通ピークを元に結合され、粉末結晶構造解析に供される。1 回折データの露光時間はほとんどの試料にて、120 秒程度で充分である。IP カセットの水平方向移動機構により、IP を交換すること無しに 1 枚の IP 上に通常 6 回の露光が可能となっており、ほとんどの試料について 15 分以下で全粉末回折データの取得が可能である。

NBS-Si 粉末の 111 回折反射プロフィールで本カメラの分解能をいくつかの粉末回折装置と比較した (Fig. 2)。第二世代放射光施設の Ge(111) アナライザー粉末回折計より狭いピークプロファイルが得られ、同等の分解能で比較すると、データ取得効率で 20 倍以上の高効率が可能となる。本カメラのデータを使用した、未知構造物質の構造決定もすでに実施されている [2]。

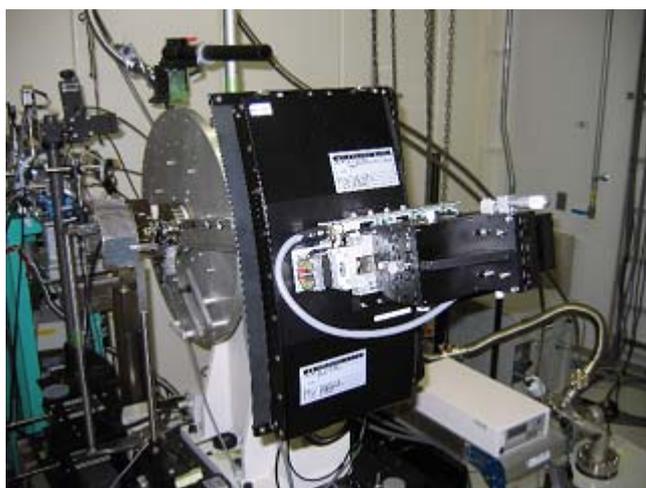


Fig. 1 Spring8 15XU 2 軸回折計の 2 $\theta$  アーム上に搭載した大半径 IP カメラの円筒状 IP カセットと水平移動機構

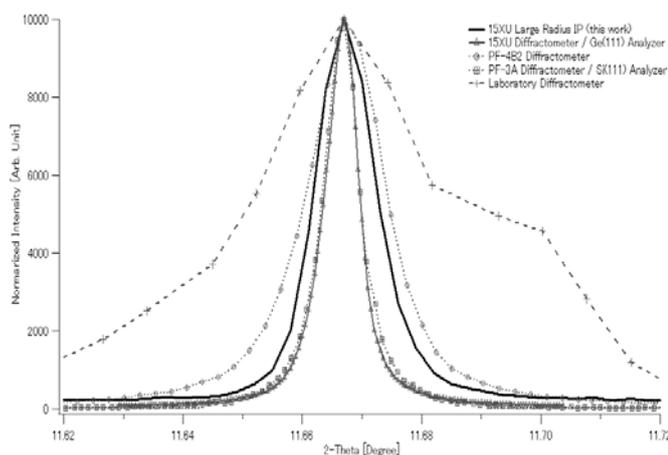


Fig.2 BL15XU 大半径 IP カメラシステムと他の粉末回折計によって取得した NBS-Si 111 反射ピークプロファイルの比較。太線マーカ-無しが本大半径 IP カメラである。第二世代放射光 Ge アナライザー回折計より狭いピークプロファイルを得られている。

[1] M.Tanaka, Y.Katsuya and A. Yamamoto, *Rev. Sci. Instrum.*, **79**, 075106 (2008).

[2] F.Geng, H.Xin, Y.Matsushita, R.Ma, M.Tanaka, F.Izumi, N Iyi and T.Sasaki, *Chem.Eur. J.*, **14**, 9255-9260 (2008).