

高一ゼミ（14:15-15:05）・放課後ゼミ（15:40-16:30）

2018年5月9日(水) 栄光学園中学校・高等学校

X線回折

井田 隆^{1,2,3}

¹ 名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター



² 科学技術交流財団 シンクロトロン光センター



AichiSR

³ 国際回折データセンター (ICDD)



内容

はじめに 経歴, 背景

X線回折とは? X線の使われ方 X線回折の使われ方

物質の構造, 高校で習うこと・習わないこと どのような物質?

どのような用途?

どうして DNA が二重らせんとわかったか?

DNA 二重らせんスキャンダル?

シンクロトロン光の利用

シンクロトロン光 (放射光) とは 利用施設 相対性理論?

あいちシンクロトロン (AichiSR), 放射光利用の効果, 装置

おわりに

はじめに

経歴

1973~1980	栄光学園中学校・高校（神奈川県） グスタフ・フォス校長
1981~1983	東京大学理科2類 農学部志望
1983~1989	東京大学理学部化学科物理化学第2講座，大学院修士課程，博士課程 超高压下の分子性結晶の分光特性の研究，装置開発
1989~1991	分子科学研究所（愛知県） 技官，偏光顕微分光測定
1991~1999	姫路工業大学理学部（兵庫県） 助手，ナノ粒子の物性研究 実験室型X線回折装置の研究
1999~	名古屋工業大学先進セラミックス研究センター（岐阜県多治見市） 助教授→教授，X線回折装置と解析理論の研究 高エネルギー加速器研究機構粉末回折装置所外担当 (2014 まで) あいちシンクロトロン光センター主幹研究員（兼務） 国際回折データセンター (ICDD) 極東地区議長，評議会役員

はじめに

背景

2011 年 7 月 名城大学附属高校（SSH; スーパーサイエンスハイスクール）
で出張授業「名古屋工業大学紹介／模擬授業」

2015 年 6 月 岐阜県立多治見北高校「サイエンス講演会」で講演
「シンクロトロン光を利用した物質の構造推定」

→ 2017 年度 多治見北高はスーパーグローバルハイスクール SGH
指定を受ける。

2017 年 8 月 名古屋工業大学で中学・高校教諭 教員免許更新講習 担当
講義題目「X線回折」

（改正教育職員免許法が 2009 年から施行されたことによる）

事前質問に「DNA 二重らせん構造の発見は R. Franklin によるものか、
J. Watson & F. Crick によるものか？」という内容のものがあつた。

X線回折とは？どのように使われるか？

X線の使われ方

X線の3通りの利用のしかた

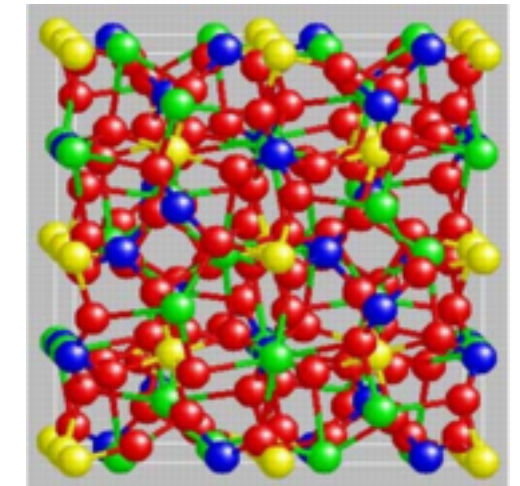
1. 透過像の撮影

胸部X線写真, X線CT, 虫歯の治療, 手荷物検査



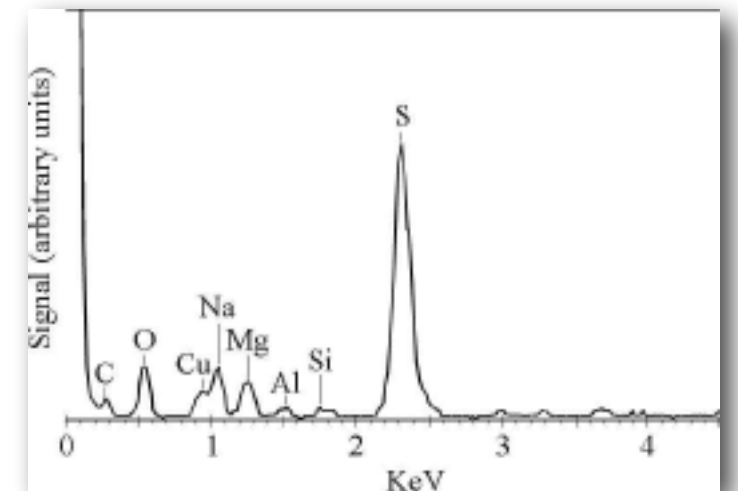
2. 回折・散乱測定

結晶構造の推定, 物質の同定・分析



3. 吸収・蛍光スペクトル測定

元素分析, 局所構造評価



X線の使われ方 ← X線の性質

X線の3通りの利用のしかた

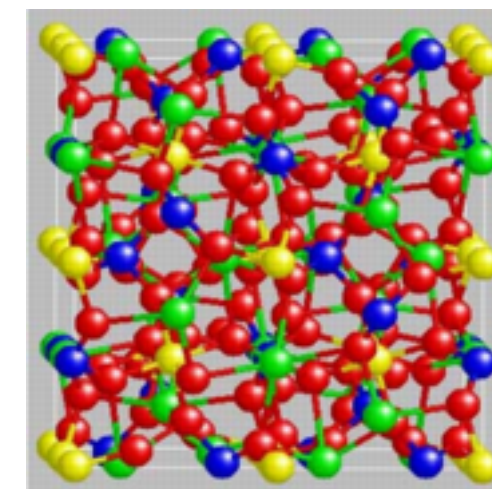
1. 透過像の撮影 ← 高い透過性

胸部X線写真, X線CT, 虫歯の治療, 手荷物検査



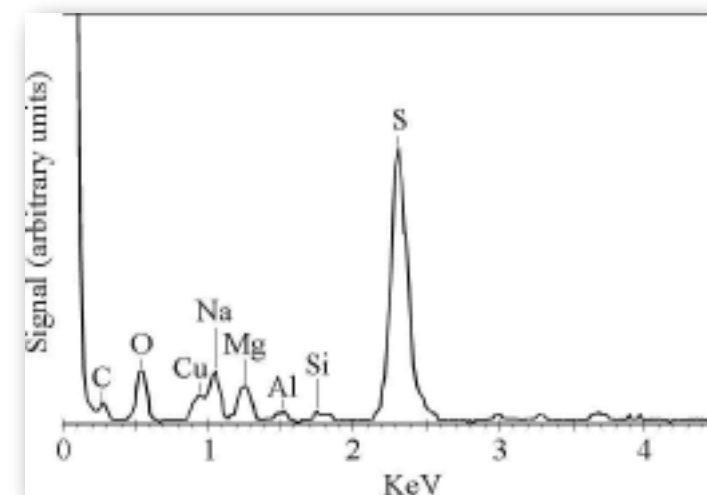
2. 回折・散乱測定 ← 原子の大きさと同程度の波長

結晶構造の推定, 物質の同定・分析



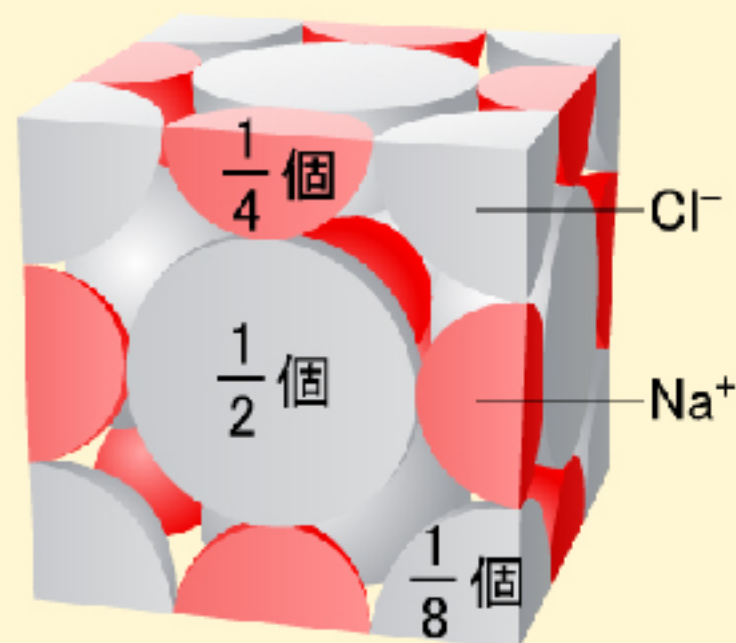
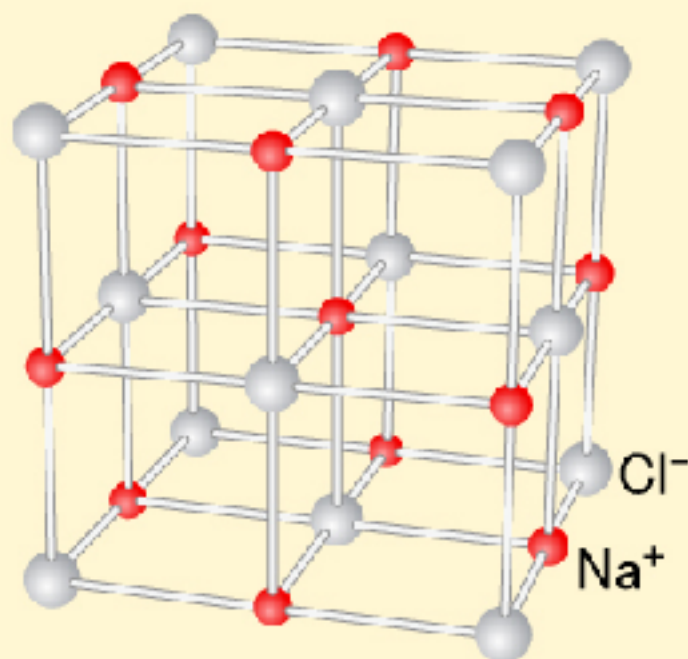
3. 吸収・蛍光スペクトル測定 ← 高い光子エネルギー

元素分析, 局所構造評価



物質の構造 (高校で習うこと)

塩化ナトリウム型の結晶

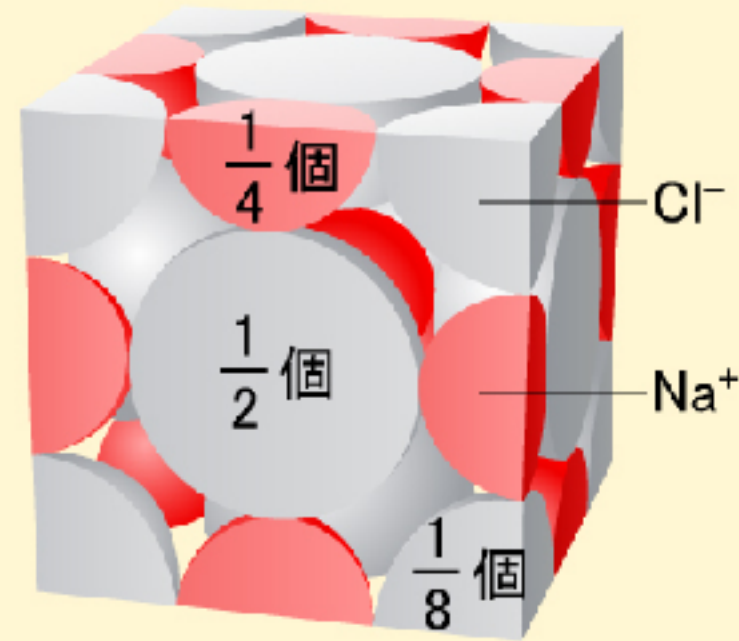
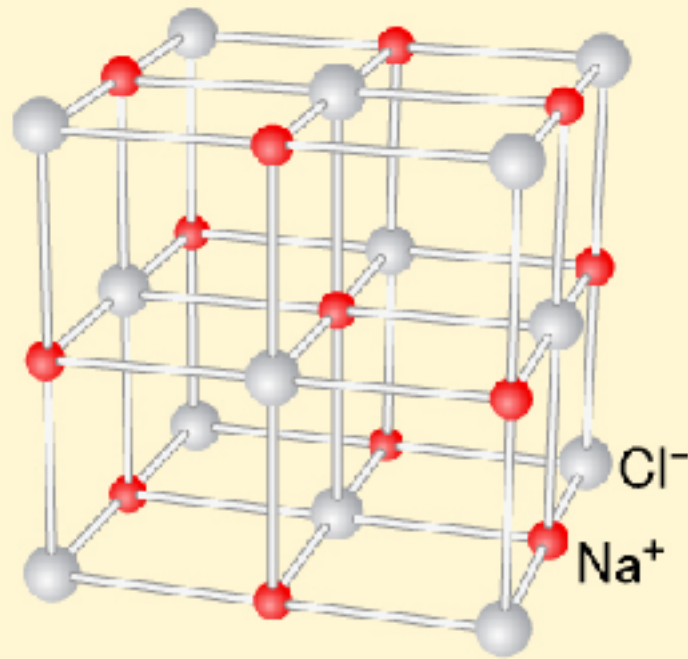


- (1) Naイオンに接しているClイオンの数=6個
- (2) 単位格子格子中のNaイオンの数=4個
単位格子格子中のClイオンの数=4個
- (3) 例: NaBr, KCl, MgO, CaS

物質の構造をどう調べる？

(高校であまり習わないこと)

塩化ナトリウム型の結晶



- (1) Naイオンに接しているClイオンの数=6個
- (2) 単位格子格子中のNaイオンの数=4個
単位格子格子中のClイオンの数=4個
- (3) 例: NaBr, KCl, MgO, CaS

← 主にX線回折 (電磁波としてのX線の干渉) を使って推定された。

物質の構造をどう調べる？ (高校で習うことの組み合わせ)

関連する中学・高校の教科

1. 理科 (物理, 化学, 生物, 地学)

波の性質 (干渉; 強め合いと打ち消し合い), 結晶の構造, 固体の性質, 生体物質, 鉱物

2. 数学

代数 (三角関数, 複素数, 微分・積分, ベクトル・行列), 幾何, 確率・統計, 計算機

3. 音楽, 美術, 国語, 英語, ...

音の高低と強弱・音色, 空間認識, 言語能力...

物質の構造をどう調べる？ (物理)

多くの物質（鉱物、生体物質を含む）や材料（金属・セラミックス）の構造（原子の並び方）は**X線回折**（電磁波の干渉）を使って推定された。

1895年 Röntgen, X線の発見



1901

1912年 Laue, X線回折の発見



1914

1912年 Bragg & Bragg, ブラッグの法則



1915



物理学賞

1915年 Debye & Scherrer, 粉末回折法

細かい粉末を試料として使うと、

「同じ物質なら必ず同じ回折図形が得られる」

1936年 Hanawalt & Rinn, 粉末回折による同定／定性分析

1941年 粉末X線回折法による**化学分析**のための合同委員会

Powder Diffraction File™ (PDF)

1969年 粉末回折標準に関する合同委員会

= Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)

1978年 国際回折データセンター

= International Centre for Diffraction Data (ICDD)

物質の構造を調べる・特定する (化学)

多くの物質（鉱物、生体物質を含む）や材料（金属・セラミックス）の構造（原子の並び方）は**X線回折**（電磁波の干渉）を使って推定された。

1895年 Röntgen, X線の発見

1912年 Laue, X線回折の発見

1912年 Bragg & Bragg, ブラッグの法則

1915年 Debye & Scherrer, 粉末回折法

細かい粉末を試料として使うと、

「同じ物質なら必ず同じ回折図形が得られる」

1936年 Hanawalt & Rinn, 粉末回折による同定／定性分析

1941年 粉末回折法による**化学分析**のための合同委員会

Powder Diffraction File™ (PDF)

1969年 粉末回折標準に関する合同委員会

= Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)

1978年 国際回折データセンター

= International Centre for Diffraction Data (ICDD)

1936 化学賞



P. Debye



P. Scherrer



D. Hanawalt



物質の構造を調べる

多くの物質（鉱物、生体物質を含む）や材料（金属・セラミックス）の構造（原子の並び方）は**X線回折**（電磁波の干渉）を使って推定された。

1895年 Röntgen, X線の発見

1912年 Laue, X線回折の発見

1912年 Bragg & Bragg, ブラッグの法則

1915年 Debye & Scherrer, 粉末回折法

細かい粉末を試料として使うと、

「同じ物質なら必ず同じ回折図形が得られる」

1936年 Hanawalt & Rinn, 粉末回折による同定／定性分析

1941年 粉末回折法による**化学分析**のための合同委員会

Powder Diffraction File™ (PDF)

1969年 粉末回折標準に関する合同委員会

= Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)

1978年 国際回折データセンター










= International Centre for Diffraction Data (ICDD)

元素分析（化学組成分析）では同素体（炭素の同素体：黒鉛・ダイヤモンド・フラーレン・カーボンナノチューブ）の区別ができない。




物質を特定する・分析する (化学)

世界の化学メーカー売り上げランキング (2016年)

1. BASF		637 億 \$		ドイツ
2. Dow Chemical		488 億 \$		アメリカ
3. Sinopec		438 億 \$		中国
4. SABIC		343 億 \$		サウジアラビア
5. Formosa Plastics		292 億 \$		台湾
6. Ineos Group Holdings		285 億 \$		スイス
7. Exxon Mobil		281 億 \$		アメリカ
8. LyondellBasell Industries		267 億 \$		アメリカ
9. 三菱ケミカル		243 億 \$		日本
10. DuPont		207 億 \$		アメリカ

物質を特定する・分析する (化学)

世界の化学メーカー売り上げランキング (2016年)

1. BASF		637 億 \$		ドイツ
2. Dow Chemical		488 億 \$		アメリカ
3. Sinopec		438 億 \$		中国
4. SABIC		343 億 \$		サウジアラビア
5. Formosa Plastics		292 億 \$		台湾
6. Ineos Group Holdings		285 億 \$		スイス
7. Exxon Mobil		281 億 \$		アメリカ
8. LyondellBasell Industries		267 億 \$		アメリカ
9. 三菱ケミカル		243 億 \$		日本
10. DuPont		207 億 \$		アメリカ

1897 漂白剤・
臭化物製造会社
として発足



F. Dow



物質を特定する・分析する (化学)


世界の化学メーカー売り上げランキング (2016年)

1. BASF		637 億 \$		ドイツ
2. Dow Chemical		488 億 \$		アメリカ
3. Sinopec		438 億 \$		中国
4. SABIC		343 億 \$		サウジアラビア
5. Formosa Plastics		292 億 \$		台湾
6. Ineos Group Holdings		285 億 \$		スイス
7. Exxon Mobil		281 億 \$		アメリカ
8. LyondellBasell Industries		267 億 \$		アメリカ
9. 三菱ケミカル		243 億 \$		日本
10. DuPont		207 億 \$		アメリカ

2017 合併

物質を特定する・分析する (化学)

世界の化学メーカー売り上げランキング (2016年)

1. BASF		637 億 \$		ドイツ
2. Dow Chemical		488 億 \$		アメリカ
3. Sinopec		438 億 \$		中国
4. SABIC		343 億 \$		サウジアラビア
5. Formosa Plastics		292 億 \$		台湾
6. Ineos Group Holdings		285 億 \$		スイス
7. Exxon Mobil		281 億 \$		アメリカ
8. LyondellBasell Industries		267 億 \$		アメリカ
9. 三菱ケミカル		243 億 \$		日本
10. DuPont		207 億 \$		アメリカ



F. Haber

1909 NH_3 合成
 $\text{N}_2 + 3\text{H}_2 \rightarrow 2\text{NH}_3$
鉄触媒

1913 実用化



C. Bosch (BASF)











高圧化学研究



1918 化学賞
1931 化学賞

物質を特定する・分析する (化学)

世界の鉄鋼メーカー粗鋼生産量ランキング (2016年)

1. アルセロール・ミタル	9,5千万 t		ルクセンブルク ← 実質は...
2. 中国武鋼鉄集団	6.4千万 t		中国
3. 河北鋼鉄集団	4.6千万 t		中国
4. 新日鐵住金	4.6千万 t		日本
5. ポスコ	4.2千万 t		韓国
6. 江蘇沙鋼集団	3.3千万 t		中国
7. 鞍山鋼鉄集団	3.3千万 t		中国
8. JFEスチール	3.0千万 t		日本
9. 首鋼集団	2.7千万 t		中国
10. タタ・スチール	2.4千万 t		インド





物質を特定する・分析する (化学)

世界の鉄鋼メーカー粗鋼生産量ランキング (2016年)

1. アルセロール・ミタル	9,5千万 t		ルクセンブルク ← 実質は  インド
2. 中国武鋼鉄集団	6.4千万 t		中国
3. 河北鋼鉄集団	4.6千万 t		中国
4. 新日鐵住金	4.6千万 t		日本
5. ポスコ	4.2千万 t		韓国
6. 江蘇沙鋼集団	3.3千万 t		中国
7. 鞍山鋼鉄集団	3.3千万 t		中国
8. JFEスチール	3.0千万 t		日本
9. 首鋼集団	2.7千万 t		中国
10. タタ・スチール	2.4千万 t		インド

物質を特定する・分析する (化学)

日本のファインセラミックス・メーカーの売り上げランキング (2016年度決算)

1. 京セラ		1.42兆円	京都	← 電子部品・機械工具・電子機器...
2. 村田製作所		1.14兆円	京都	← 単価 0.2 円の部品を年間 6 兆個程度販売する。
3. 日本ガイシ		0.40兆円	愛知	← 自動車排ガス浄化フィルター
4. 日本特殊陶業		0.37兆円	愛知	← 電子式燃料噴射制御装置用センサー
5. MARUWA		0.03兆円	愛知	← セラミック電子基板

物質を特定する (食品科学) (X線回折ではありませんが...)

日本の食品業界売り上げランキング (2015年)

1. JT (日本たばこ)	2.25兆円
2. キリン HD	2.19兆円
3. アサヒ G. HD	1.85兆円
4. サントリー食品 Intl.	1.38兆円
5. 日本ハム	1.24兆円
6. 明治 HD	1.22兆円
7. 味の素	1.18兆円
8. 山崎製パン	1.02兆円
9. 森永乳業	0.60兆円
10. 雪印メグミルク	0.58兆円



夏目漱石 1867-1916

「三四郎」登場人物

「光線の圧力の研究をする」

野々宮宗八のモデルと言われる



池田菊苗 (東京帝国大学) 1864-1936

1901 ロンドンに滞在, 夏目漱石と親交を持つ

1907 昆布だしを濃縮し L-グルタミン酸ナトリウム単離

$\text{HOOC}(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COONa}$ 旨味成分を特定

1908 製法特許を取得

1909 事業化→味の素株式会社

東京大学理学部化学教室物理化学第2講座

池田菊苗教授

→ 鮫島實三郎教授 コロイド化学

→ 赤松秀夫教授 有機半導体

→ 黒田晴夫教授 日本初のシンクロトロン放射光

実験施設 KEK-PF の設立に貢献

→ 太田俊明教授 シンクロトロンX線吸収分光

物質を特定・分析する (地学) (鉱物学？地球惑星科学？)

2018年5月6日 NASA 火星探査機「インサイト」打ち上げ

2011年11月26日 NASA 火星探査機「キュリオシティ」打ち上げ

「キュリオシティ」による火星の土壌分析には

APXS: α 粒子 X 線分光ユニット

ChemCam: X 線蛍光分析ユニット

CheMin: X 線回折測定ユニット

が搭載された。

CheMin のデータから、火星の土壌の成分は地球上に見られるありふれた鉱物の組み合わせだが、組成からどのように火星上の地形が形成されたか知る手がかりになったとされる。



火星探査機 キュリオシティ

物質の構造推定，技術相談を依頼される例

対象となる材料・物質：

電子材料，電池材料，水素貯蔵材料，熱電材料，圧電材料，...

医薬品，化粧品原料，文化遺産，農産物，...

業種：

材料系，電気系，自動車系，鉱業系，食品系，薬品系，...

物質の構造をどう調べる？ (生物)

多くの物質（鉱物，**生体物質**を含む）や材料（金属・セラミックス）の構造（原子の並び方）は**X線回折**（電磁波の干渉）を使って推定された。

1895年 Röntgen, X線の発見

1912年 Laue, X線回折の発見

1912年 Bragg & Bragg, ブラッグの法則

1915年 Debye & Scherrer, 粉末回折法

細かい粉末を試料として使うと，

「同じ物質なら必ず同じ回折図形が得られる」

1936年 Hanawalt & Rinn, 粉末回折による同定／定性分析

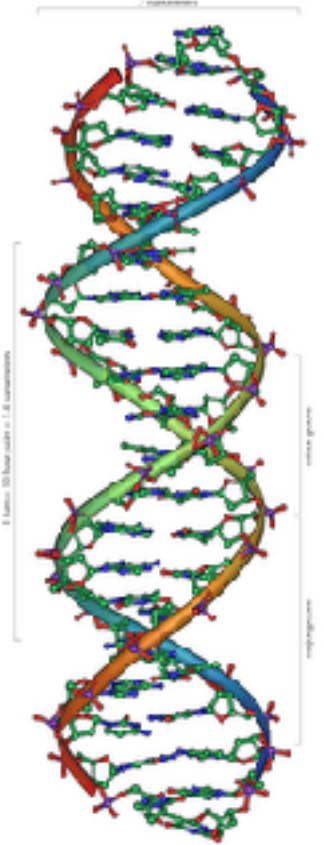
1941年 粉末回折法による**化学分析**のための合同委員会

Powder Diffraction File™ (PDF)

**1953年 デオキシリボ核酸 (DNA) の分子構造が
「二重らせん」であることの発見**



1962 生理学・医学賞



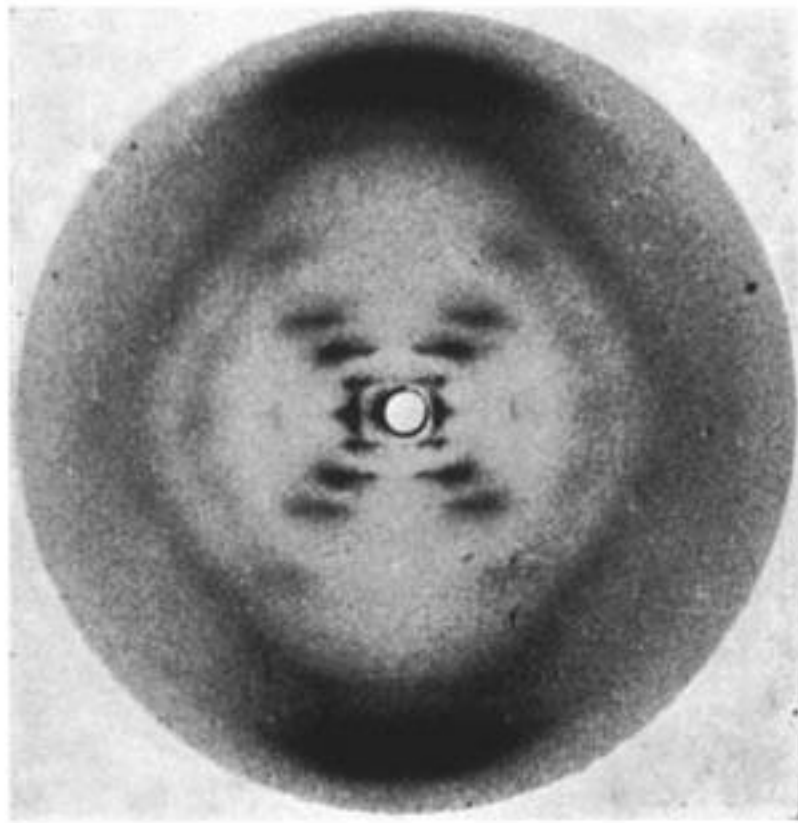
J. Watson

F. Crick



**どうして DNA が二重らせん
とわかったか？**

どうして **DNA** が二重螺旋とわかったか？

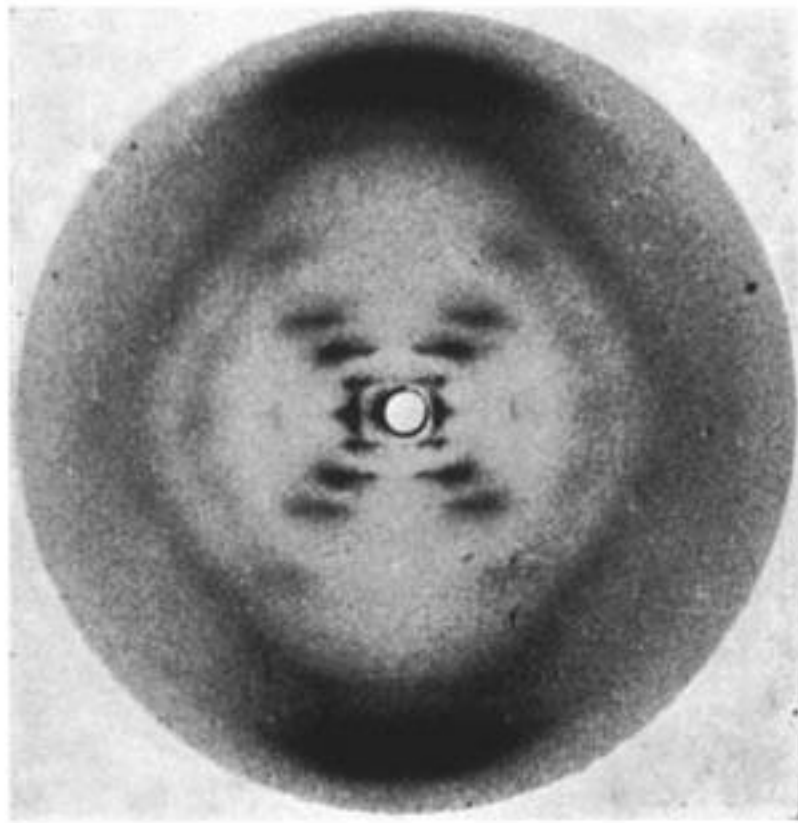


Gosling & Franklin の
B-型 DNA 結晶
X線回折写真 (1952年)
通称“**Photo 51**”
「世界で最も重要な回折像」



Watson & Crick の
DNA 構造モデル
(1953年)

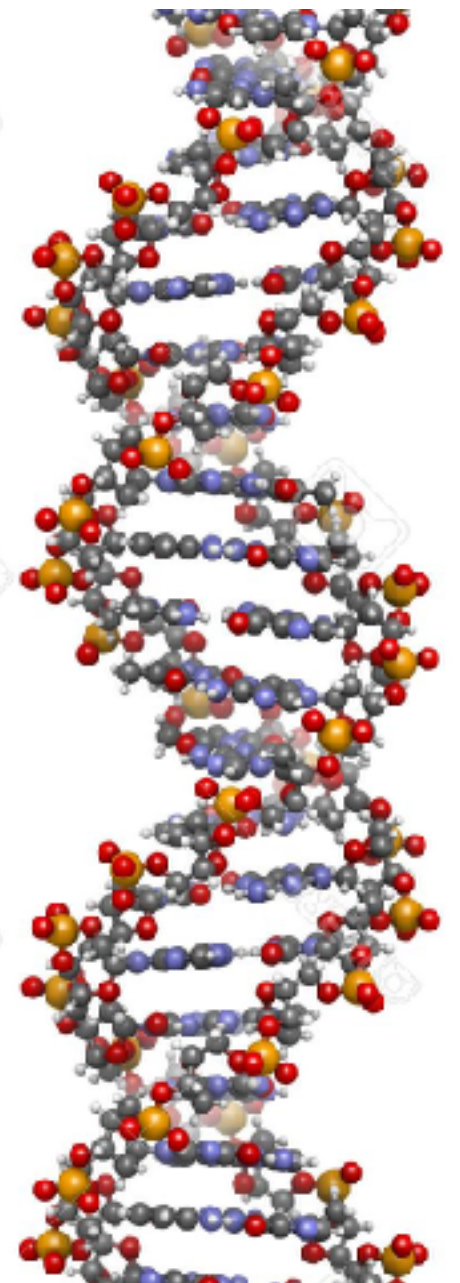
どうして DNA が二重螺旋とわかったか？



Gosling & Franklin の
B-型 DNA 結晶
X線回折写真 (1952年)
通称“**Photo 51**”
「世界で最も重要な回折像」



Watson & Crick の
DNA 構造モデル
(1953年)



最近ネットで
入手した画像
(2017年)

DNA が二重螺旋とわかったので...

Cambridge University



Watson

Crick

King's College



Wilkins



Franklin



1962年 ノーベル
生理学・医学賞

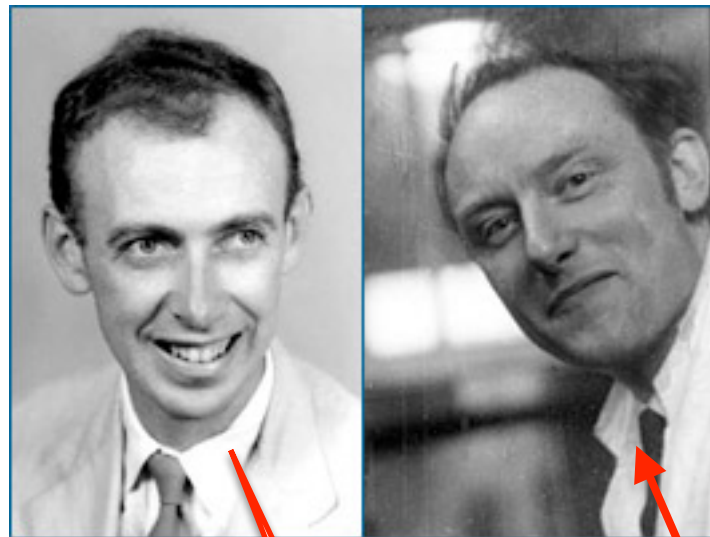
1958年 37歳で死去



B-型 DNA の構造

DNA 二重螺旋スキャンダル

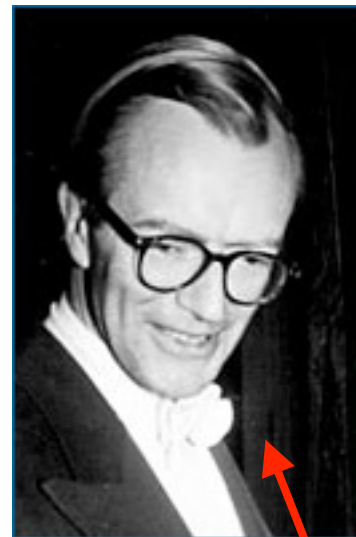
Cambridge University



Watson

Crick

King's College



Wilkins



Franklin



1962年 ノーベル
生理学・医学賞

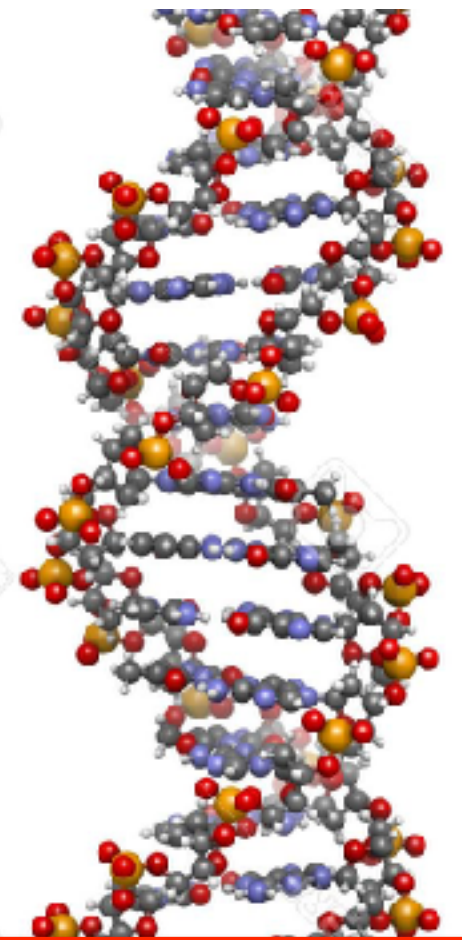
元指導教員の Perutz
から Franklin の非公
開レポートのコピー
をもらっていたとか。

仲良しの Wilkins が
Photo 51 を見せて
くれた。

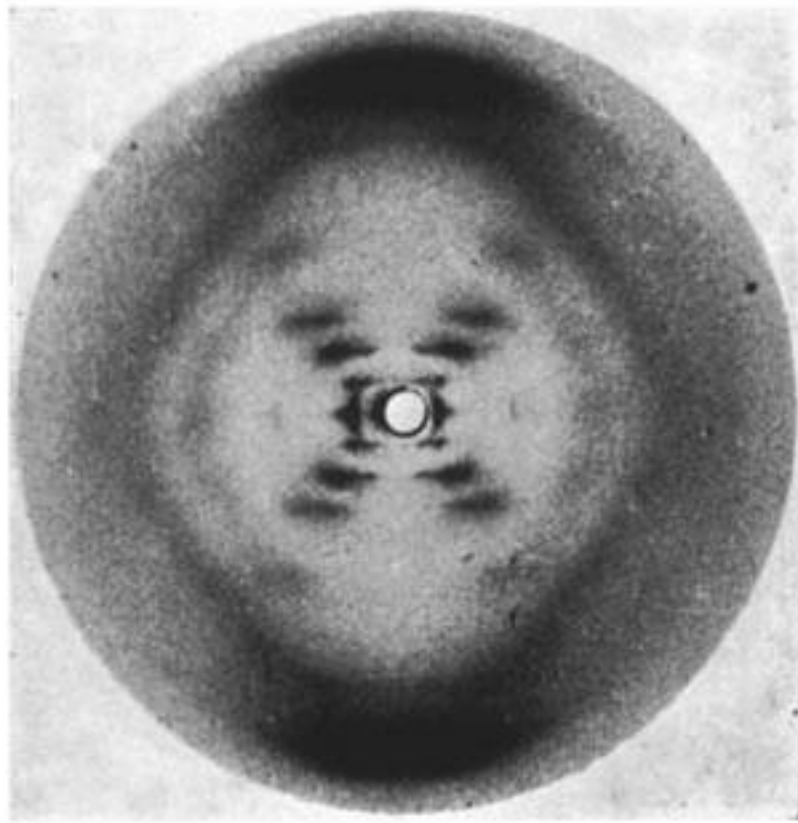
1953年に Franklin が King's College を去
る時 Crick に “Our dark lady is leaving us
next week” と手紙を送ったとか。

Maddox, “Rosalind Franklin: The Dark Lady
of DNA” (2003).

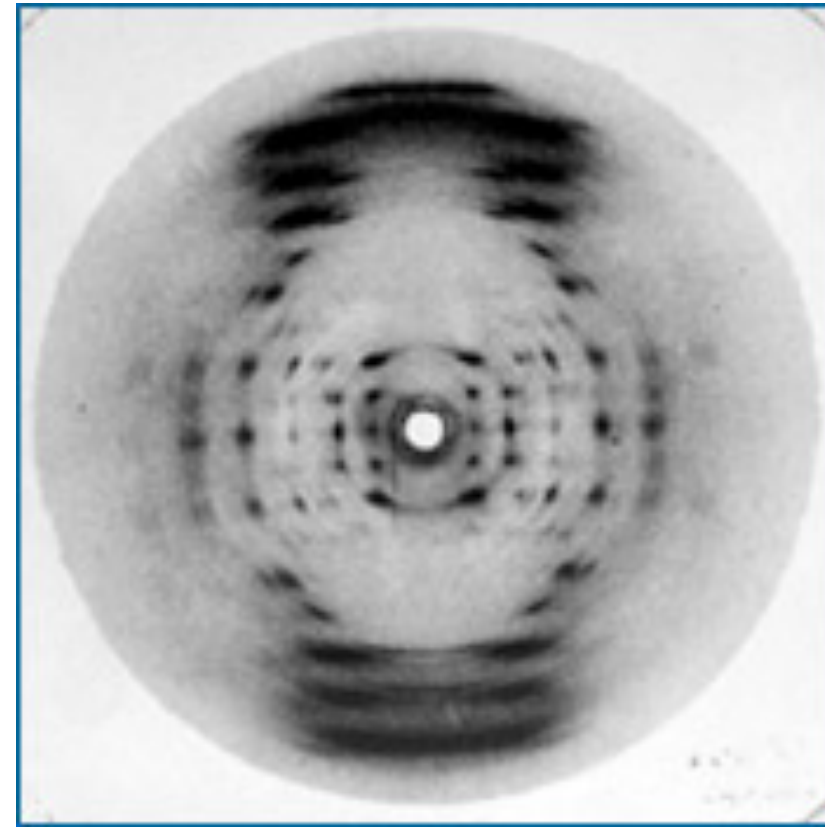
PBS NOVA “Secret of Photo 51” (2003).
BBC “Rosalind Franklin: DNA’s Dark
Lady” (2003).



どうして **DNA** が二重螺旋とわかったか？

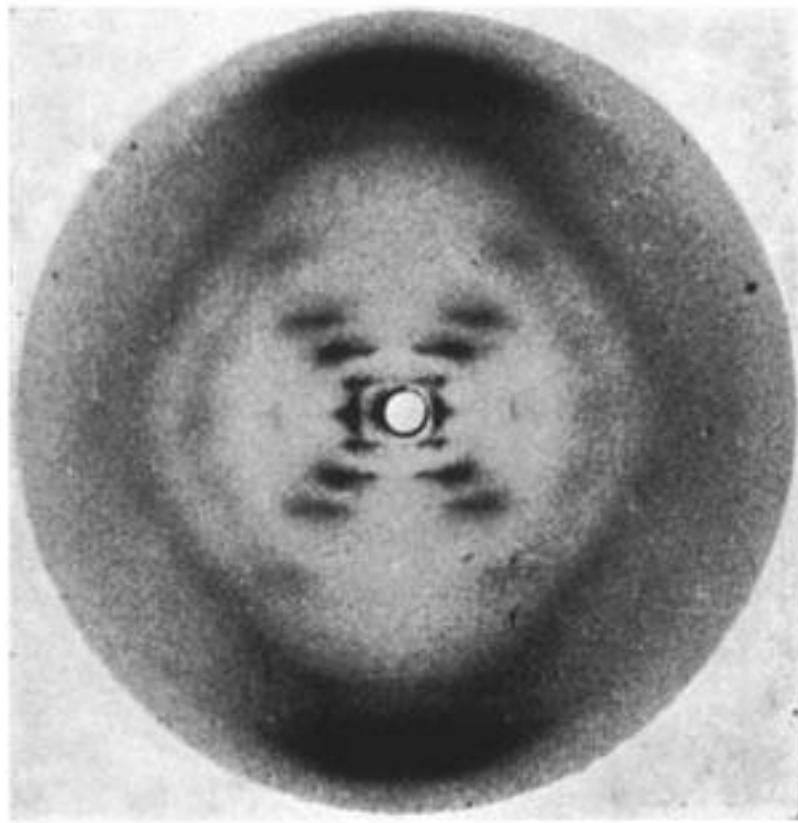


Gosling & Franklin の
B-型 DNA 結晶
X線回折写真 (1952年)
通称 “**Photo 51**”
「世界で最も重要な回折像」



Gosling & Franklin の
A-型 DNA 結晶
X線回折写真 (1952年)

どうして **DNA** が二重螺旋とわかったか？

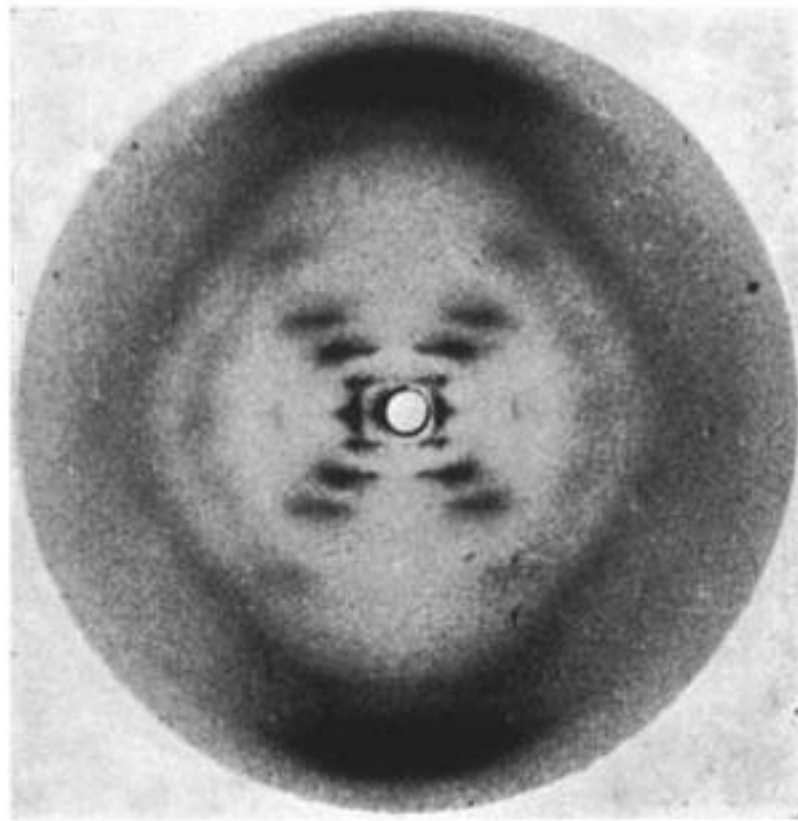


Gosling & Franklin の
B-型 DNA 結晶
X線回折写真 (1952年)
通称 “**Photo 51**”
「世界で最も重要な回折像」

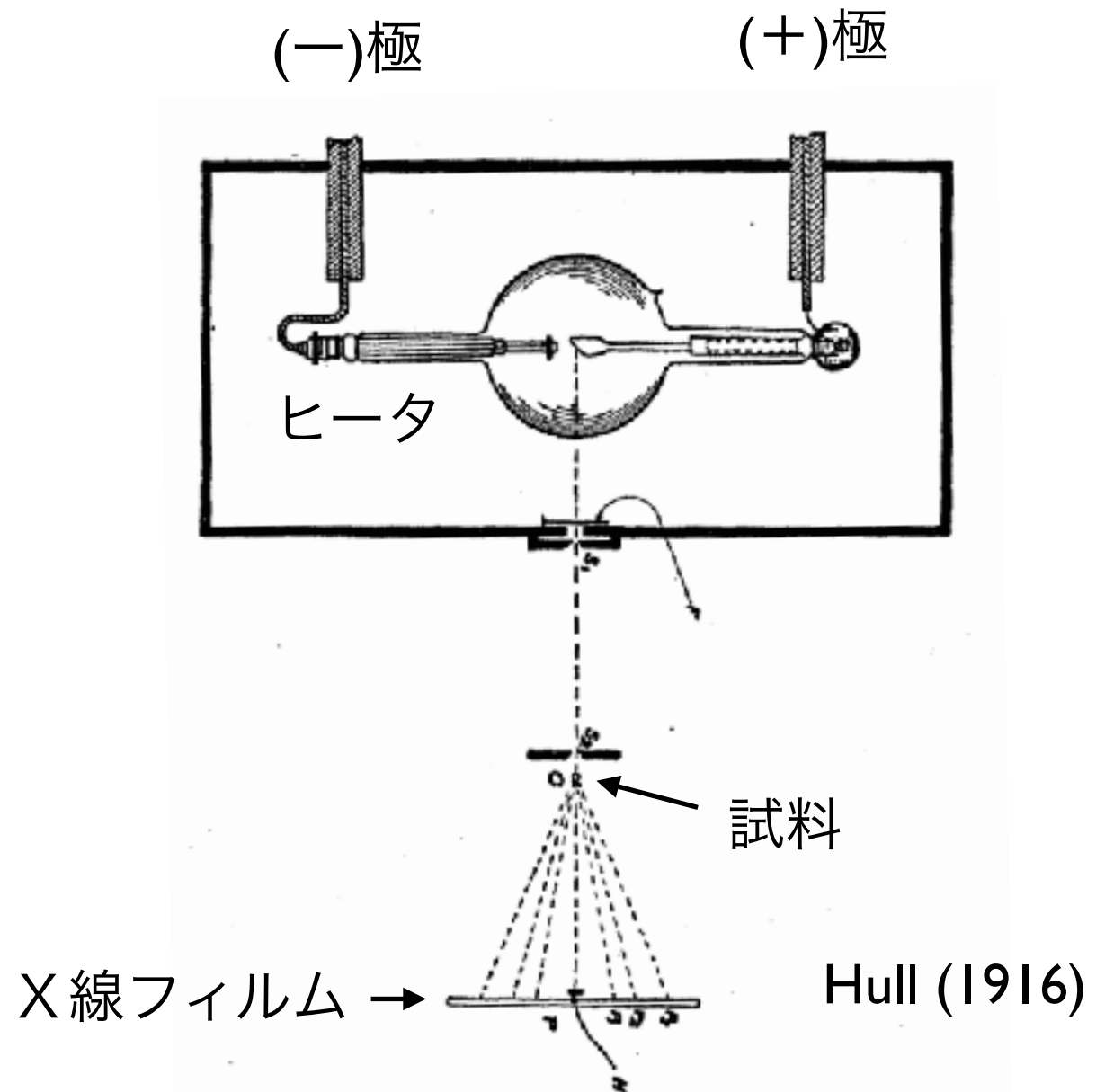


Watson & Crick の
DNA 構造モデル

どうして DNA が二重螺旋とわかったか？

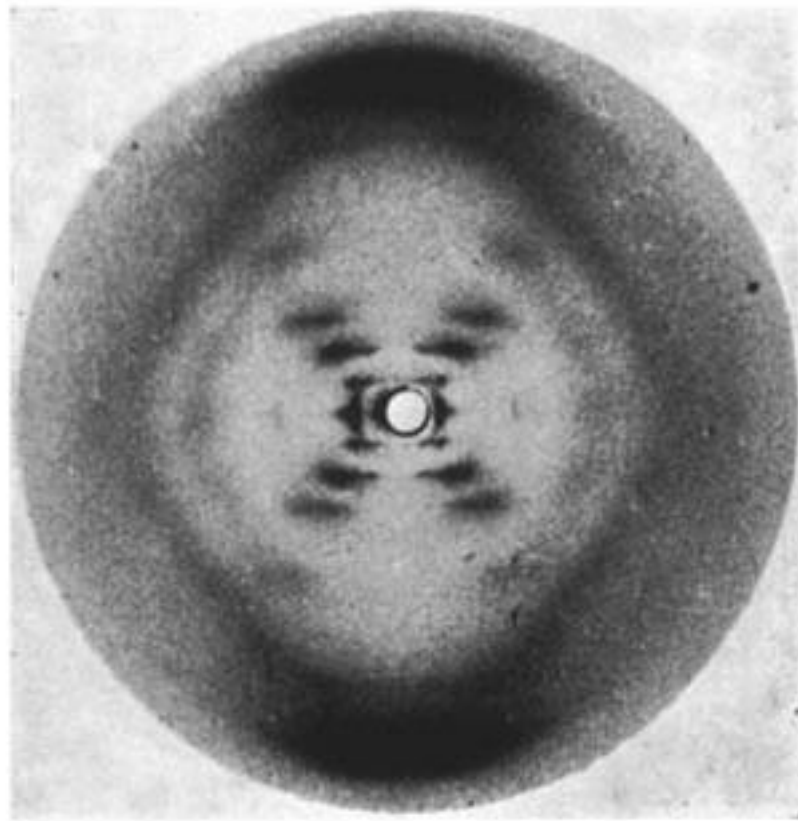


“Photo 5I”
「世界で最も重要な回折像」

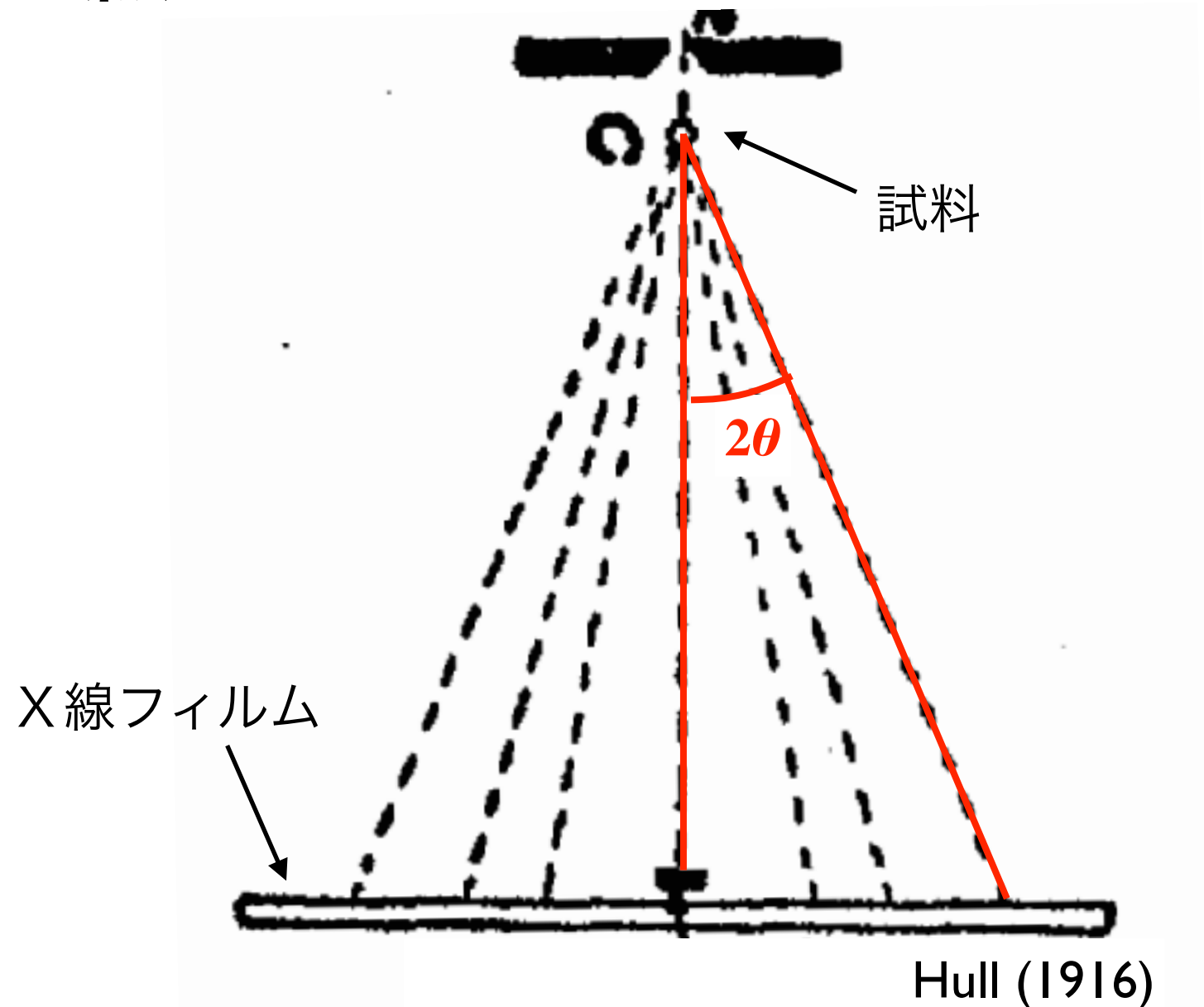


X線回折写真の解釈の基本： X線回折写真に現れる斑点の中心からの方向は構造の周期性の方向と一致し，中心からの距離は構造の周期の逆数にほぼ比例する。X線波長とカメラの距離から「**周期の値**」が求まる。

どうして DNA が二重螺旋とわかったのか？

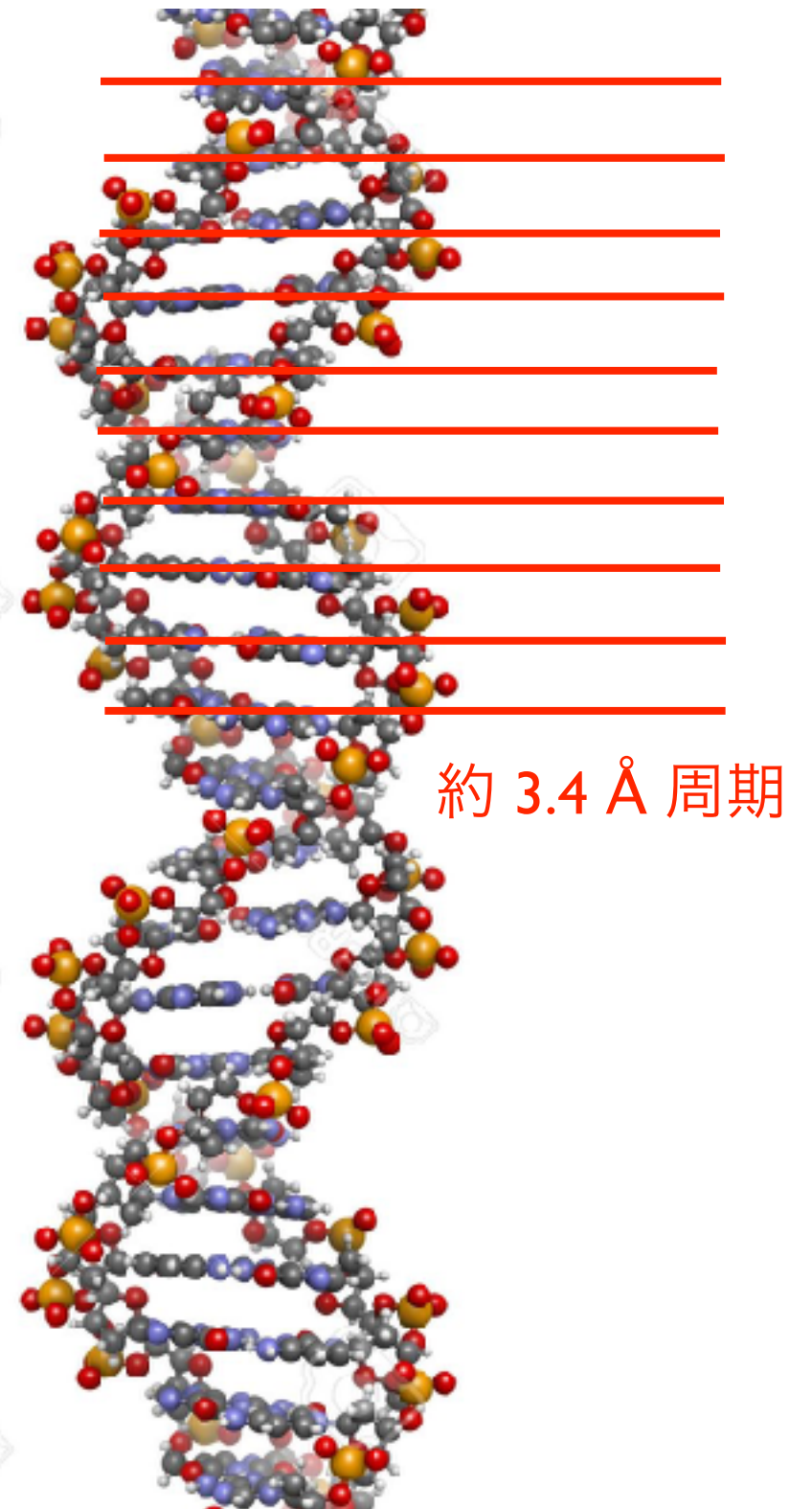
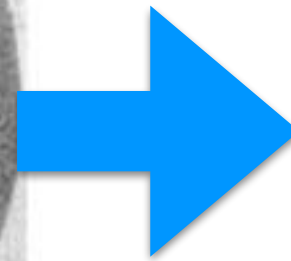
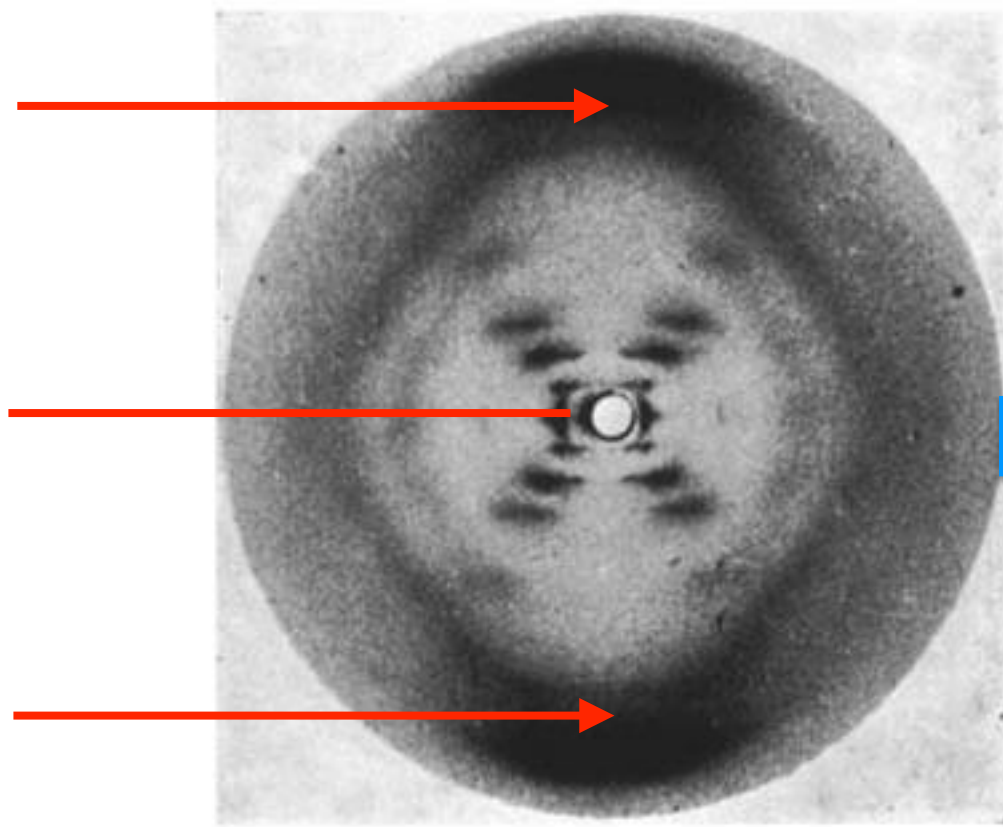


“Photo 51”
「世界で最も重要な回折像」



X線回折写真の解釈の基本： X線回折写真に現れる斑点の中心からの方向は構造の周期性の方向と一致し，中心からの距離は構造の周期の逆数にほぼ比例する。X線波長とカメラの距離から「**周期の値**」が求まる。

どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 1)



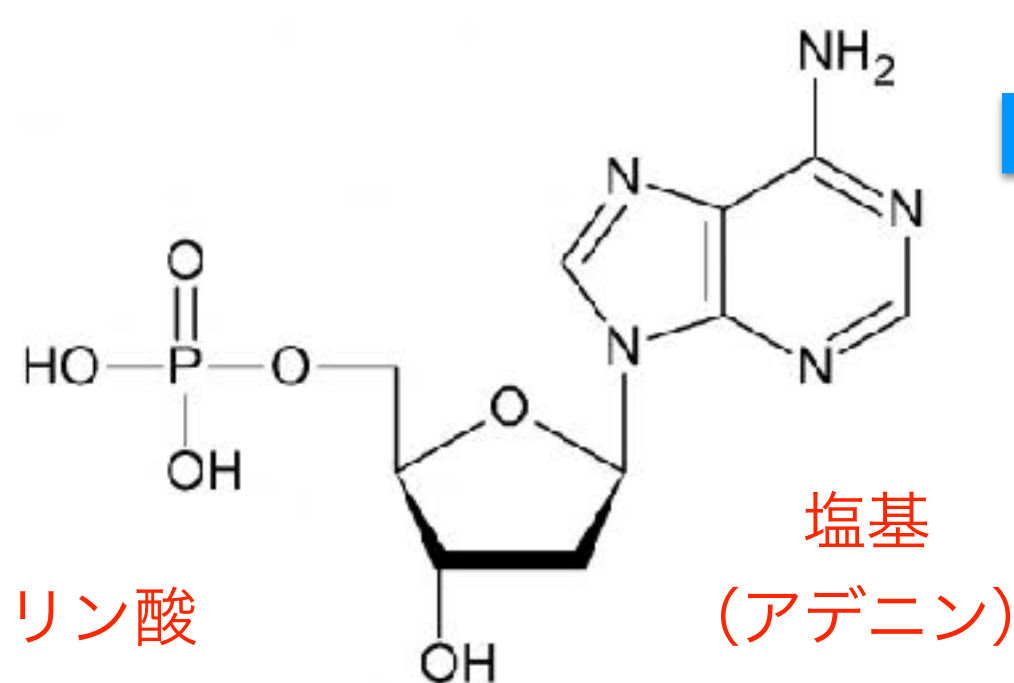
繊維の伸びる方向にある2箇所の強い
回折強度。3.4 Å の周期性。
典型的な平面分子間距離に対応する。

ヌクレオチド = 塩基 + 糖 + リン酸

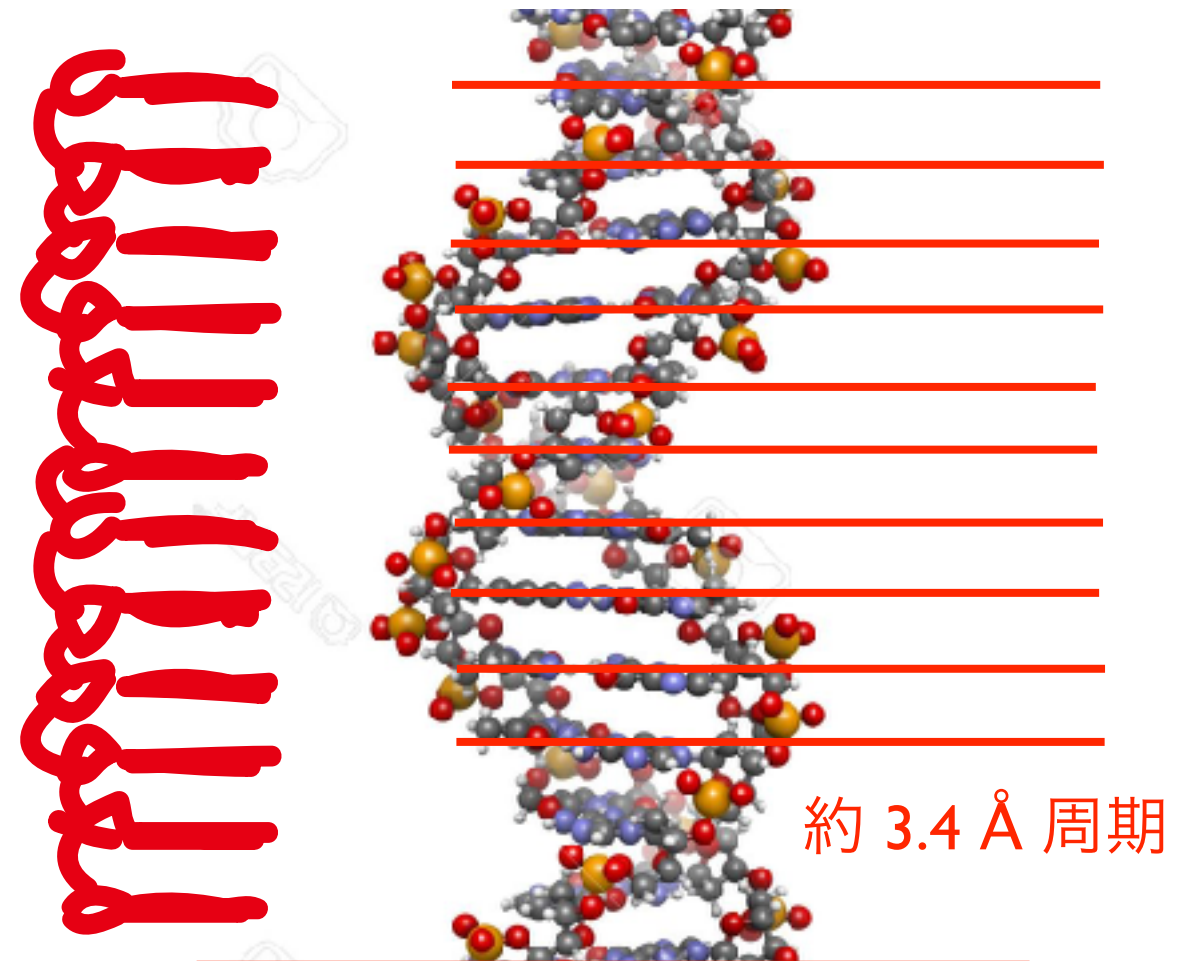
どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 1)

繊維の伸びる方向にある 2 箇所の強い
回折強度。3.4 Å の周期性。

典型的な平面分子間の距離に対応する。

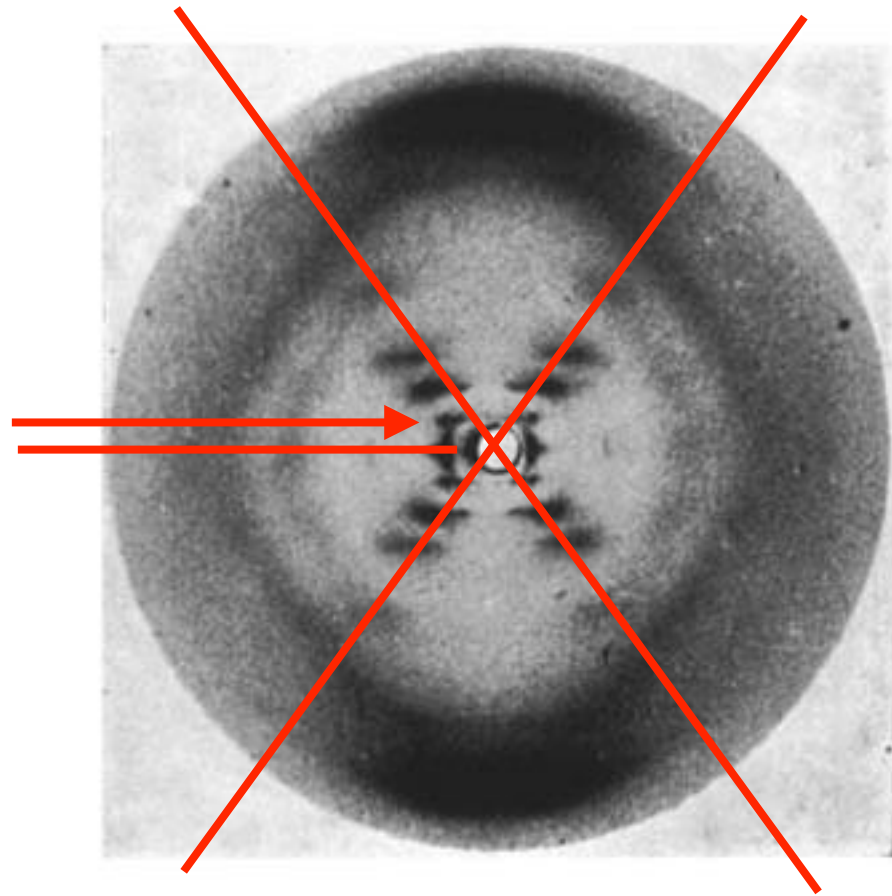


デオキシリボヌクレオチド
(高校生物)



塩基（アデニン・グアニン・シトシン・チミン）の分子平面と垂直方向に繊維が伸びている。糖（デオキシリボース）どうしがホスホジエステル結合で連結しているのだろう。

どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 2)

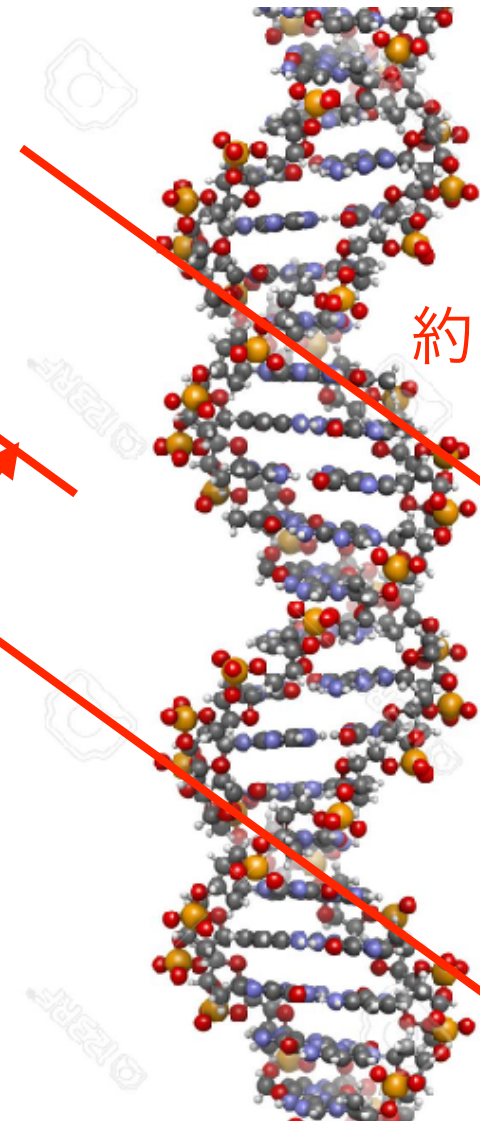
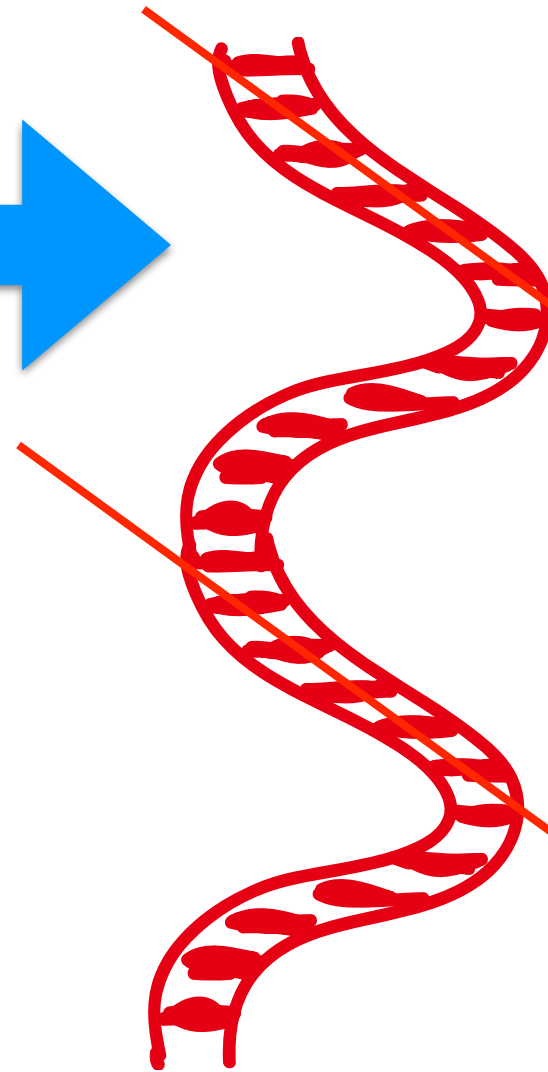
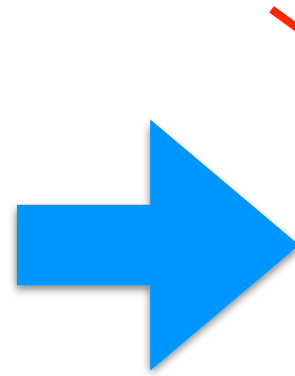


X字型に配列した横長回折斑点。

繊維の伸びる方向に対して
一定の角度を持つ長周期性。

周期 34 Å。

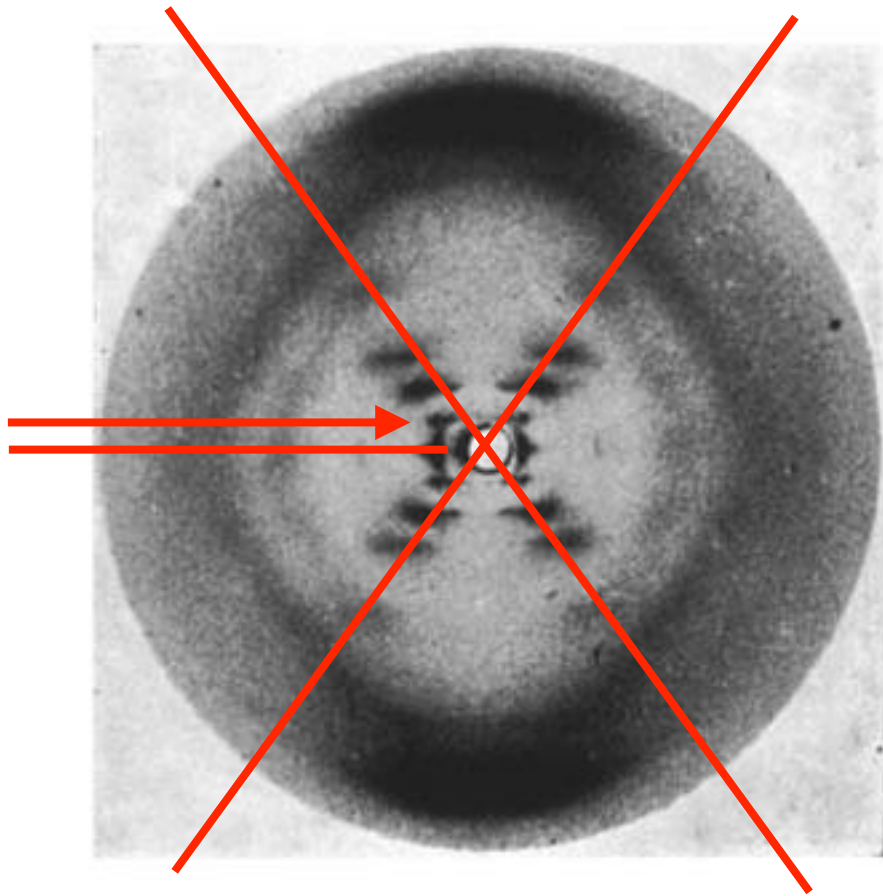
→螺旋構造らしい。



約 34 Å 周期

螺旋構造を横から見ると、斜めに原子
(電子) の濃集した格子面が現れる。

どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 2)

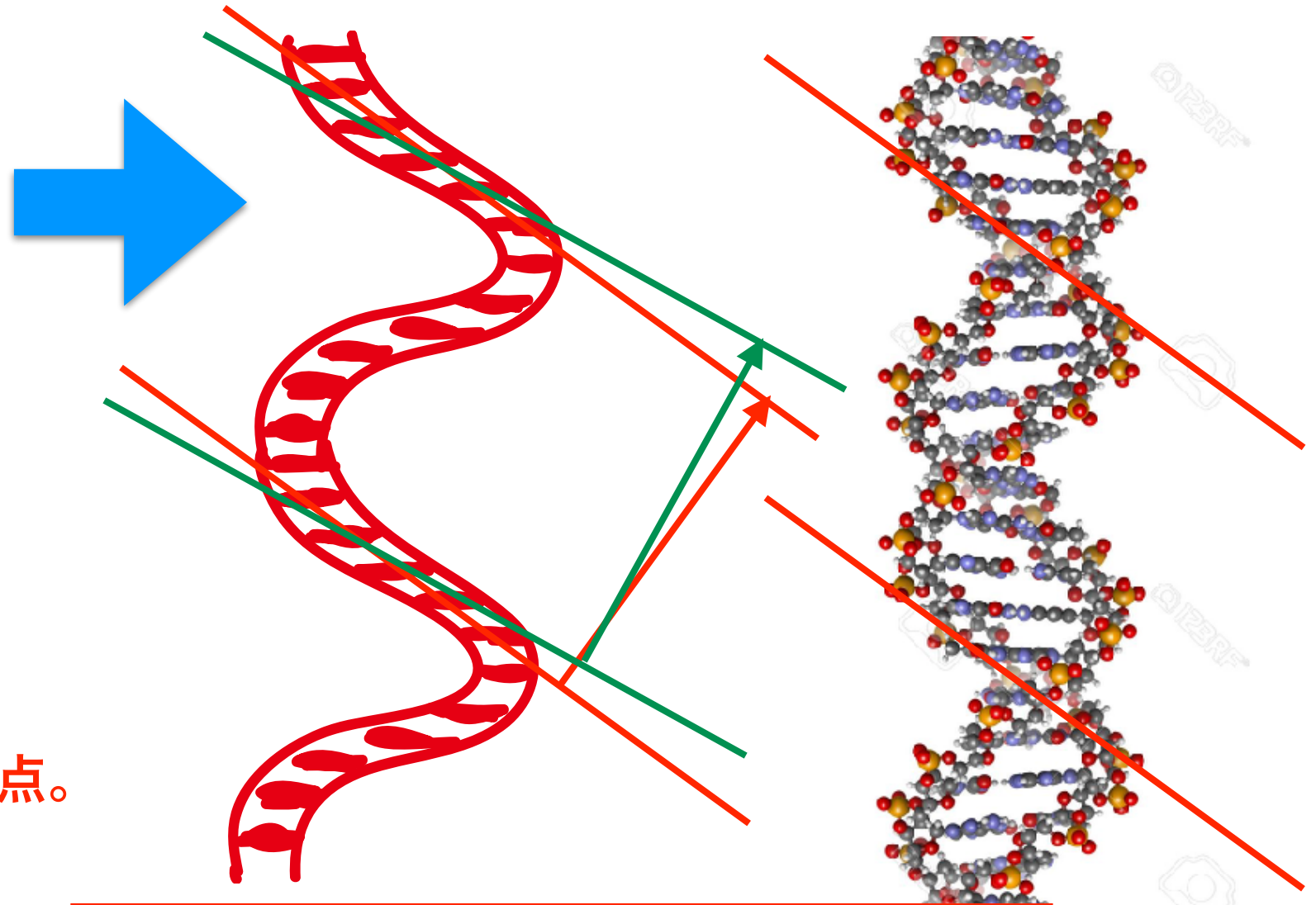


X字型に配列した横長回折斑点。

繊維の伸びる方向に対して
一定の角度を持つ長周期性。

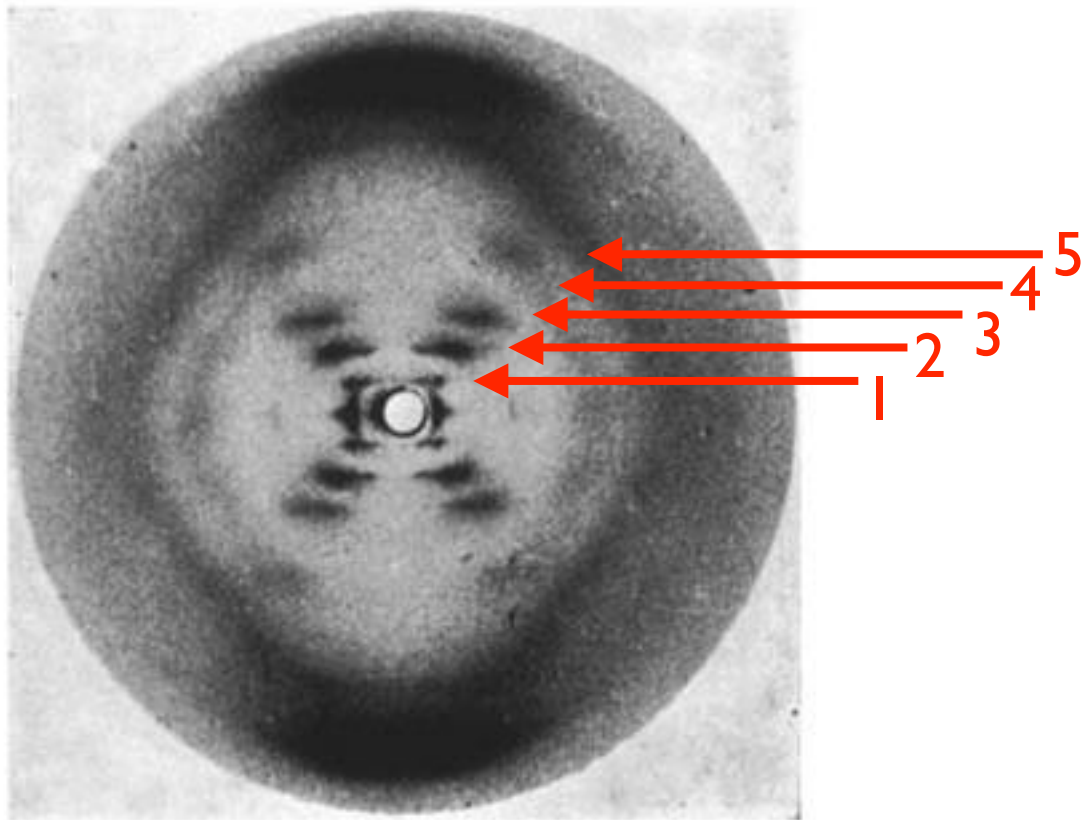
周期 **34 Å**。

→螺旋構造らしい。



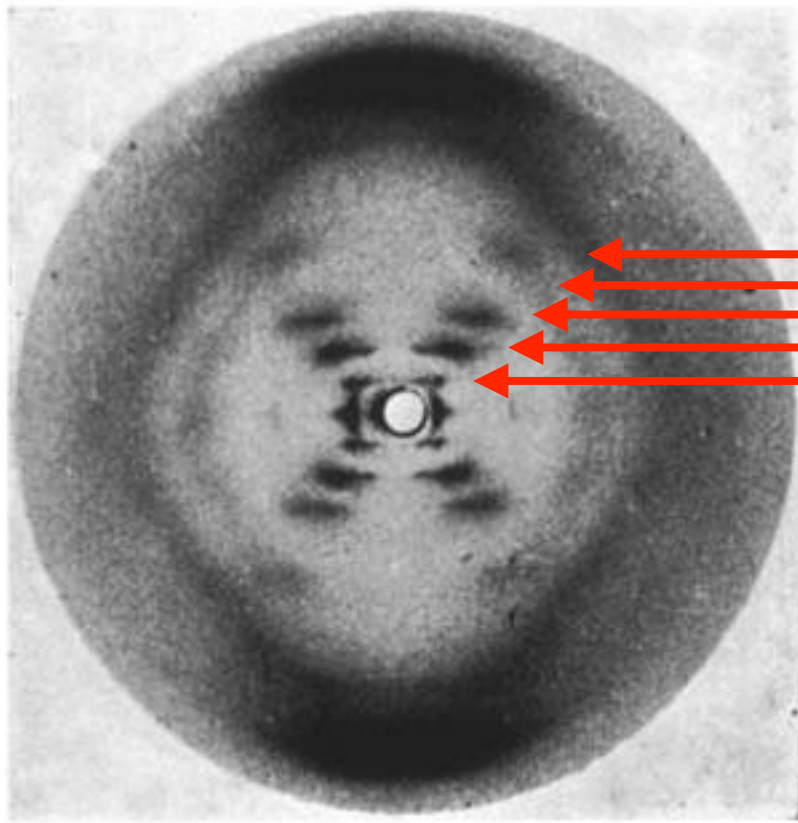
螺旋構造を横から見ると、斜めに原子
(電子) の濃集した格子面が現れる。
格子面の傾きを一定の範囲で許容すれ
ば、**横長斑点**になるはず。
ただしこれでは**二重**とはわからない。

どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 3)

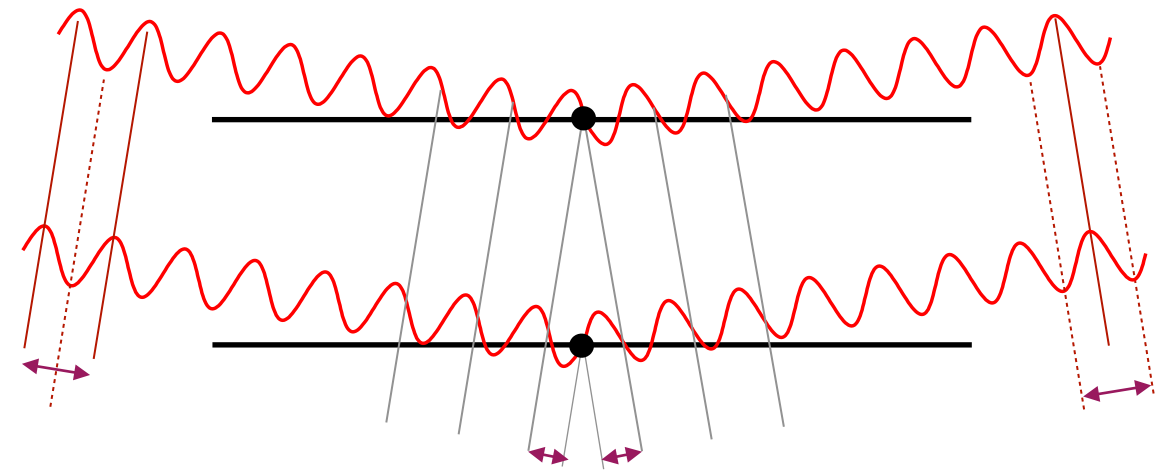


- 34 Å の周期 (第 1 斑点) も存在するが,
- 17 Å の周期性 (第 2 斑点) が強い。
- 11 Å の周期性 (第 3 斑点) も強い。
- 8.5 Å の周期性 (第 4 斑点) が消えている。
- 6.8 Å の周期性 (第 5 斑点) は存在する。

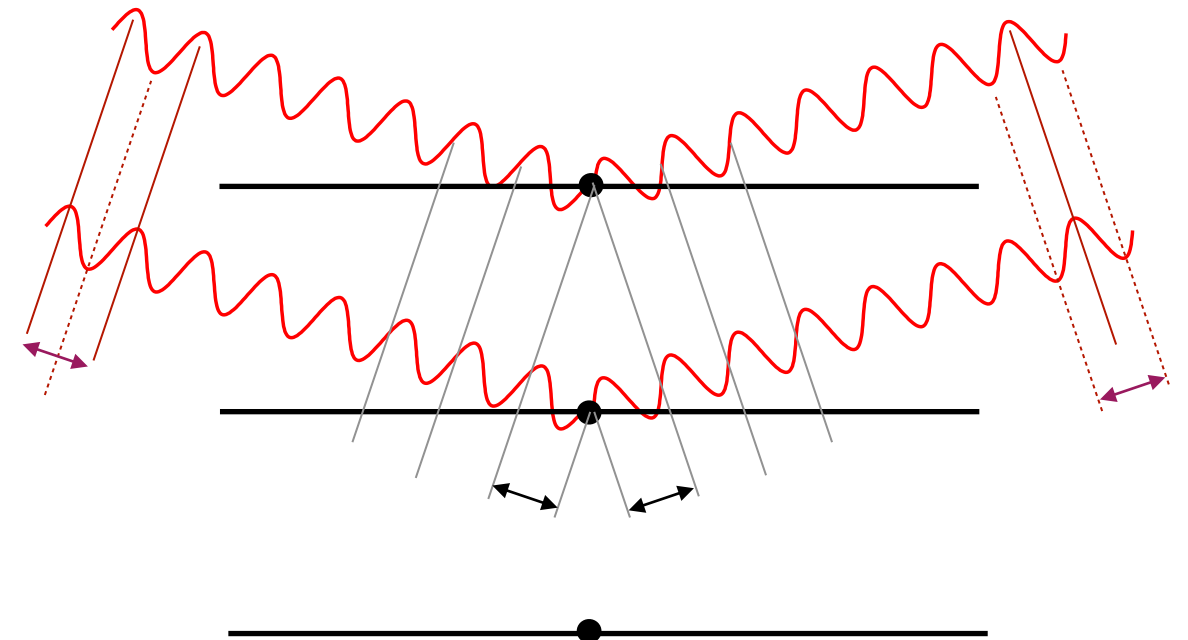
どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 3)



- 34 Å の 1 次反射は出現する。
- 2 次反射が強い。
- 3 次反射も強い。
- 4 次反射は消えている。
- 5 次反射は出現する。

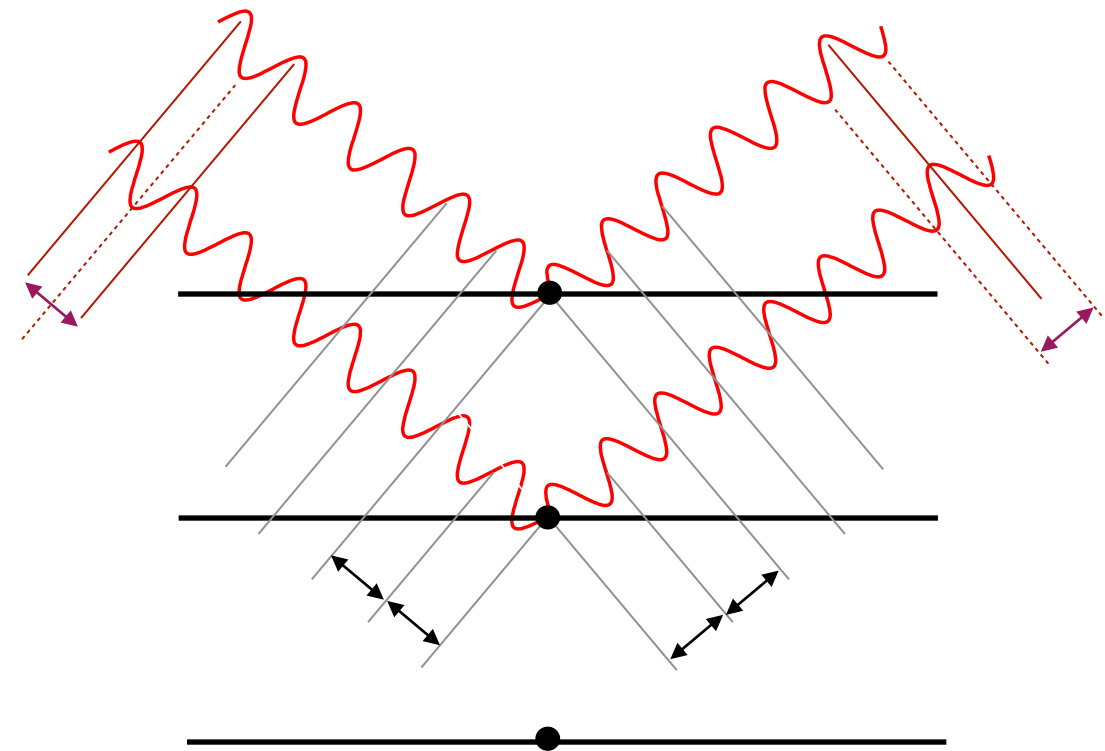
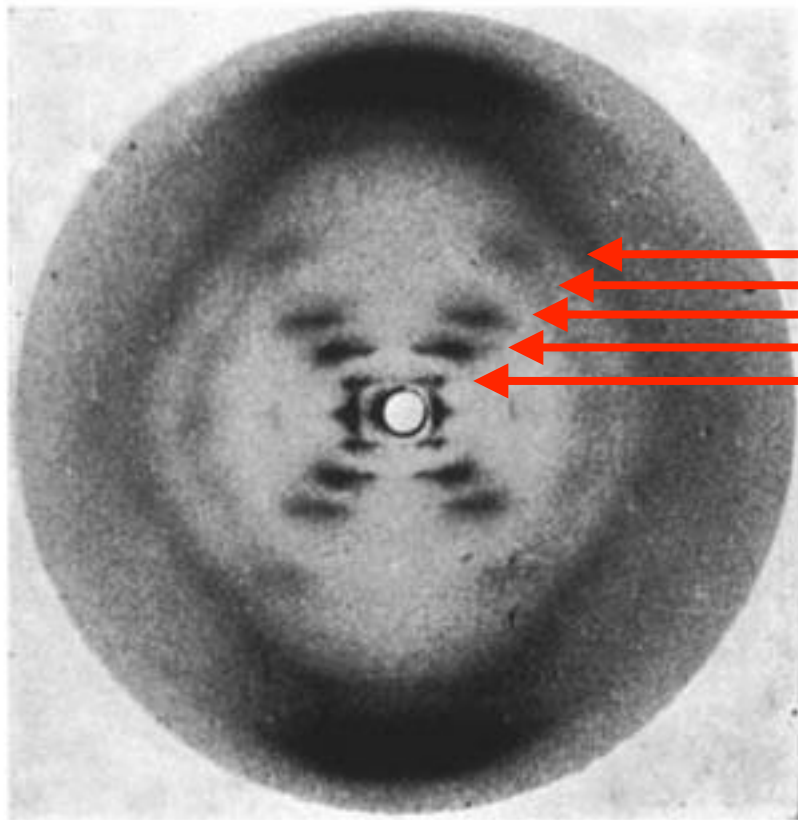


1 次反射：1 波長分の行路差



2 次反射：2 波長分の行路差

どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 3)



34 Å の 1 次反射は出現する。

2 次反射が強い。

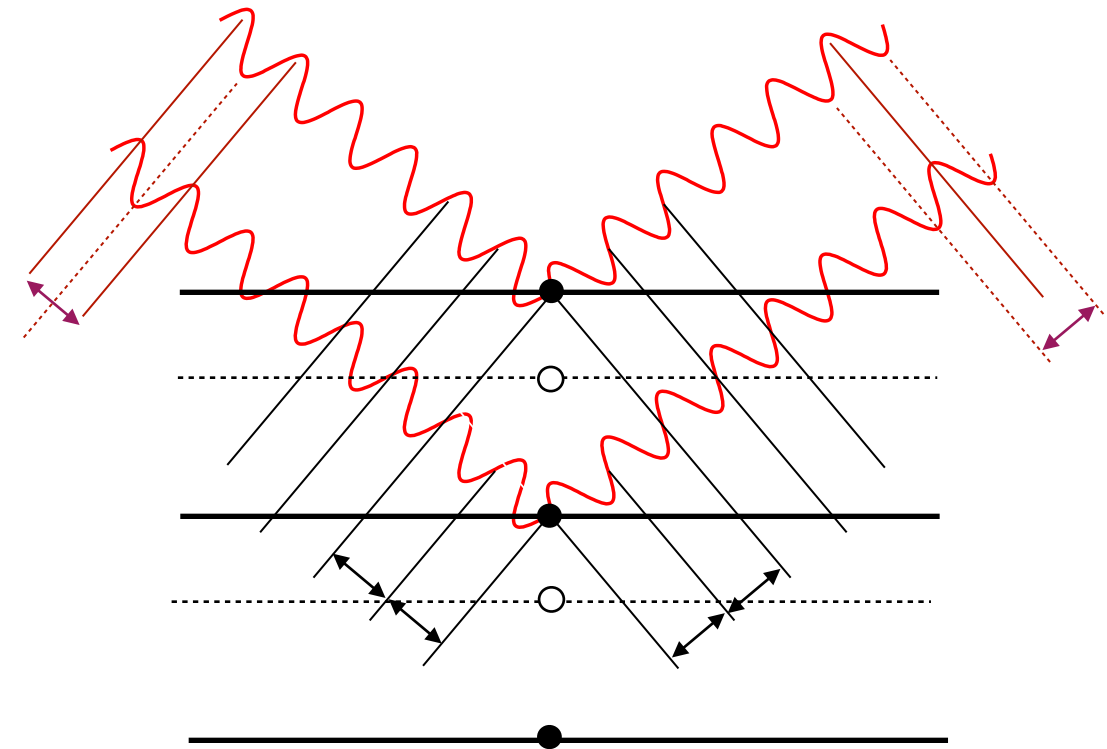
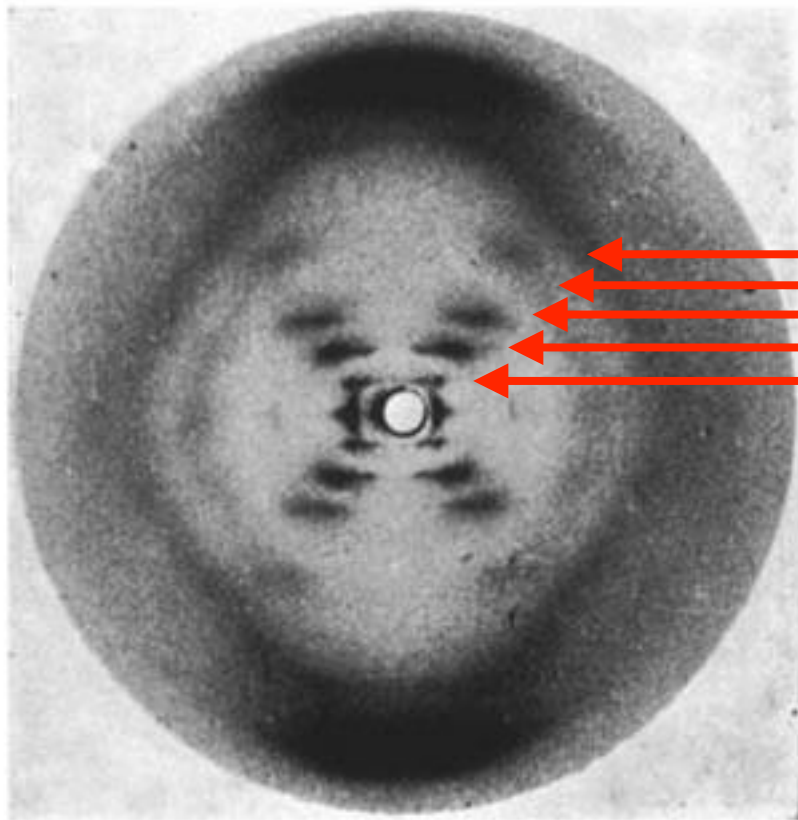
3 次反射も強い。

4 次反射は消えている。

5 次反射は出現する。

4 次反射：4 波長分の行路差

どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 3)



34 Å の 1 次反射は出現する。

2 次反射が強い。

3 次反射も強い。

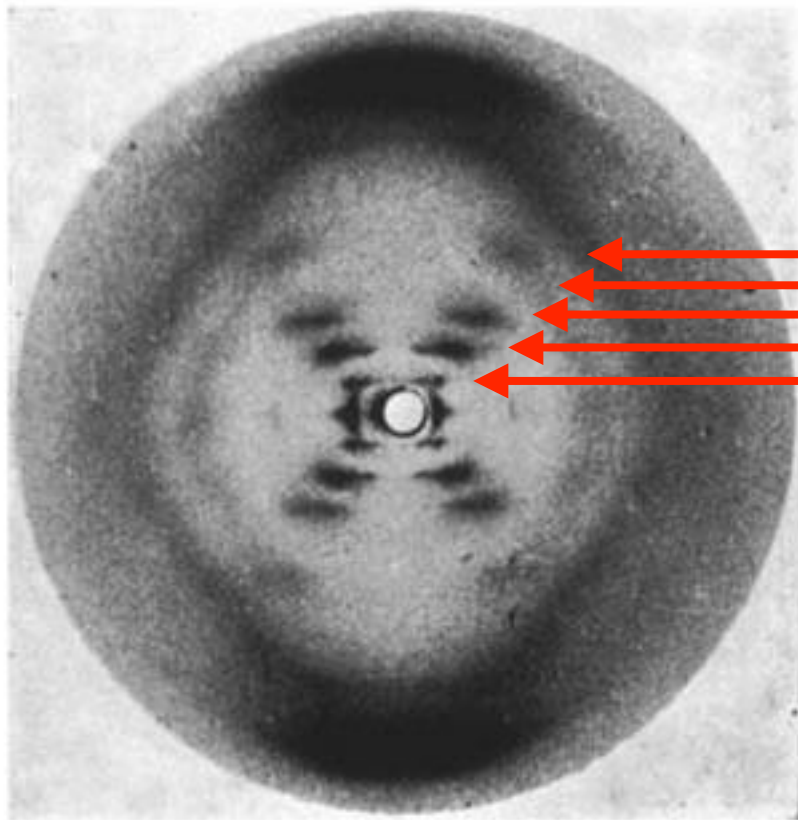
4 次反射は消えている。

5 次反射は出現する。

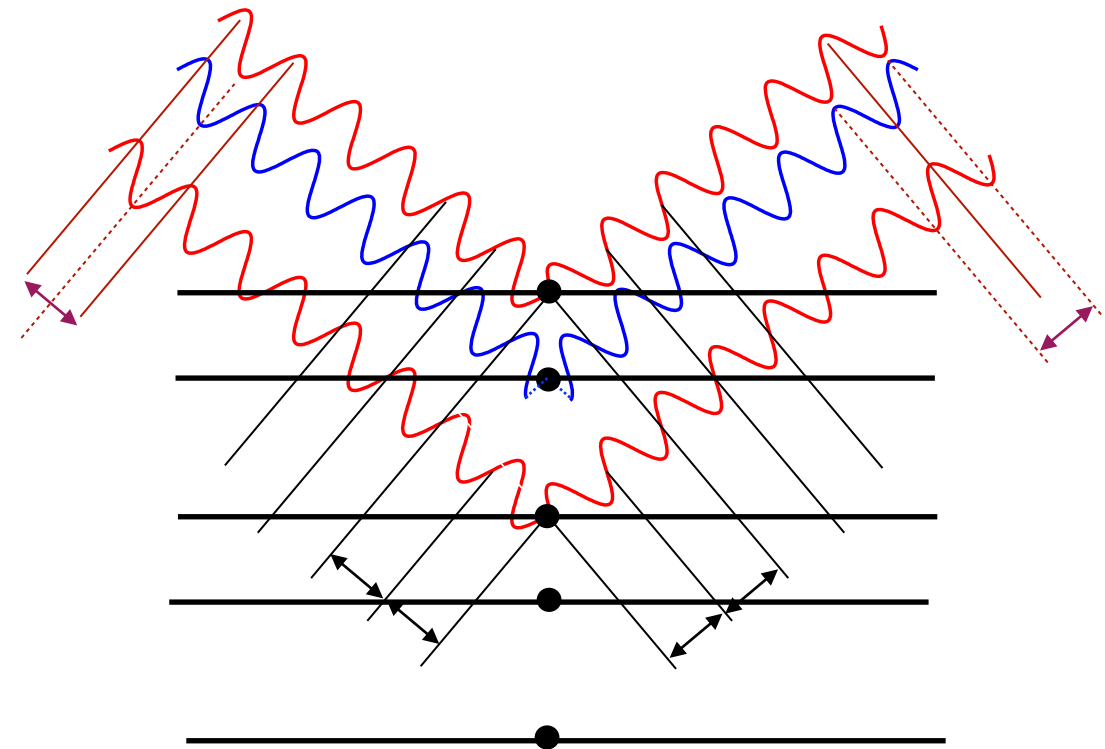
4 次反射：4 波長分の行路差

3/8 周期の場所に同じ格子面
がある場合にどうなるか？

どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 3)

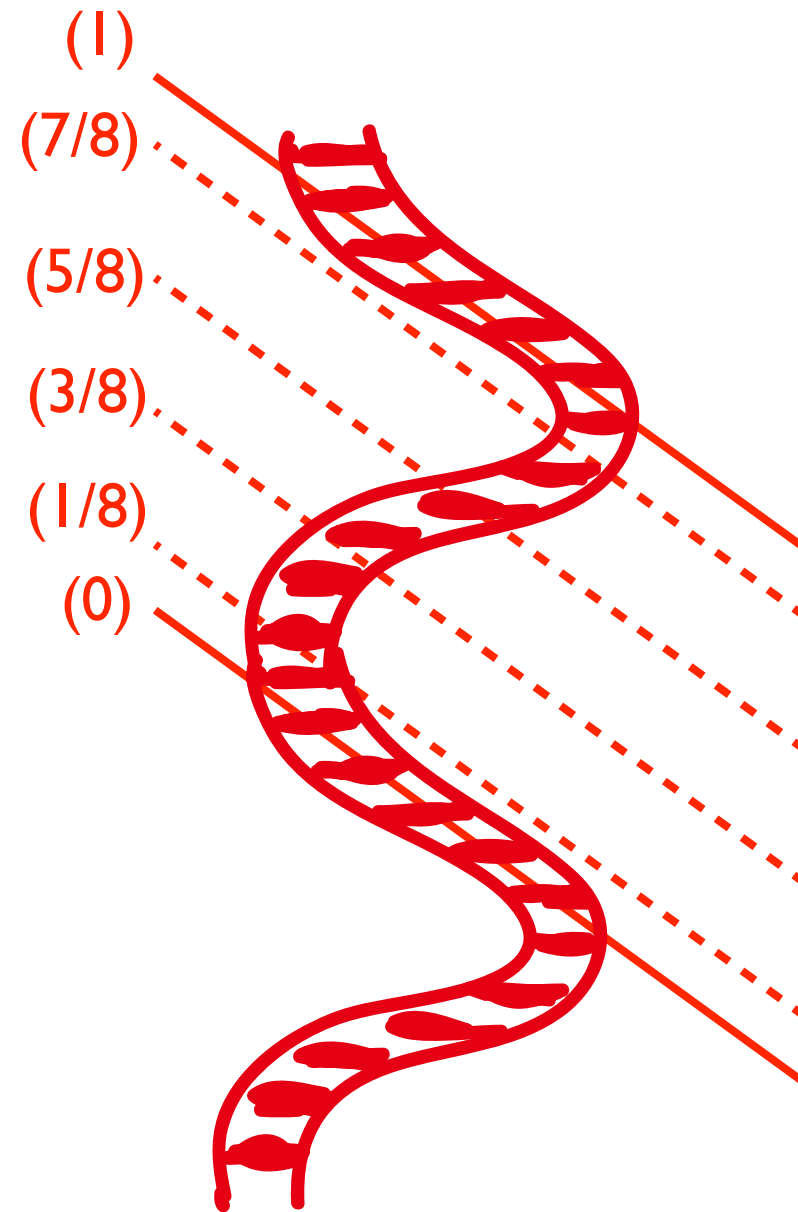
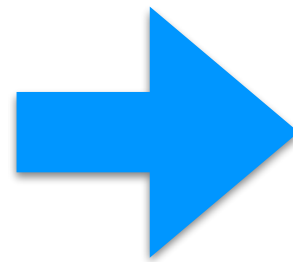
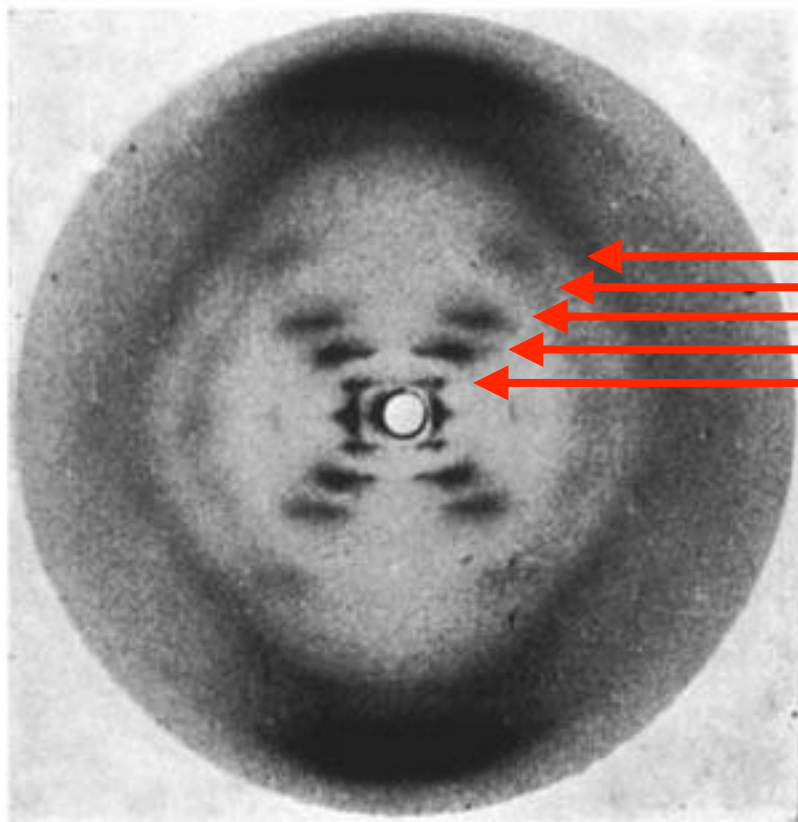


- 34 Å の 1 次反射は出現する。
- 2 次反射が強い。
- 3 次反射も強い。
- 4 次反射は消えている。
- 5 次反射は出現する。



- 4 次反射：4 波長分の行路差
3/8 周期の場所に同じ格子面
があれば，打ち消し合って散
乱光の強度がゼロになる。
1/8, 5/8, 7/8 周期でも同じ。

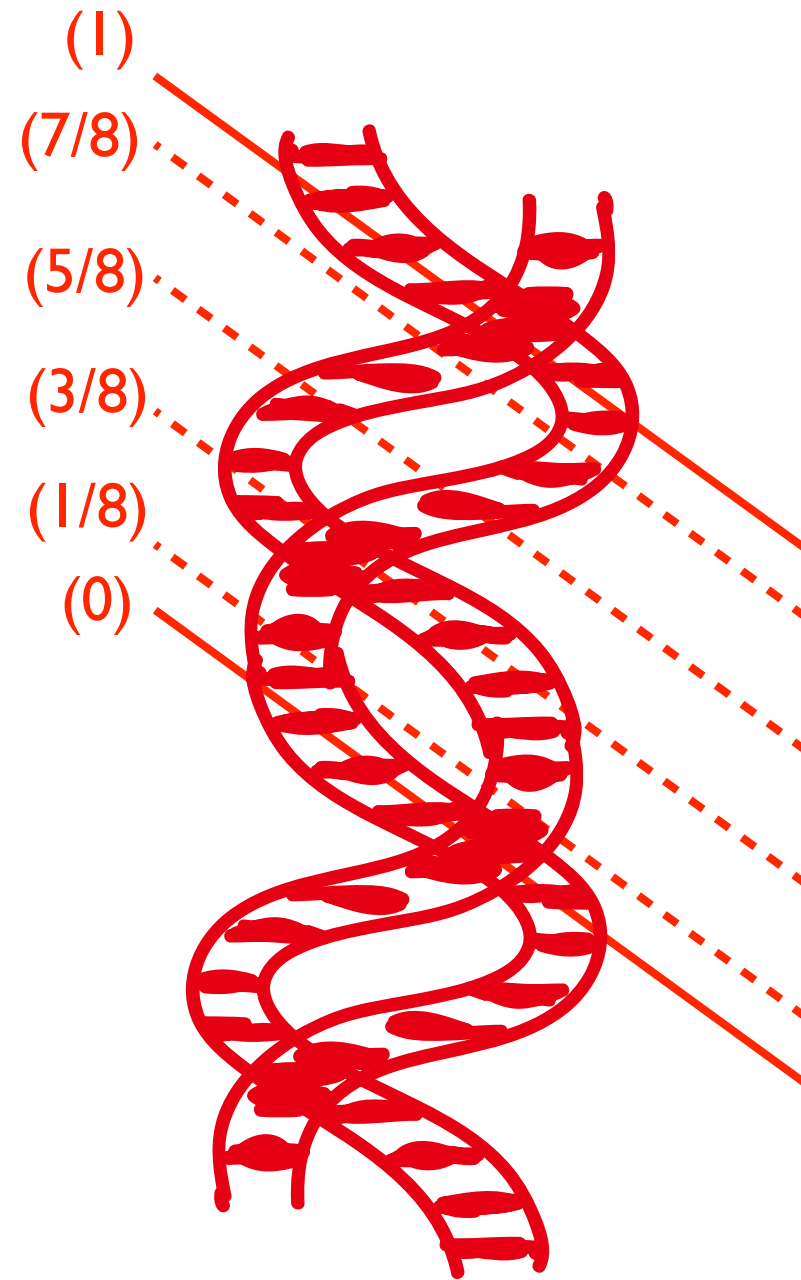
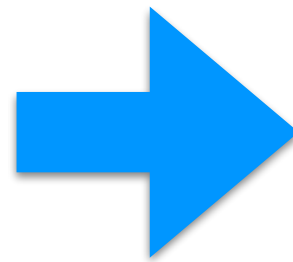
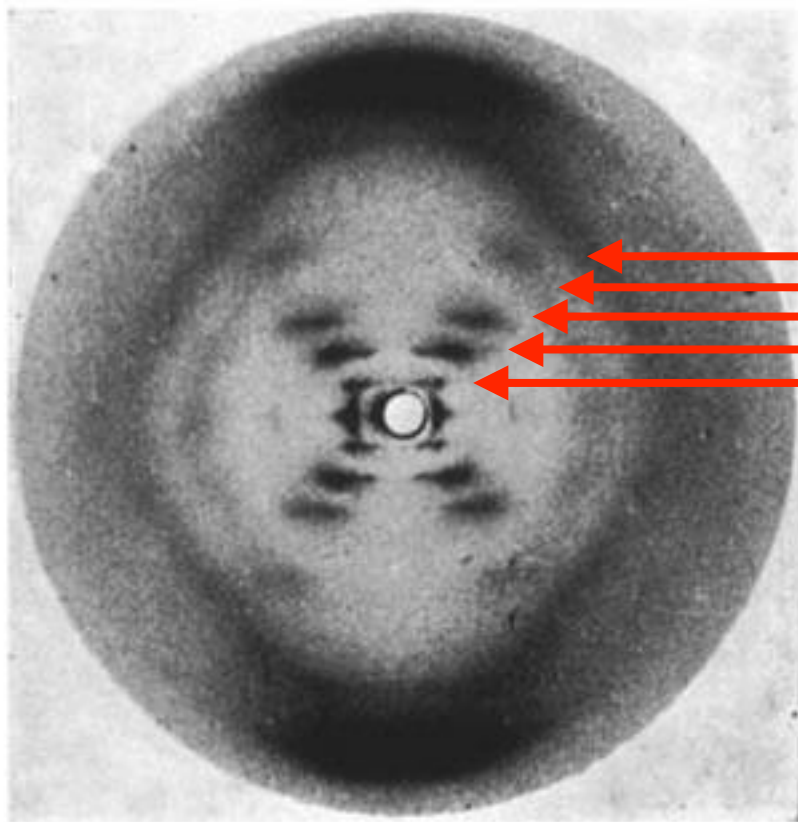
どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 3)



34 Å の周期（第 1 斑点）が存在するが、
2 次反射（第 2 斑点）が強い。
3 次反射（第 3 斑点）も強い。
4 次反射（**第 4 斑点**）が**消えている**。
5 次反射（第 5 斑点）は存在する。

点線位置のうちどこか一箇所に
実線位置の構造と「全く同じ」
構造があれば第 4 斑点は消える。

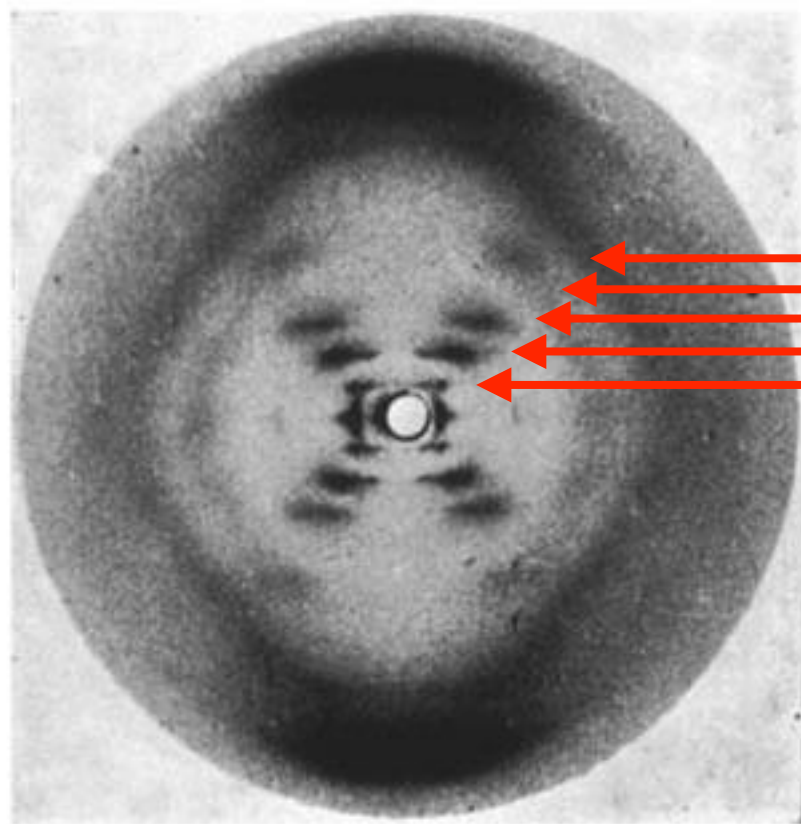
どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 3)



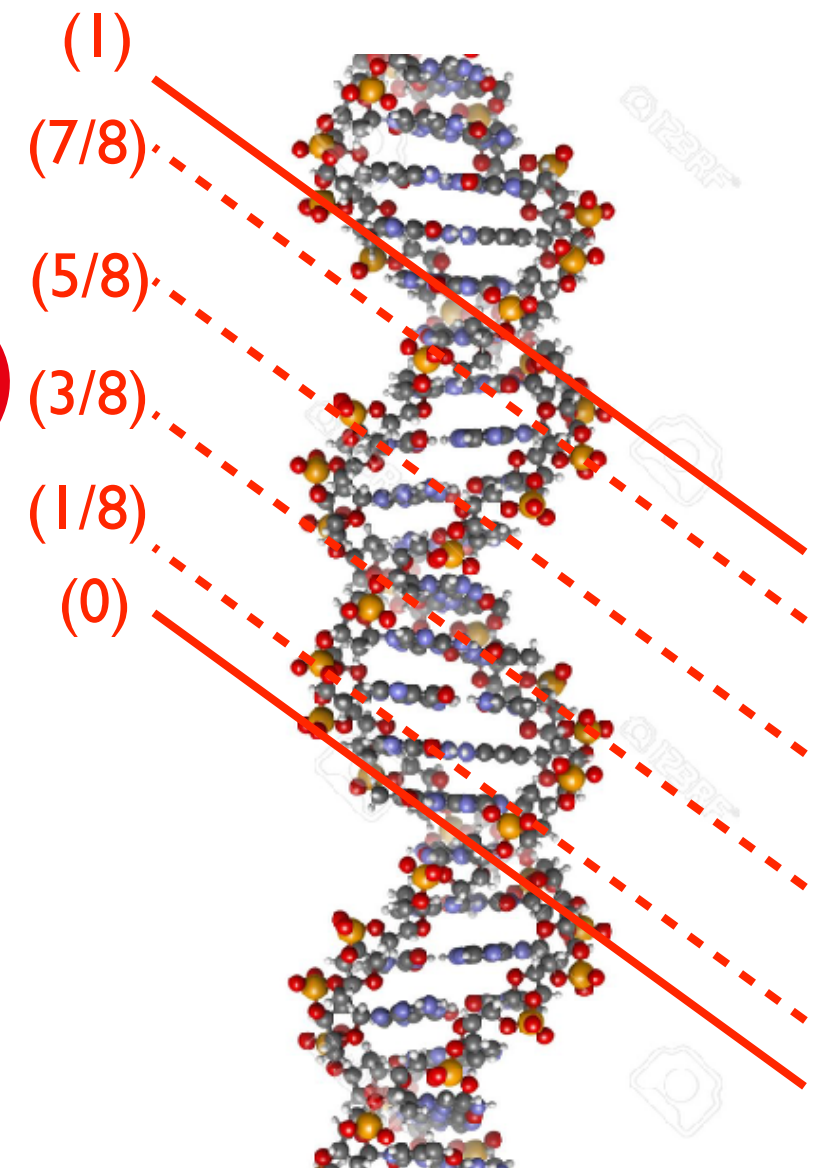
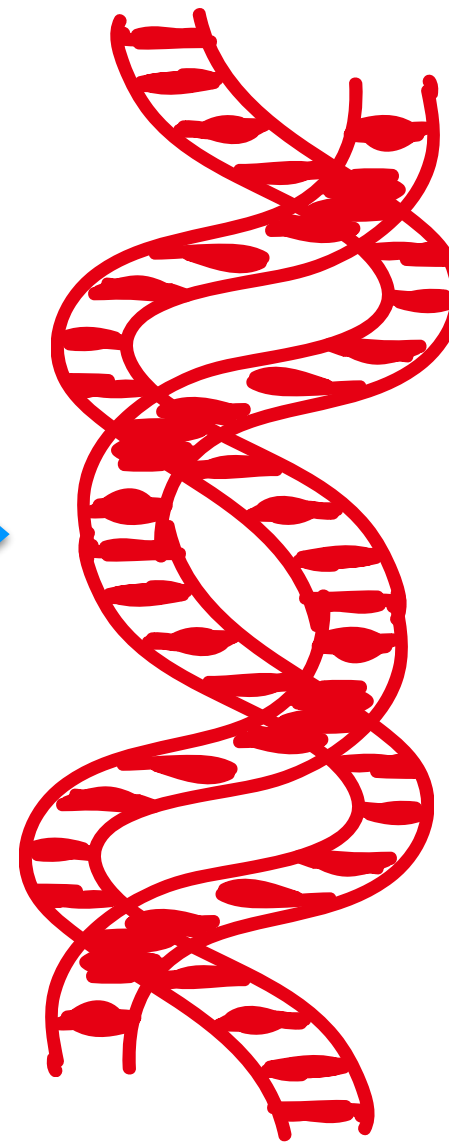
34 Å の周期 (第 1 斑点) が存在するが,
2 次反射 (第 2 斑点) が強い。
3 次反射 (第 3 斑点) も強い。
4 次反射 (第 4 斑点) が消えている。
5 次反射 (第 5 斑点) は存在する。

3/8 の位置に「もう一つの螺旋」があれば第 4 斑点は消える。

どうして DNA が二重螺旋とわかるか？ (Point 3)

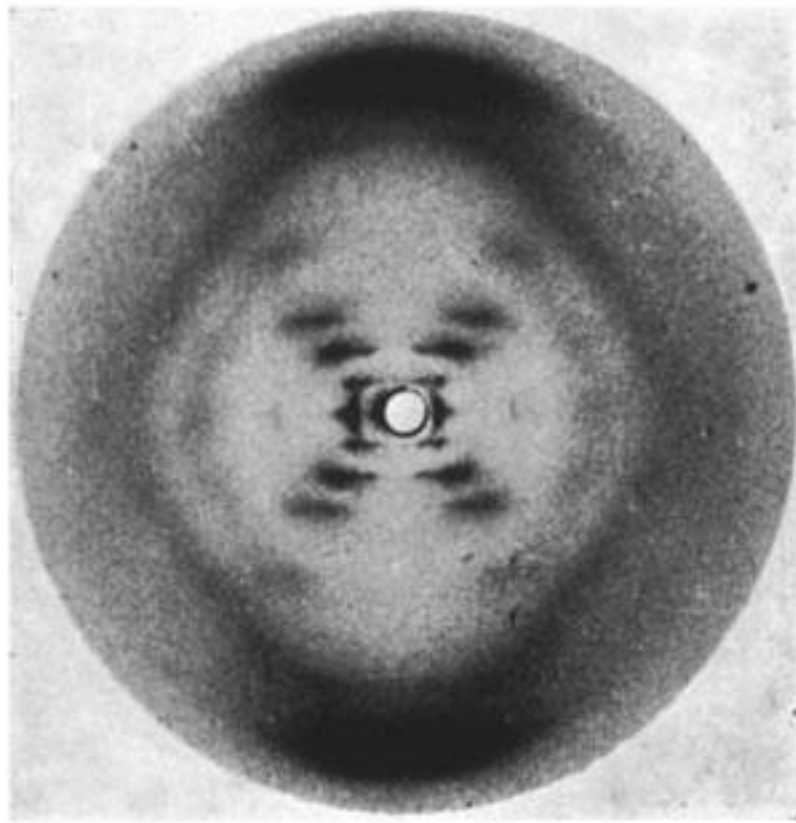


34 Å の周期（第 1 斑点）が存在するが、
2 次反射（第 2 斑点）が強い。
3 次反射（第 3 斑点）も強い。
4 次反射（**第 4 斑点**）が**消えている**。
5 次反射（第 5 斑点）は存在する。

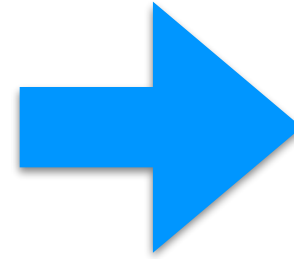


点線位置のうちどこか一箇所に
実線位置の構造と「全く同じ」
構造があれば第 4 斑点は消える。

どうして **DNA** が二重螺旋とわかったか？



Gosling & Franklin の
B-型 DNA 結晶
X線回折写真 (1952年)
通称“**Photo 51**”
「世界で最も重要な回折像」



DNA 構造モデル

シンクロトロン光の利用

シンクロトロン光とは？

= シンクロトロン加速器が出す光

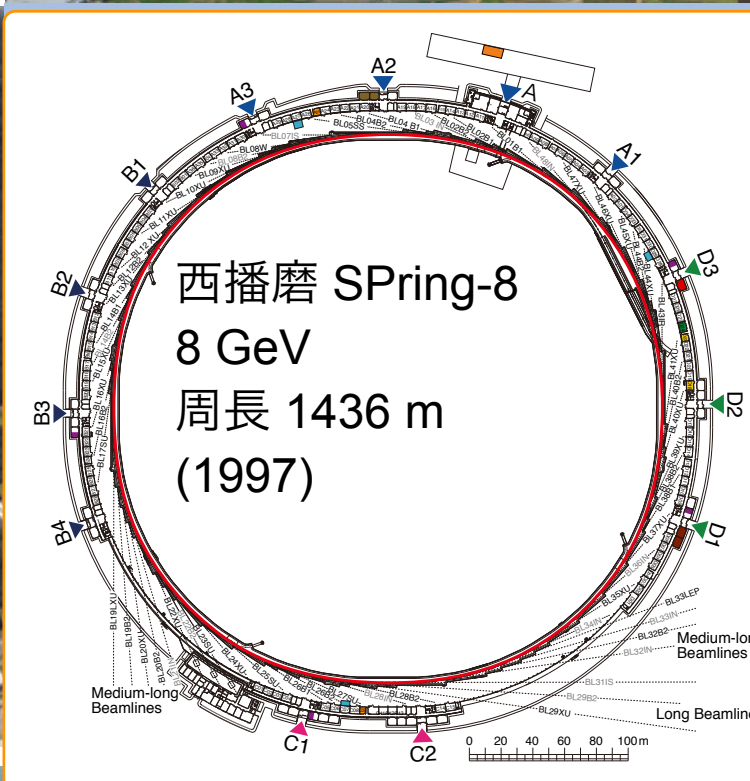
→ 利用施設

高エネルギー加速器研究機構 KEK

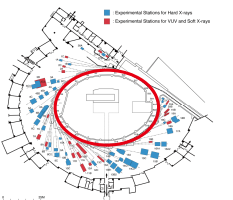


PF

SPring-8



筑波 KEK-PF
2.5 GeV
周長 187 m
(1982)



Linimo
陶磁資料館南駅



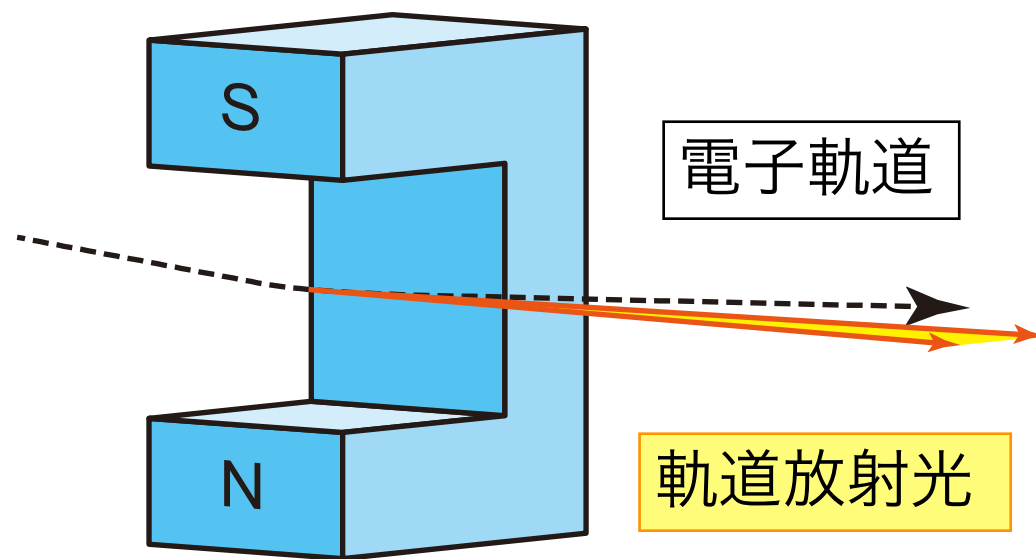
AichiSR



瀬戸 AichiSR, 1.2 GeV
周長 72 m (2012)

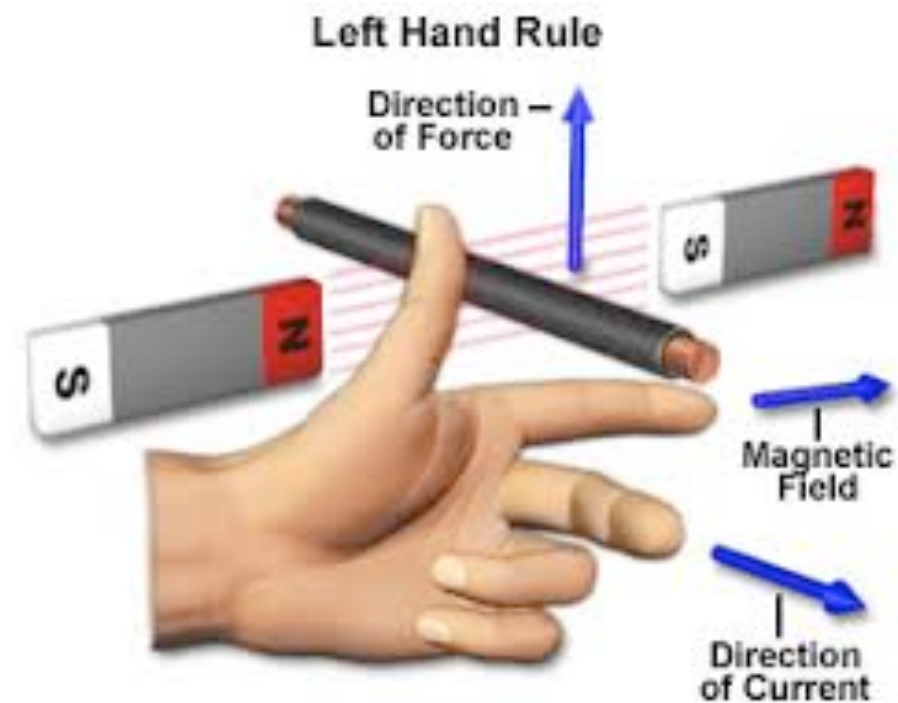
岡崎 UV-SOR, 0.75 GeV
周長 53.2 m (1983)

シンクロトロン光とは？



シンクロトロン軌道放射光
軌道放射光，放射光
ともよばれる

特徴：白色，高輝度，高指向性



ウィキペディア的な説明：

「相対論的な運動をする荷電粒子（電子や陽電子など）の進行方向が磁場で曲げられるとき、軌道の接線方向に放射される電磁波」

相対論的荷電粒子（電子）...？

加速電圧 V	電子の速度 v (m/s)	電子の速度 v / 光速 c	
40 kV	112,140,313	37.4%	(実験室型 X 線)
200 kV	208,450,037	69.5%	(透過電顕)
1.2 GV	299,792,431	99.999 991%	(AichiSR)
2.5 GV	299,792,452	99.999 998%	(KEK-PF)
8 GV	299,792,457	99.999 999 8%	(SPring-8)

$$v = c \sqrt{1 - \frac{1}{\left(1 + \frac{eV}{mc^2}\right)^2}} \xrightarrow{eV \ll mc^2} \sqrt{\frac{2eV}{m}}$$

$$e = 1.60217657 \times 10^{-19} \text{ C}$$

$$c = 299,792,458 \text{ m s}^{-1}$$

$$m = 9.10938291 \times 10^{-31} \text{ kg}$$

どうしてシンクロトロン光を使うのか？

X線吸収分光 **XAFS** (←白色性)

⇒ 特定元素の周囲の局所構造 (触媒など)

小角X線散乱 **SAXS** (←高指向性)

⇒ 高分子, 微粒子, 多孔質, ...

X線蛍光分析 **XRF** (←偏光, 高輝度)

⇒ 微量元素分析, 微小部分分析

粉末X線回折 **PXRD** (←大強度, 高輝度)

⇒ 微量試料, 迅速測定, 高分解能測定 (?)

＊実験室回折計に比べて高信頼性のデータが得られるというわけではない。

＊実験も解析もラク。**XRD** に不慣れな人に向いている。

＊温度制御実験では迅速測定が有効

あいちシンクロトロン AichiSR

蓄積リング：
角丸多角形状に電子を
周回させる

ブースターシンクロトロン：
1.2 GeV まで加速

実験ホール ①

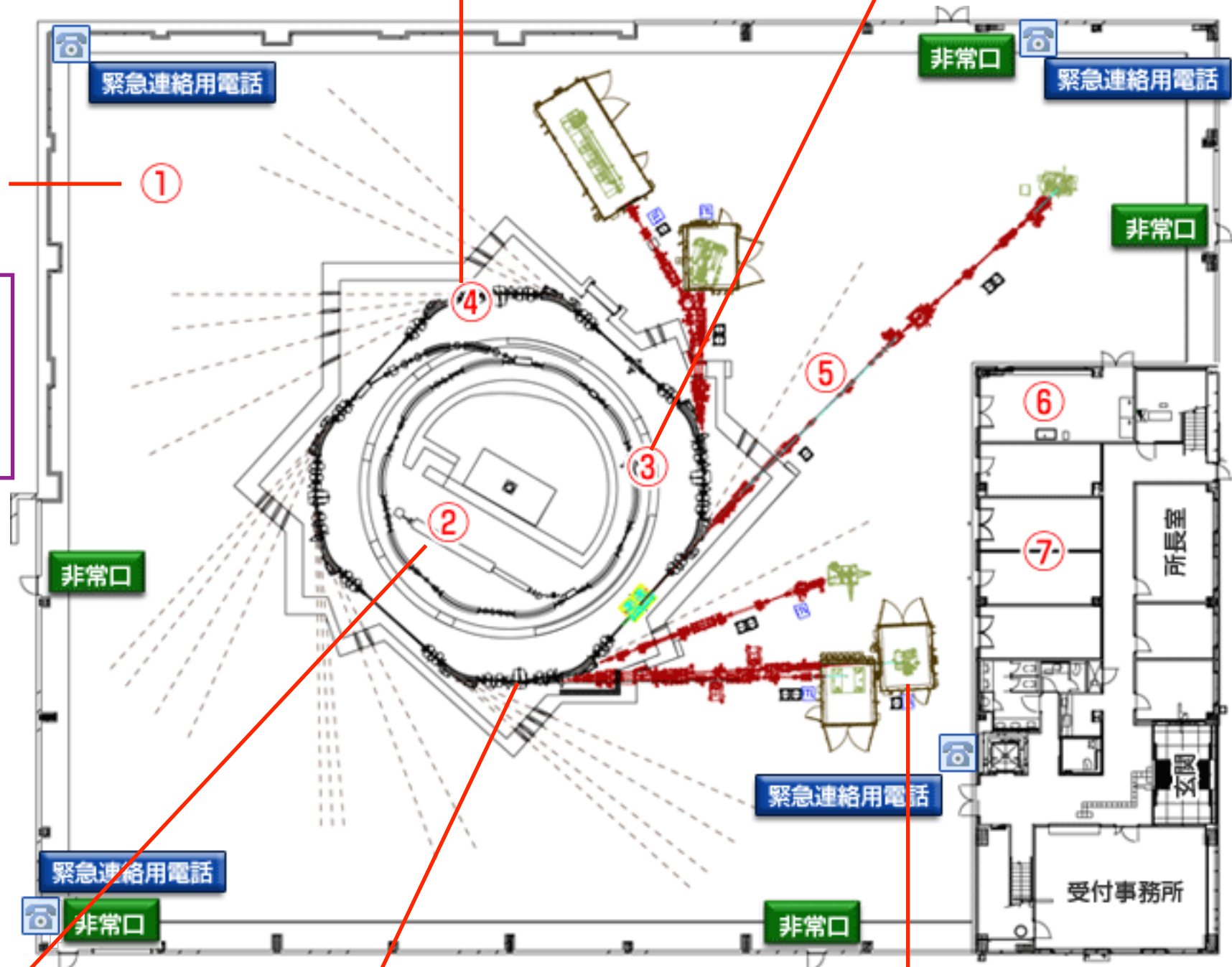
X線が使える
シンクロトロン光施設
としては日本で3つ目

超伝導偏向磁石を
組み込んだ
蓄積リングは
世界初

線形加速器：
50 MeV まで加速

超伝導偏向磁石 (4箇所)
1.2 GeV でも X 線が
使える

BL5S2 粉末回折実験ハッチ



あいちシンクロトロン

AichiSR



AichiSR

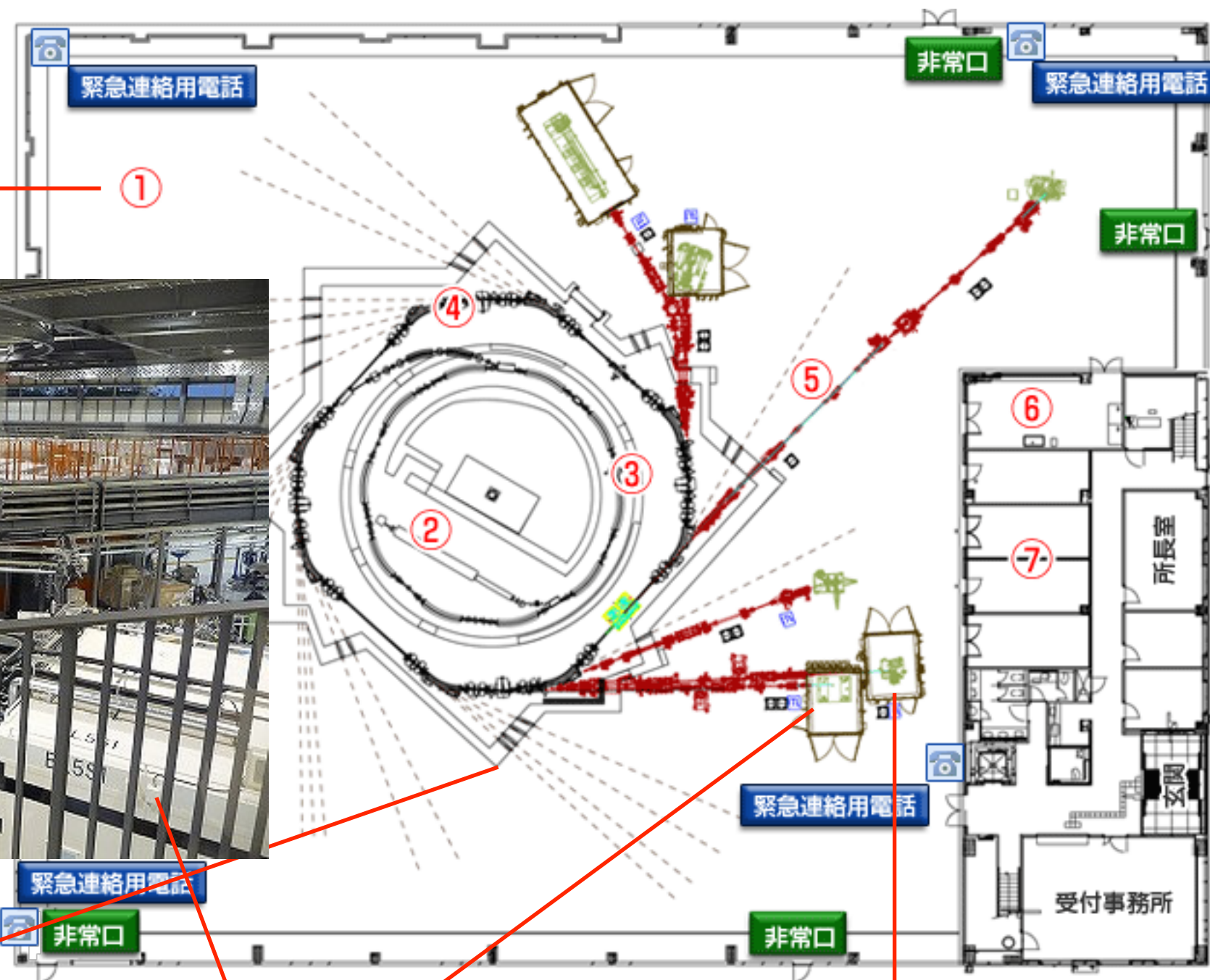
実験ホール ①



蓄積リングの遮蔽壁

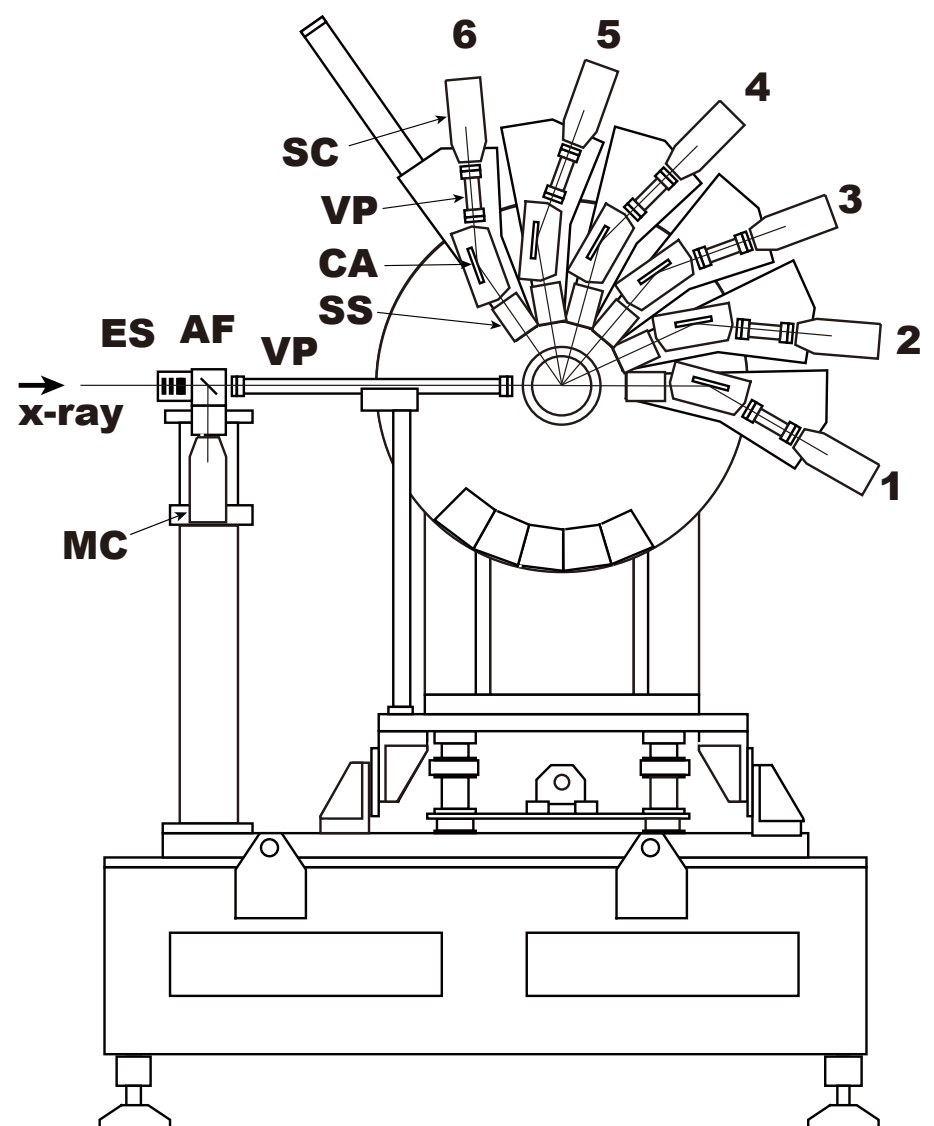
BL5S1 X線分光実験ハッチ

BL5S2 粉末回折実験ハッチ



放射光粉末回折測定装置

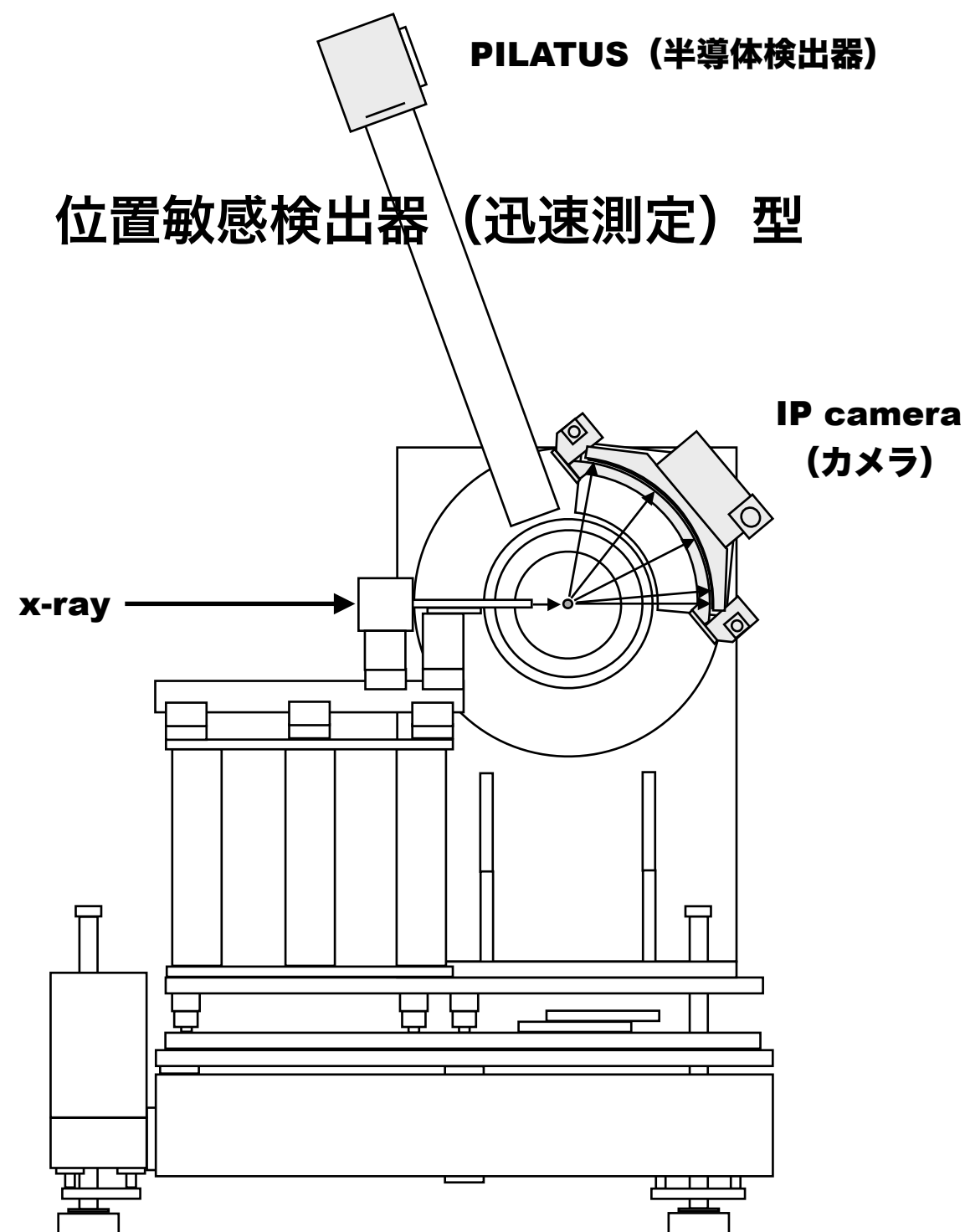
マルチアナライザー（高分解能）型



BL-4B2

○分解能
△バックグラウンド
× 測定時間

位置敏感検出器（迅速測定）型



AichiSR
BL5S2

△分解能
× バックグラウンド
○測定時間

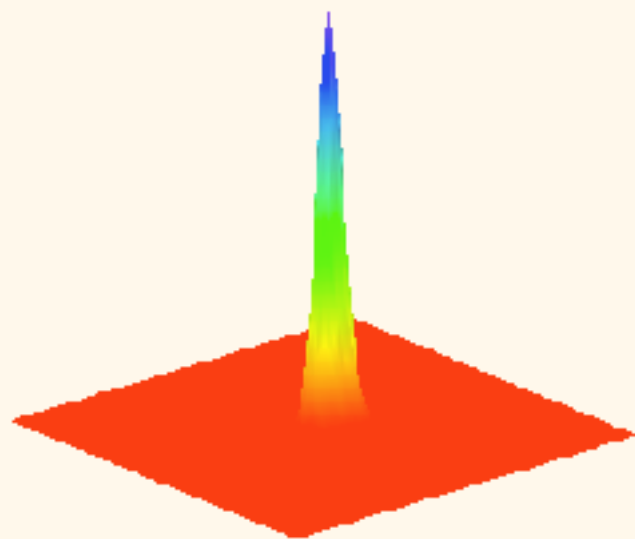
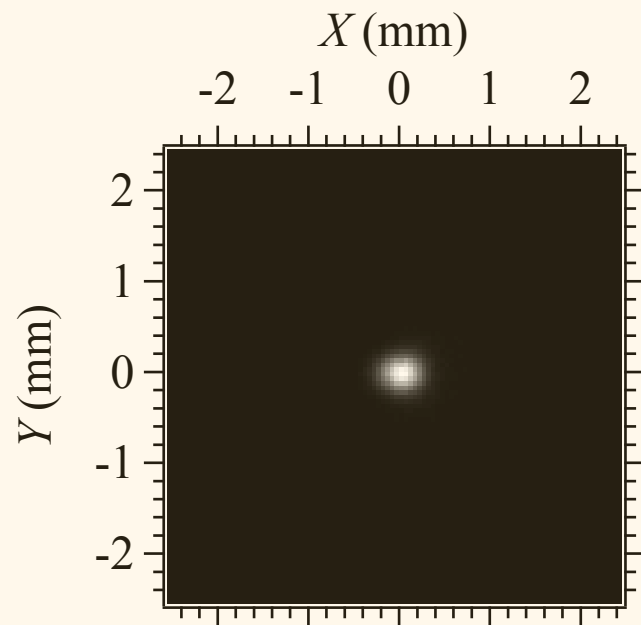
実験室型装置との比較

項目	実験室型	放射光 (高分解能型)	放射光 (迅速測定型)
測定時間	3 h ~ 12h	5 ~ 12 h	5 ~ 20 min
試料の量	0.1 ~ 0.5 g	0.1 ~ 0.5 g (*) 5 ~ 20 mg (**)	1 ~ 10 mg
角度分解能	~0.1°	0.01°~0.02°	0.01°~0.07°
バックグラウンド	○	△	×

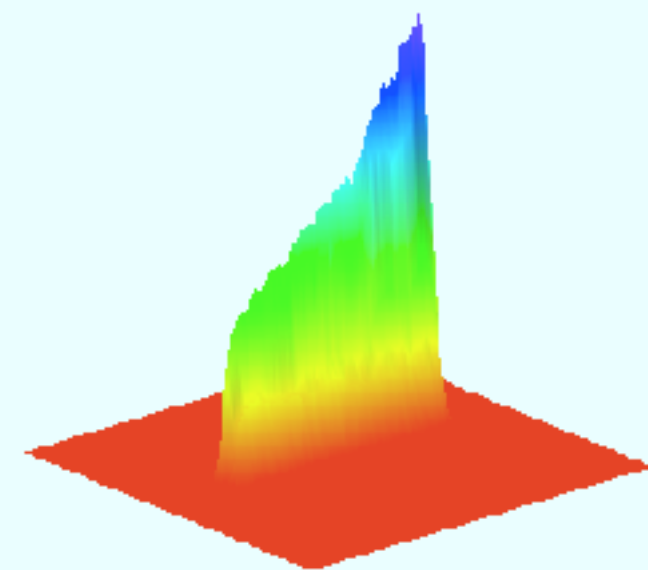
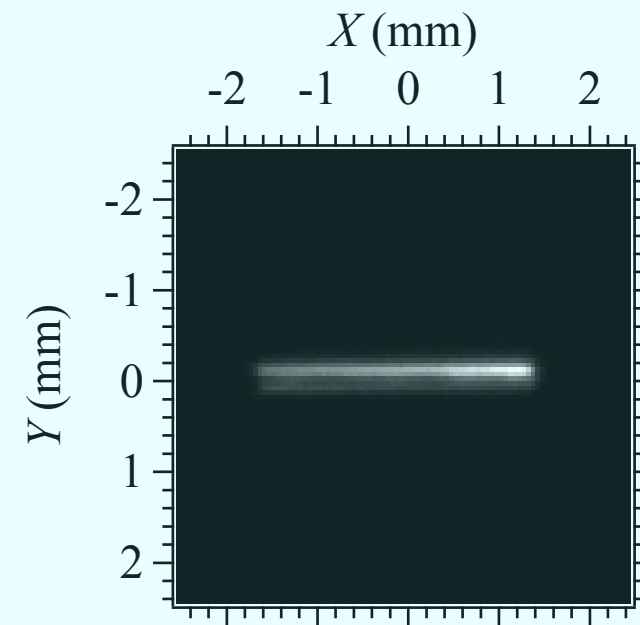
(*) 平板反射法, (**) キャピラリ透過法

BL5S2 ビームラインの 光源 (2) 入射ビームの断面強度プロファイル

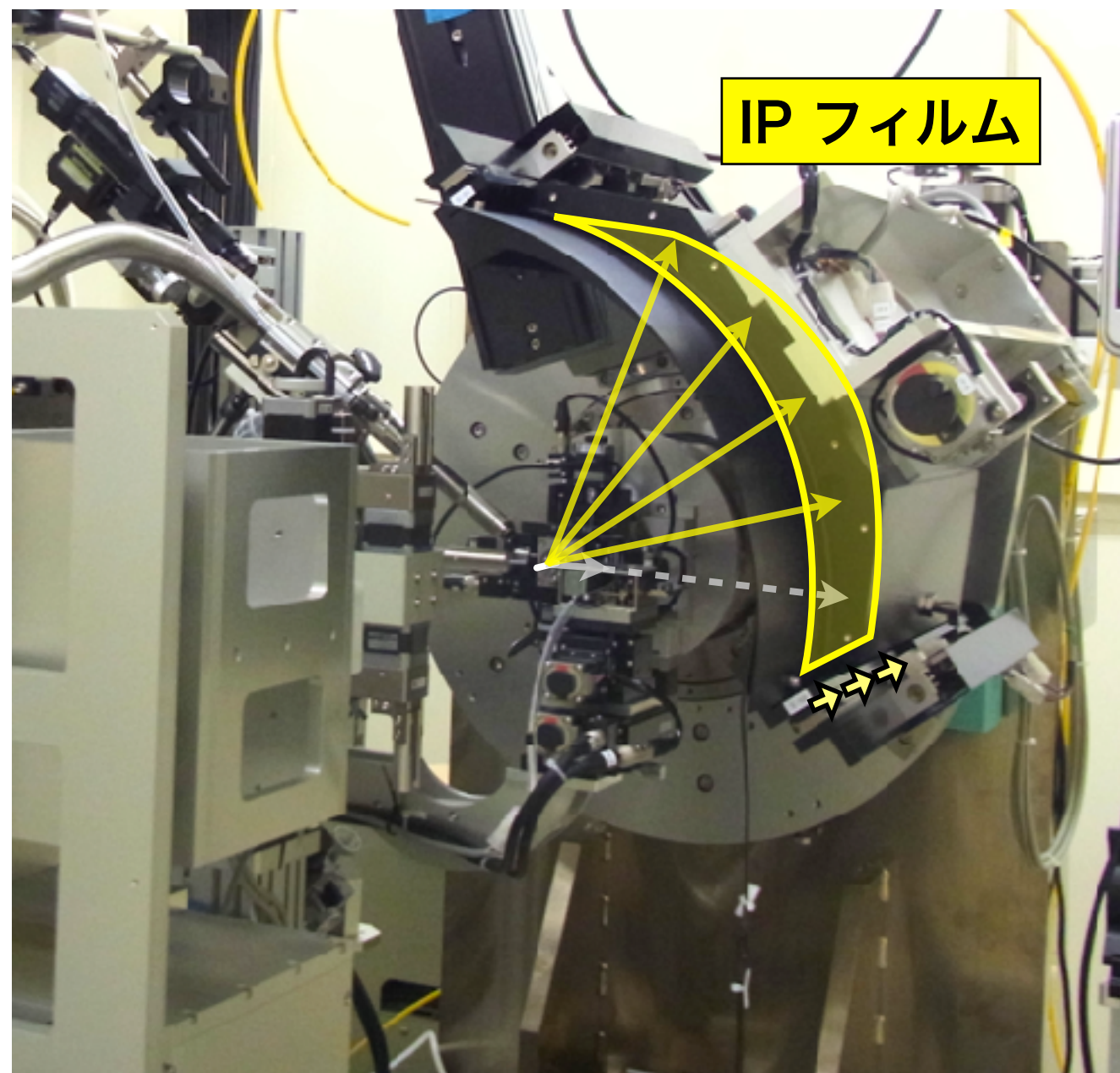
AichiSR BL5S2



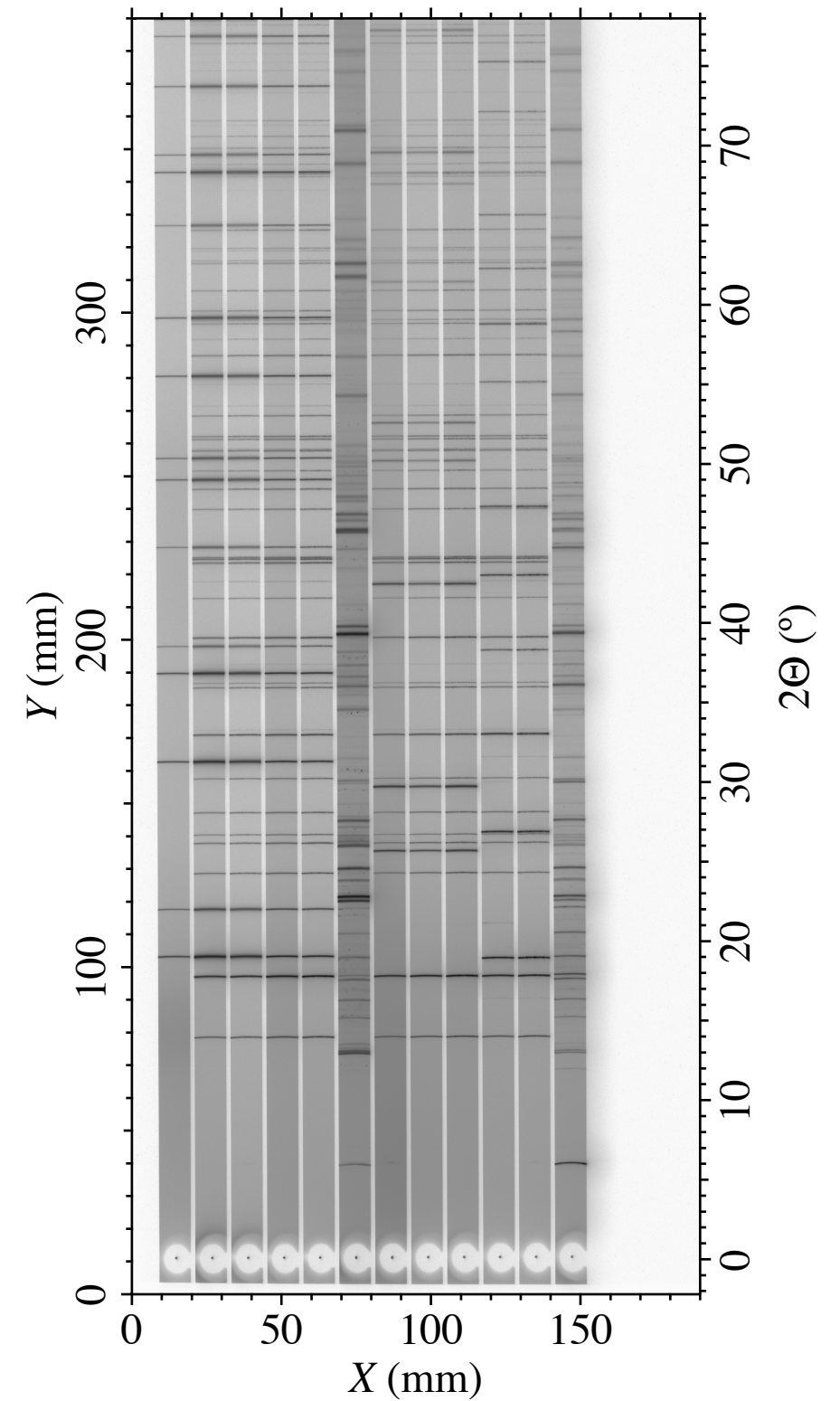
SPring-8 BL19B2



X線検出器 (1) 湾曲 IP カメラ

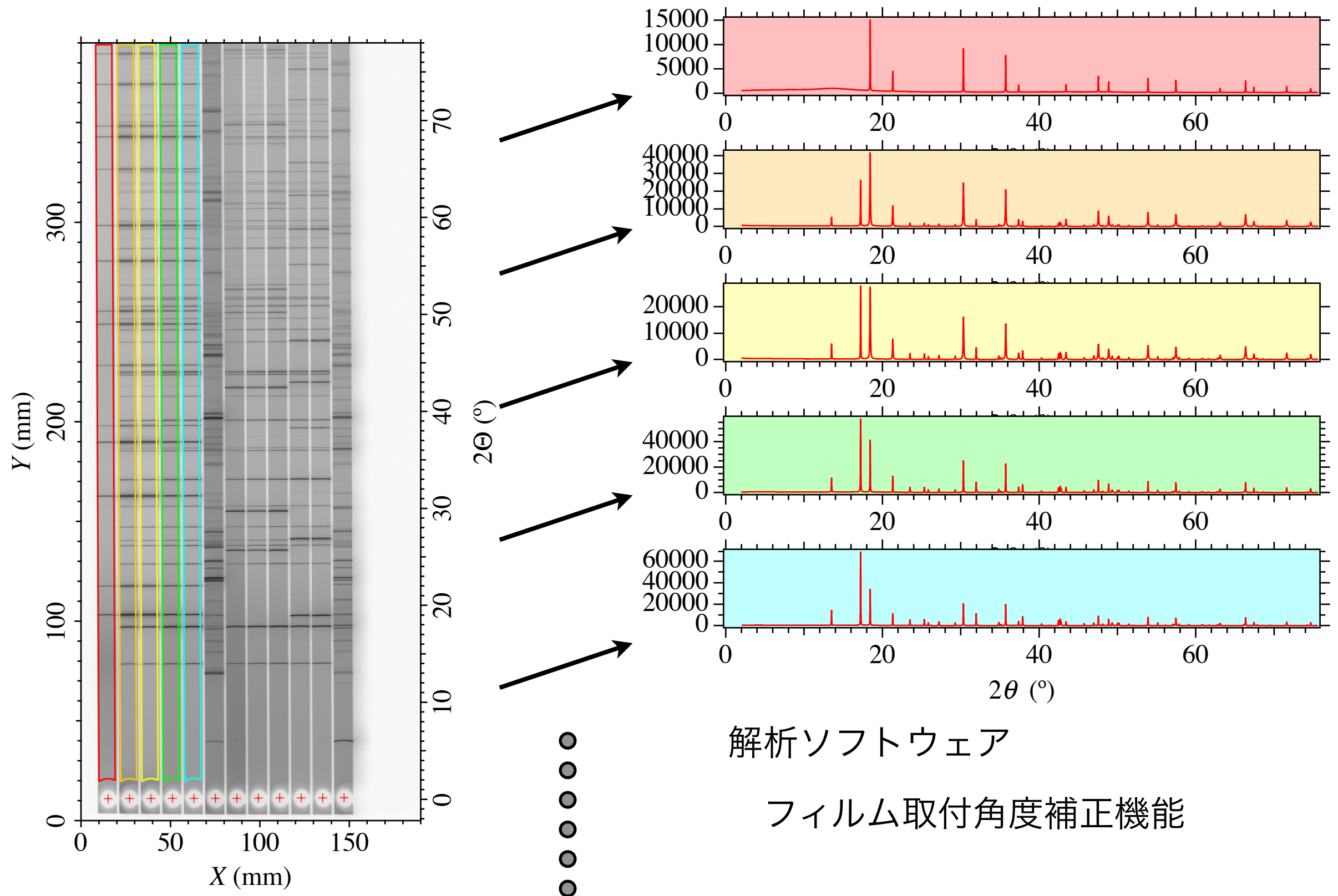


10 mm 幅, 12 mm ステップ
最大 15 試料の連続自動測定

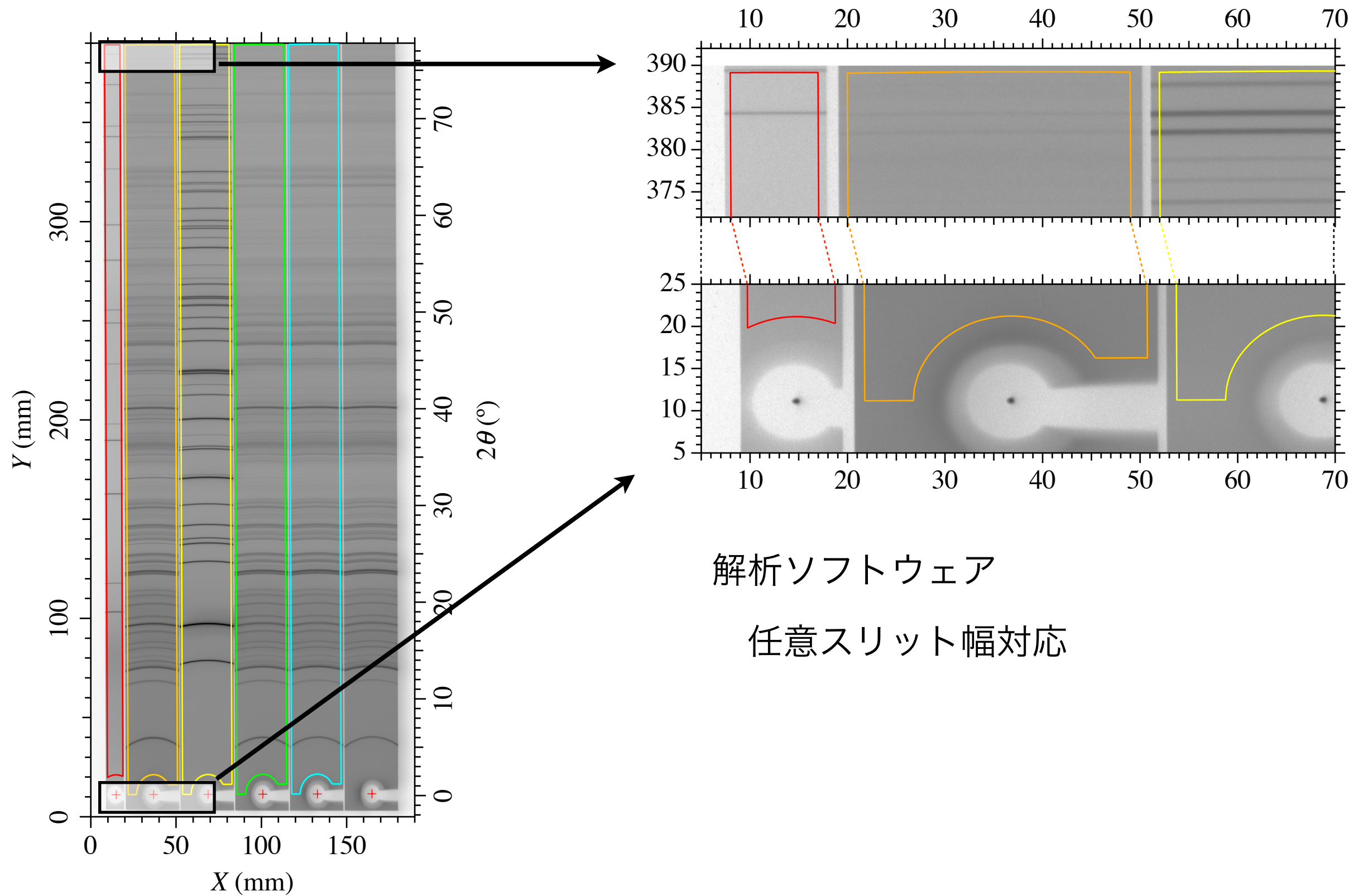


12 試料の測定例

X線検出器 (1) 湾曲 IP カメラ



X線検出器 (1) 湾曲 IP カメラ



X線検出器（1）湾曲 IP カメラ

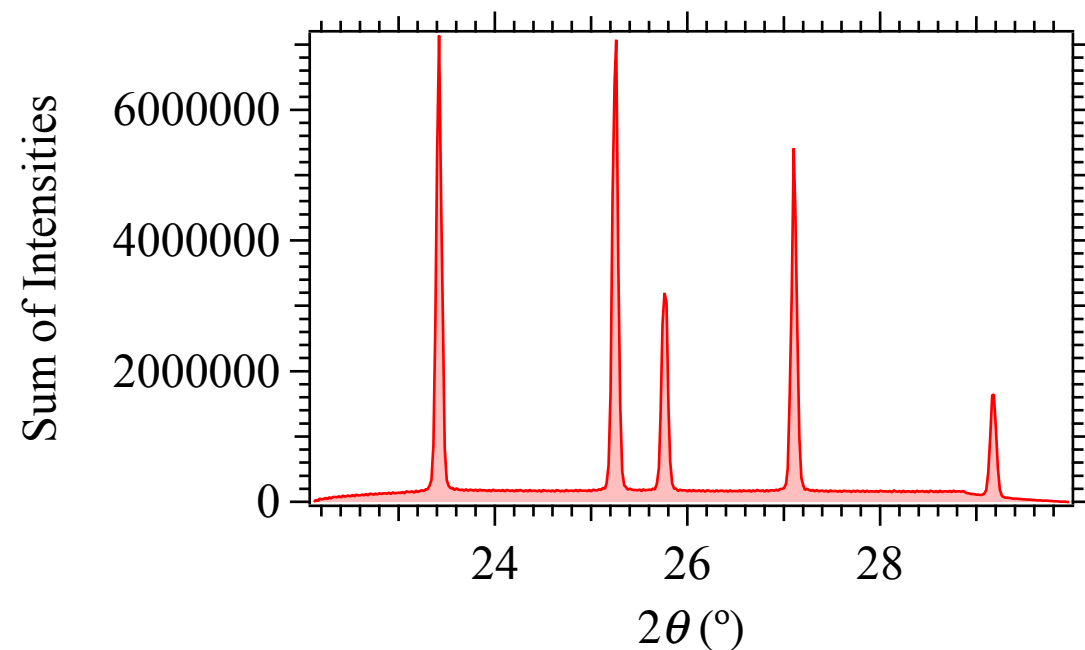
	AichiSR BL5S2	SPring-8 BL19B2
カメラ半径	286.5 mm	286.5 mm
カメラスリット幅	10 ～ 30 mm 可変	10 mm 固定
強度積算幅	9 mm～ 29 mm 可変	2.5 mm 固定
像角度／歪み補正	可能	対応しない
強度積算方向	デバイ環状	直線状
軸発散収差	無視しうる	無視できない
統計誤差推定	可能	対応しない

X線検出器 (1) 湾曲 IP カメラ

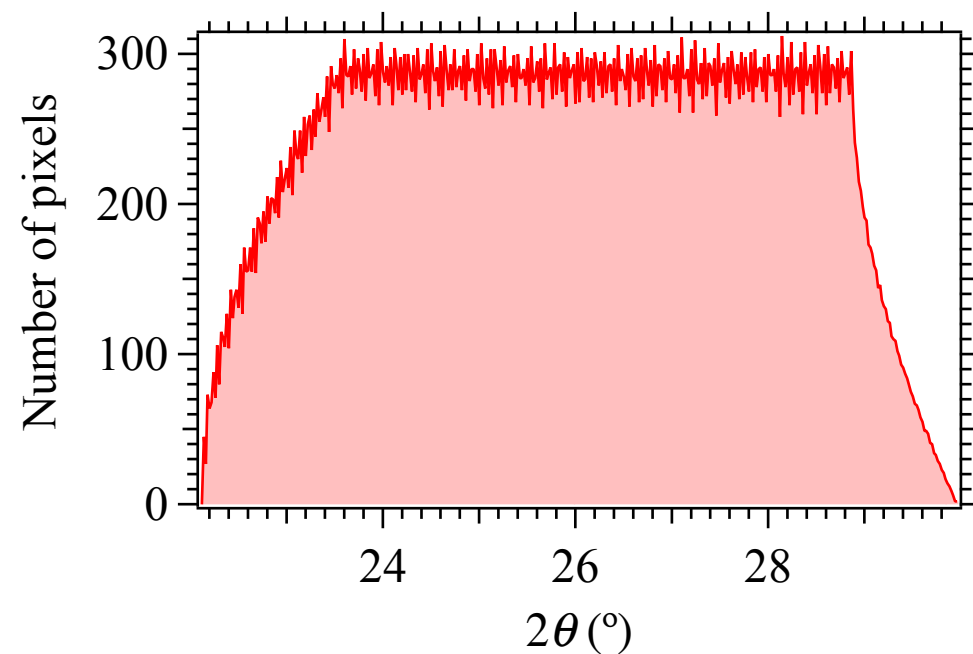
	AichiSR BL5S2	SPring-8 BL19B2
カメラ半径	286.5 mm	明るさ 4~12 倍 10 mm 固定 2.5 mm 固定
カメラスリット幅	10 ~ 30 mm 可変	
強度積算幅	9 mm~ 29 mm 可変	
像角度／歪み補正	可能	操作が容易, 確実
強度積算方向	デバイ環状	直線状
軸発散収差補正	不要	精密な解析の容易な きれいなデータ
統計誤差推定	可能	対応しない 信頼性が高い

実験と解析

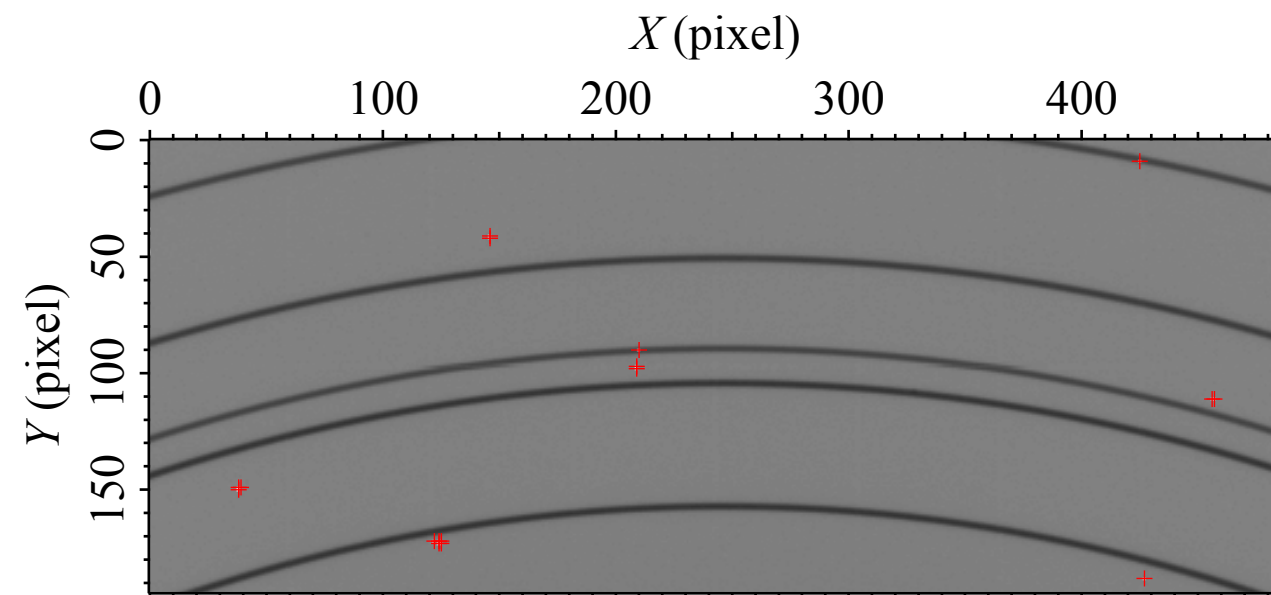
二次元強度データのマッピング



積算強度



積算ピクセル数



PILATUS100K, BL5S2@AichiSR

487×195 pixel², 0.172 mm/pixel

X線波長 $\lambda = 1.00058 \text{ \AA}$

カメラ中心距離 $R = 284.19 \text{ mm}$

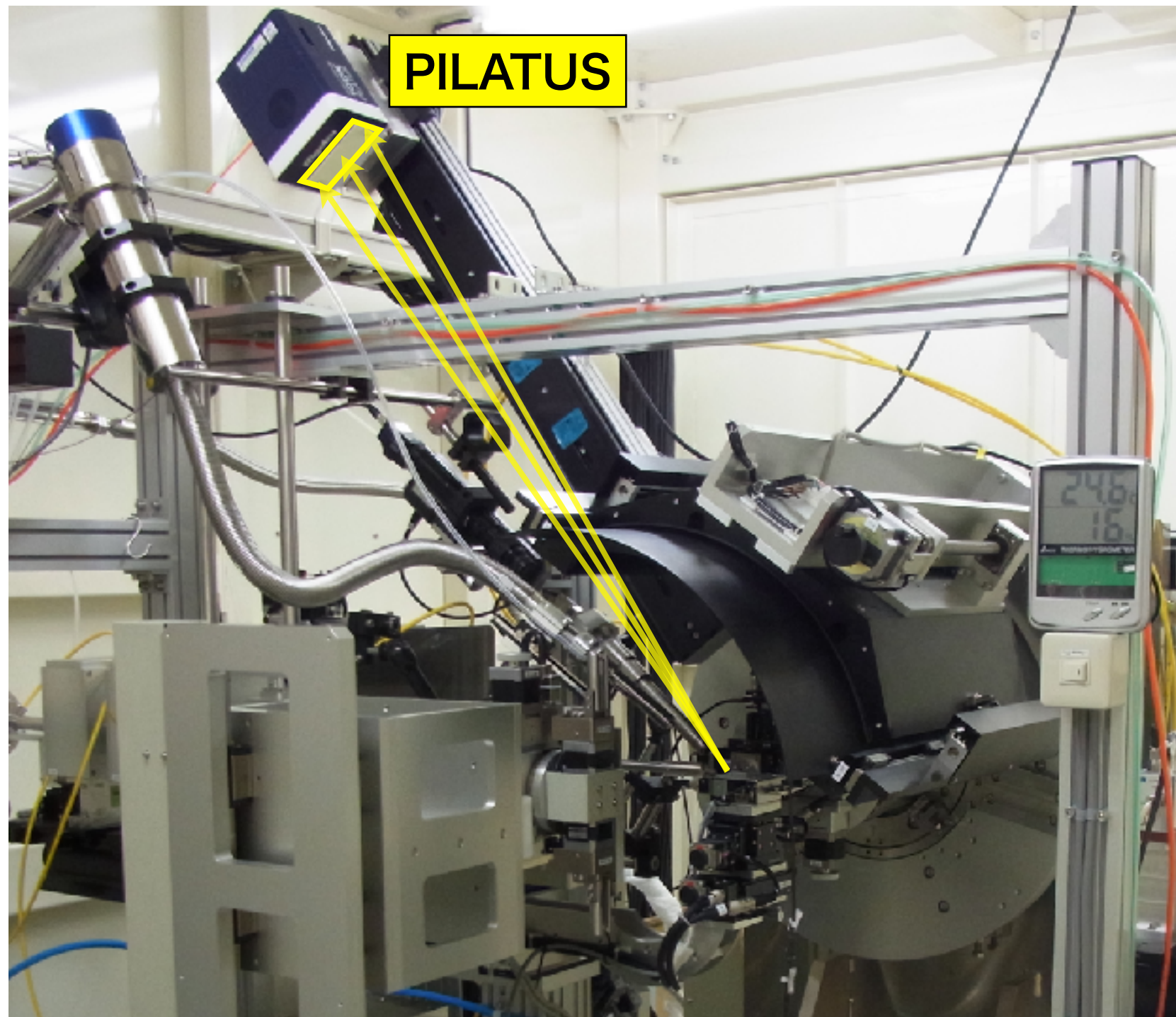
(カメラ中心位置での分解能 0.035°)

カメラ中心角度 $2\Theta = 25.4^\circ$

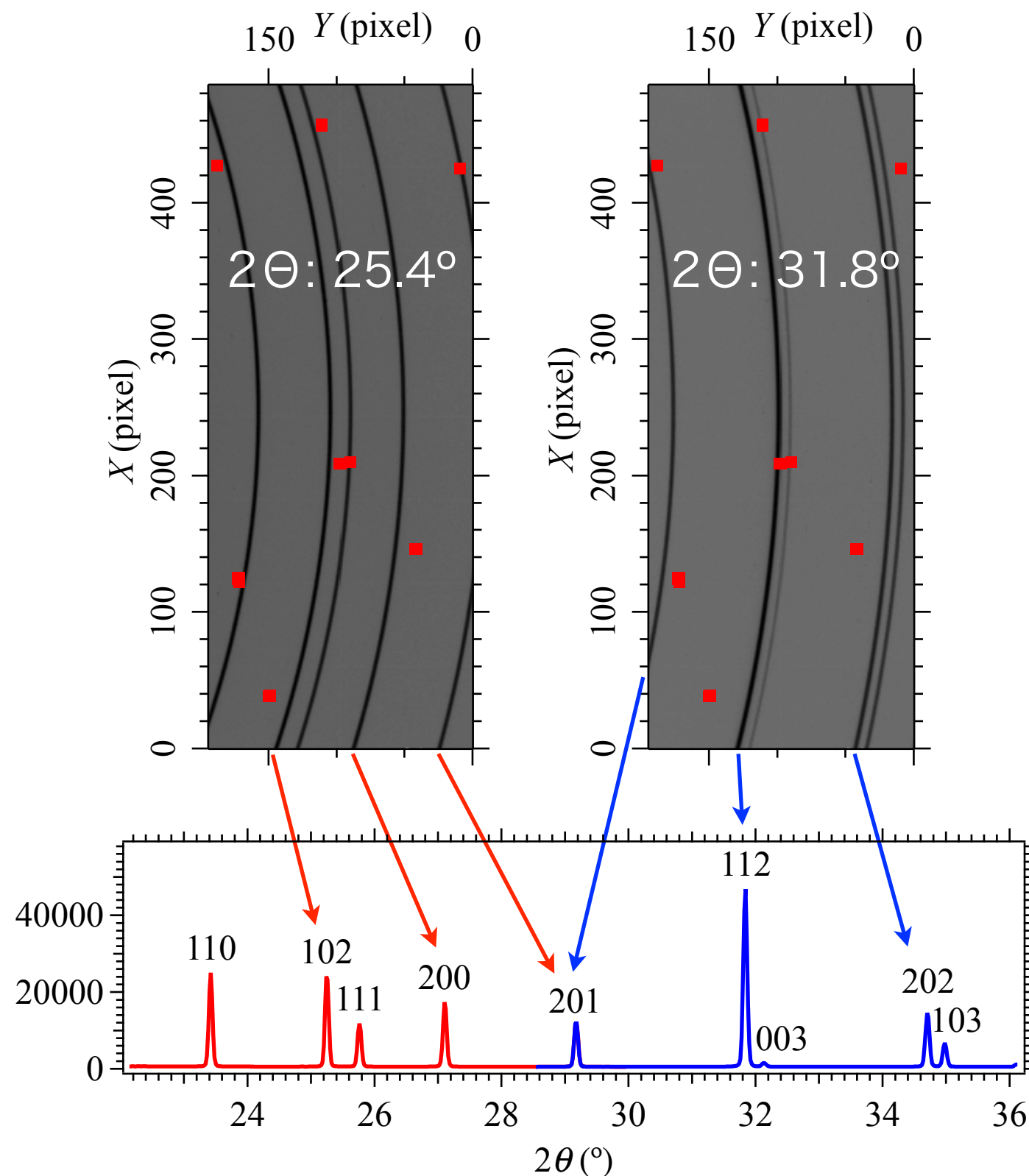
試料 Quartz (<3 μm) 0.5 mm Φ キャピラリ

露光時間 600 s, ビン間隔 $\Delta 2\theta = 0.02^\circ$

X線検出器 (2) ピクセル型平面半導体検出器 **PILATUS**



X線検出器 (2) ピクセル型平面半導体検出器 **PILATUS**

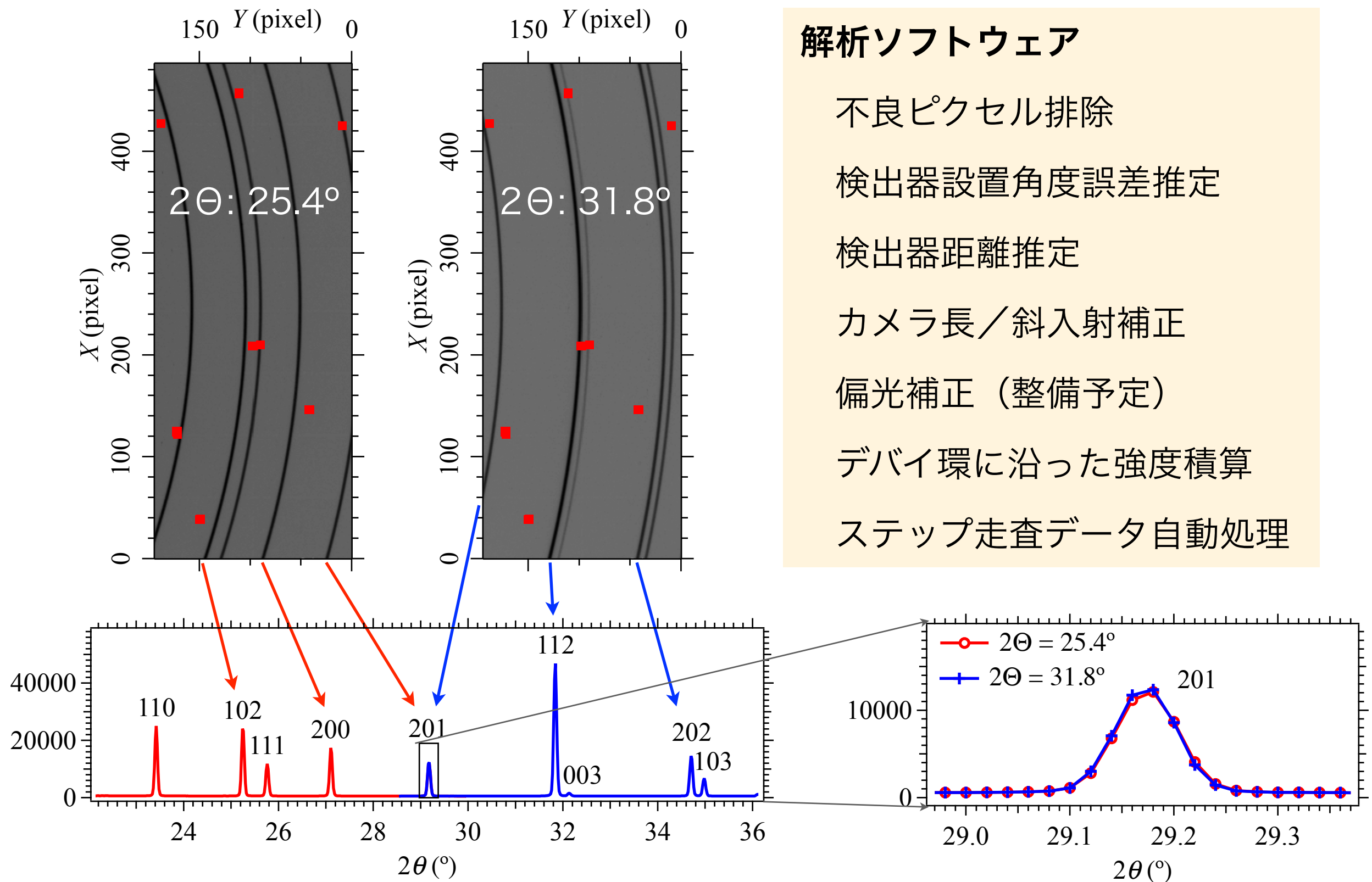


解析ソフトウェア

- 不良ピクセル排除
- 検出器設置角度誤差推定
- 検出器距離推定
- カメラ長／斜入射補正
- 偏光補正（整備予定）
- デバイ環に沿った強度積算
- ステップ走査データ自動処理

石英粉末試料，回折画像とピクセル平均粉末回折強度図形。画像中赤点は不良ピクセル位置

X線検出器 (2) ピクセル型平面半導体検出器 **PILATUS**



解析ソフトウェア

不良ピクセル排除

検出器設置角度誤差推定

検出器距離推定

カメラ長／斜入射補正

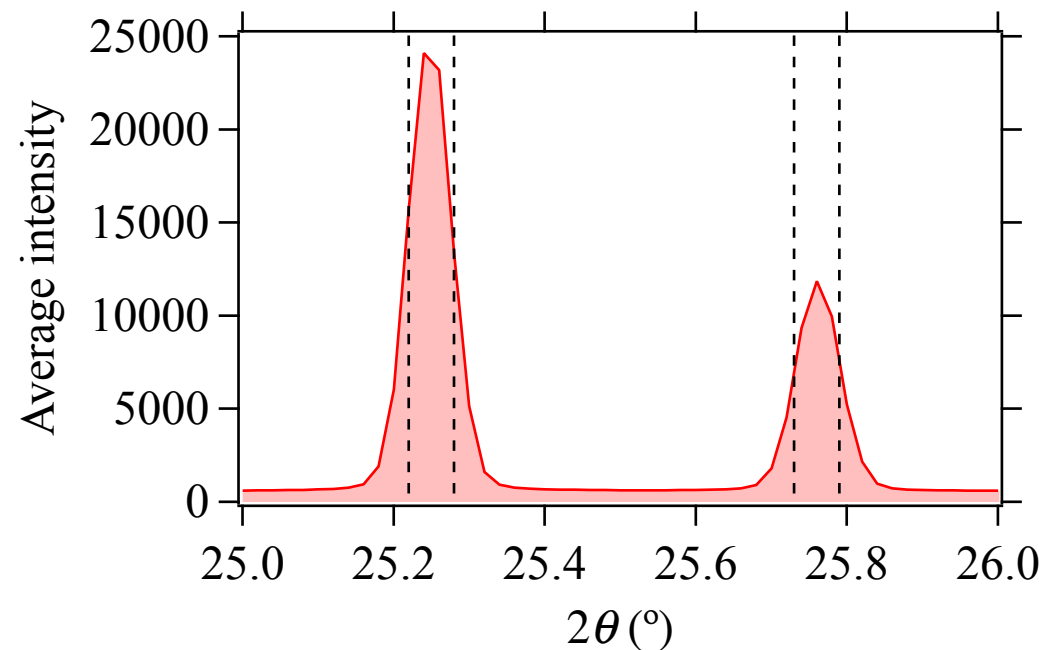
偏光補正（整備予定）

デバイ環に沿った強度積算

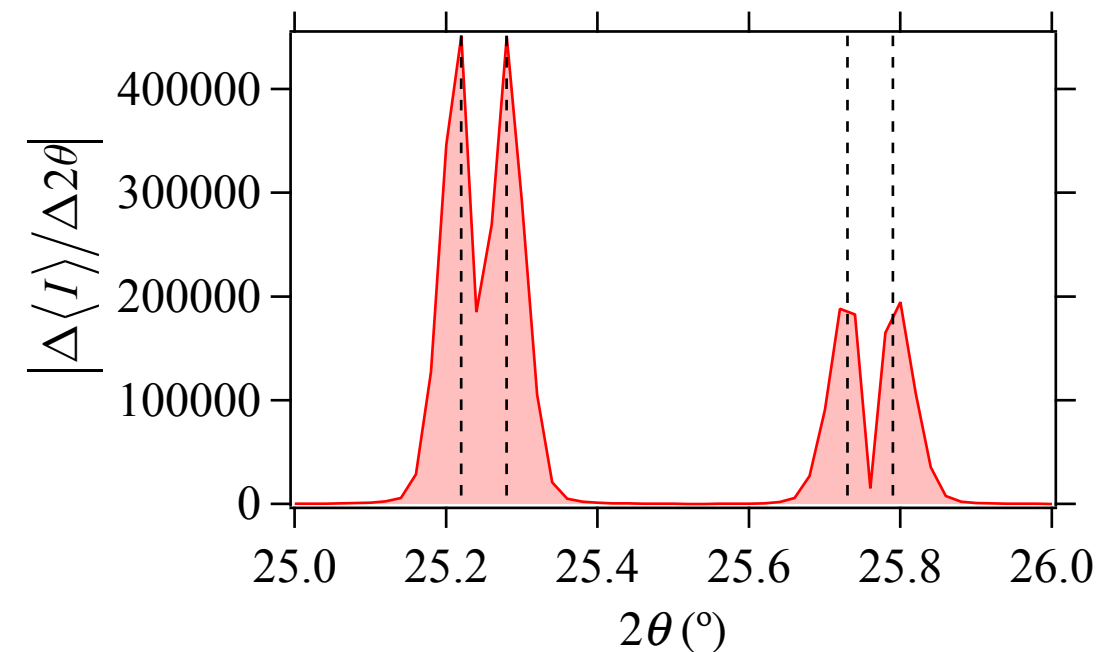
ステップ走査データ自動処理

実験と解析

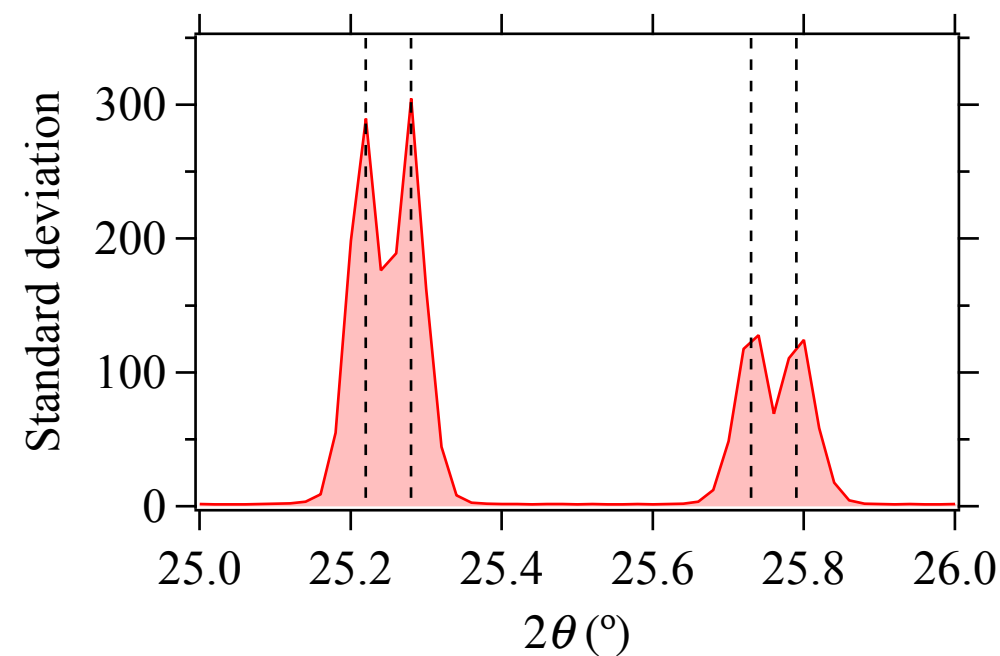
ピクセル平均強度の標準偏差の算出



平均強度



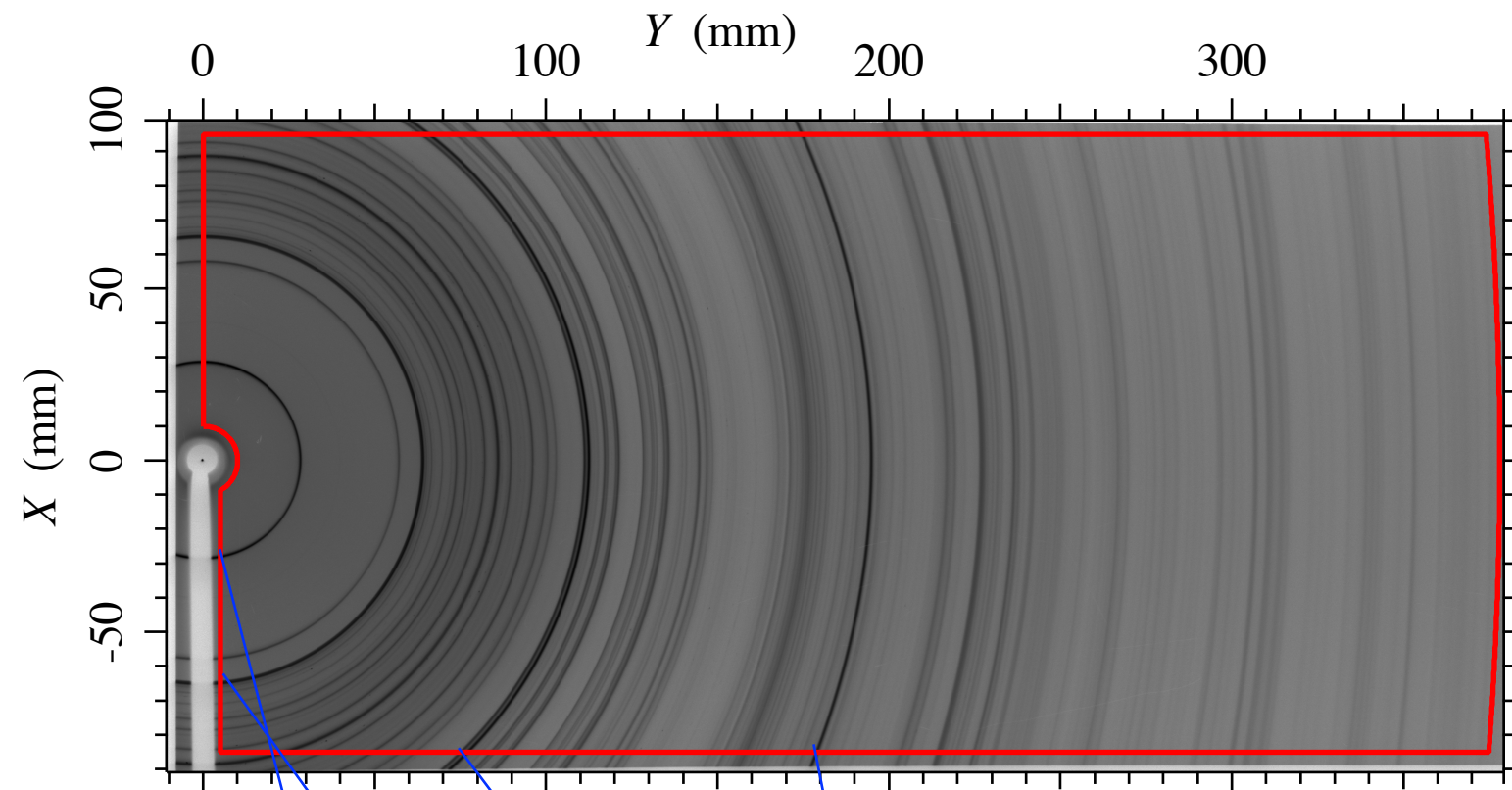
微分の絶対値



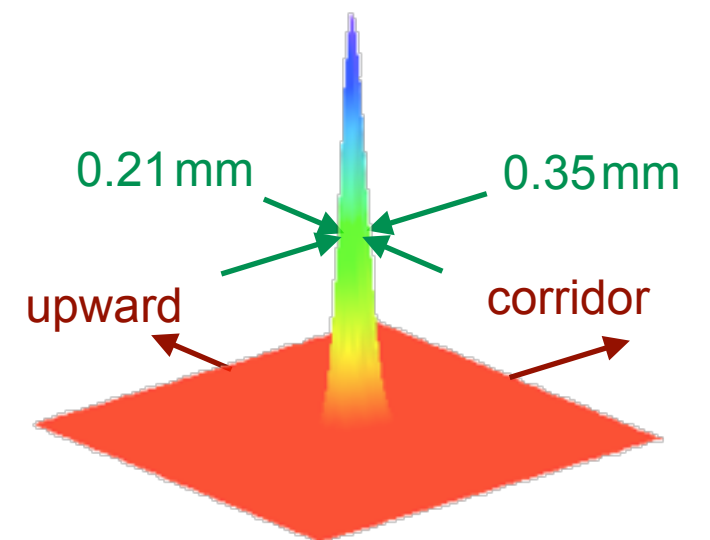
平均強度の標準偏差

$\Delta 2\theta \sim 0.001^{\circ}$ 程度の誤差が伝播した値に相当する。
ピクセルサイズは 0.035° 相当だが、平均化処理により実効的な誤差が抑えられているとみなせる。

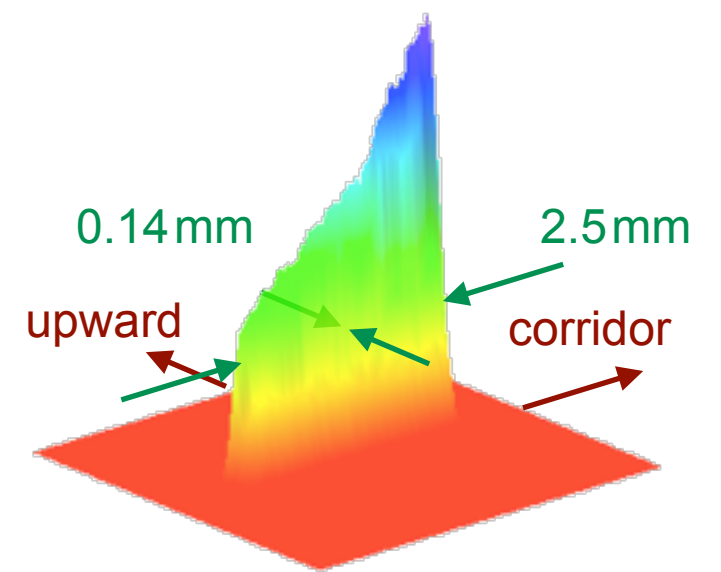
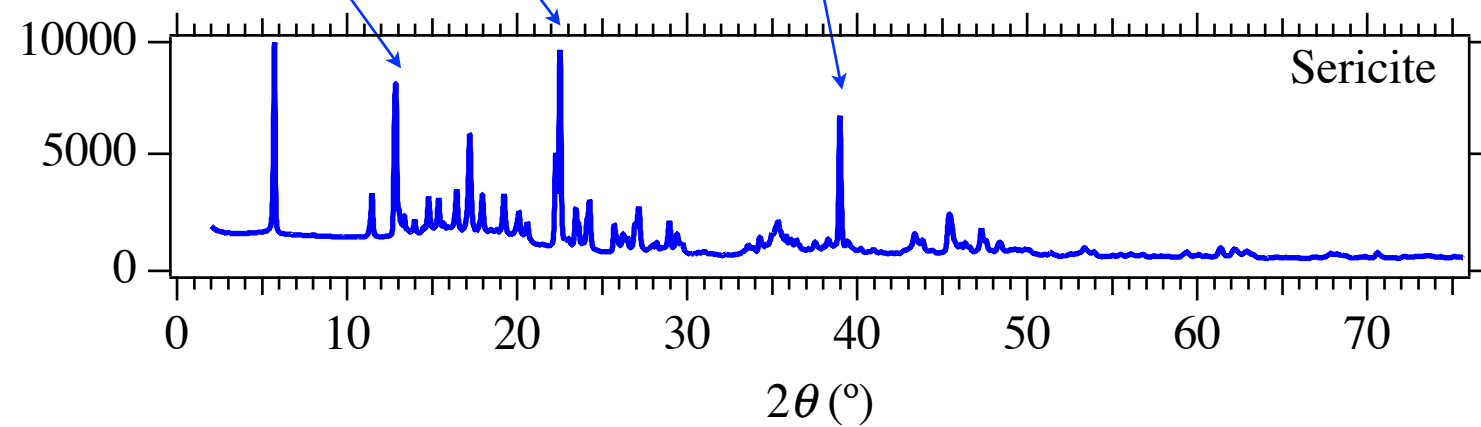
補足 (1) 湾曲 IP カメラ全画面回折像測定



明るさ 80 倍



AichiSR BL5S2



SPring-8 BL19B2

おわりに

「X線回折」という現象を利用した分析方法は長い間、広い分野で使われている。

知識：

数学

理科（物理，化学，地学，生物）

英語，国語

技術：

電子工作，機械工作，試料の精製，粉碎や分級，

コンピューター・プログラミング

運動の前のストレッチングとウォーミングアップに十分に時間をかけること