実験技術••••••••••••••••••••

巨大カメラとイメージングプレートを用いた 粉末X線回折

倉橋 正保,本田 一匡,後藤みどり

化学技術研究所

X-ray powder diffraction employing large radius camera and Imaging Plate

Masayasu Kurahashi, Kazumasa Honda and Midori Goto

National Chemical Laboratory for Industry

Large-radius camera and Imaging Plate are employed to collect high angle resolution powder diffraction data so as to solve unkown organic structures by X-ray powder diffraction. The data collection and reduction processes are reviewd in detail. Some comments and explanations for the improvement of this technique are included.

1. はじめに

現在では適当な大きさの単結晶さえ得られれば 分子量が少々大きくてもX線回折法で構造は決定 できる。しかしながら低分子量であっても、単結 晶化が困難なために構造解析がなされないまま放 置されている化合物も少なくない(カット1)。こ のような場合に微小単結晶を用いて高強度X線 源、高感度X線検出器等を駆使して力まかせに単 結晶法として構造解析を行うアプローチもある が、粉末回折法を用いて構造解析を行うアプロー チもある。

粉末回折データを用いて未知構造を決定するた めには高角度分解の回折データを収集する必要が ある。従来の実験室用回折装置では隣接するピー クが重なり、単位格子が大きい場合や結晶の対称 性が低い場合には、格子定数を決めることすら困 難である。近年放射光を光源とする回折実験が可 能になり、従来では得られなかったような高分解 能の回折データが得られるようになった。その主



流は平行ビーム法光学系を用いた回折計で,ステ ップスキャンによりデータ収集が行なわれる。PF においてもBL4にPFPDという高分解能粉末X線 回折装置が設置されており,多くの人に利用され ている。著者もPFPDを何度か利用し,高質の データが得られることを確認した。しかしながら 20値を少しずつ変えながら1点1点測定するステ ップスキャン法は,与えられたビームタイム中に 測定できる試料数が限られてしまう(細いスリッ トを用いステップ間隔を細かくして測定すると1 試料に対して24時間かけても十分とは言えな い)。また著者が解析の対象に選んでいる有機化合 物の場合にはこの光学系は必ずしも適切ではない ことがわかった。

これに対して,カメラ法でIP(イメージングプ レート)のような高感度フィルムを用いると,短 い時間に広い角度範囲の回折データを一挙に収集 できる。我々は数年前に蛋白質等の構造解析用に 開発された巨大ワイセンベルグカメラ(通称坂部 カメラ)を用いて粉末回折データを集め,それを 解析することにより結晶化が困難な物質の構造解 析に成功した。この成果はすでに学会誌等におい て発表したが¹⁻⁵⁾,本稿ではできるだけそれらと の重複を避けながら,これまでに書ききれなかっ たことを中心に述べる。

2. 粉末回折法による構造解析の概要

未知構造を解く場合のフローを図1に示す。粉 末回折データ(I vs 2 θ)の中から低角度領域の ピーク(約20個)を用いて指数付け・格子定数の 決定を行い,得られた格子定数を用いて中・高角 度領域のピークに指数を付ける。指数の付いた反 射(ピーク)の消滅則を調べて空間群を決定す る。さらに必要に応じてピーク分離を行うなどし て各指数に対する結晶構造因子 F(hkl)を求める。 近似構造はトライアル法,パターソン法,直接法 などを用いて決定する。構造の精密化にはリート ベルト法を用いる。構造が複雑になればなるほど

	構造解析のフローチャート					
粉末の調整						
1	 1 高質の粉末回折データの収集					
	スムージング					
	バックグラウンド除去					
	Ka₂除去					
	多重ピーク分離(ピーク位置)					
2	格子定数の決定・指数付					
	消滅則の検討・空間群の決定					
	多重ピーク分離(積分強度)					
	LP, 多重度の補正					
3	F(hkl)データの準備					
	WPPD法 (ポーリー法)					
4	近似構造の決定					
	試謬法 (Trial & Error) 法					
	パターソン法					
	直接法					
	マキシマムエントロピー法					
5	構造の精密化					
	リートベルト法					
	Constrained refinement法					
	構造パラメータ					

Fig.1 A flow chart for the structure determination by X-ray powder diffraction.

隣接するピークが重なるので,角度分解能の高い データが要求される。粉末回折データは3次元の 回折データが1次元に投影されたものであるの で,実験的にピークを分離するには限界がある。 試料の結晶性が悪ければいくら高分解能の装置を 用いても無駄になる。したがって,プロフィルフ ィッティングやデコンボリューション等の数学的 処理によるピーク分離も重要である。粉末回折 データは単結晶回折データに比べて質・量の点で 劣っているので,構造解析には単結晶法以上に高 度なソフトウェアー群が必要とされる(カット 2)。

3. 巨大カメラの利用

巨大カメラに IPを装着して粉末回折写真をとる と図2(a),(b),(c),(d)に示したような図形 が得られる。この時試料はキャピラリーに詰め



て、試料は回転または振動させる。平板状のカメ ラを用いると回折像は同心円になるが、円筒状の カメラを用いているために像は歪んだ円になる。 円筒状のカメラを用いると回折角の大きい範囲の データが得られるという利点がある。円筒座標を 平面座標に変換し(図3)、同じ2θ値に対応する 位置の強度を積算・平均化することによりS/Nの 向上を図った。図2(d)の回折図形をデータ処理 し、I vs 2θ 曲線に変換したものを図2(e)に示 す。

3.1 試料調製における工夫

始めて実験を行なったときには,試料はキャピ ラリーに詰めて測定した。ビームの当たる部分は 0.5mmにも満たないので試料は微量で済む。問題 は試料の密度を上げることにある。我々は,長い ガラス管をガイドとして試料の入ったキャピラ リーを高いところから落下させることにより試料 の密度を高くした(カット3)。その過程でキャピ







(a) NIST silicon (b) ZSM-5(zeolite)

(c) L-alanine(d) 5-aminovaleric acid

(e) I vs 2 0 of (d)

ラリーが割れることもあった。また、図2(e)から わかるようにキャピラリーを用いると非晶質のブ ロードな回折ピークが観察される。このバックグ ラウンドはリートベルト解析を行う上で邪魔な存 在である。そこで我々は密度の高い粉末試料を得



Fig.3 Transformation of the coordinate system.

るために図4に示すような治具を製作した。まず アクリル板に穴を開け下敷の上に乗せる。穴の中 に試料を入れて細いピアノ線でプレスする。取り 出す時もピアノ線を用いて押し出す。この方法で はバインダーは一際用いないので余分の散乱線が 出ることもない。キャピラリーを落下させる方法 もピアノ線でプレスする方法も選択配向の生ずる 心配はある。図4に示したプレス治具を用いて作 製した試料を、プレスした方向に対して平行に取 り付けた場合と垂直に取り付けた場合について回 折データを収集したところ, ピーク強度の分布が 異なっていることもあった。すなわち配向の効果 が認められた。ただし、粒径の小さい粉末(例え ば 325 メッシュのふるいを通り抜けた粉末)を 少々プレスしても目立った配向は生じないことも 経験している。測定時に試料を回転させることは 配向除去に役立ってはいるが、理想的にはより複 雑な回転(例えばみそすり運動)を与える方がよ い。

3.2 データ処理法における工夫

図2(c)に示したような spotty な回折像を与える



Fig.4 A pressing zig to make densely packed powder samples.





場合に、中央の一列分のデータのみを用いて I vs 2 θ を求めると図5(a)に示すような S/Nの悪いも のになる。IPに記録された全測定点を用いて、同 じ2 θ に対応する点の強度を積算・平均化すると 図5(b)が得られる。粒径の大きい試料を用いると 配向が生ずる傾向があるので、このような spotty な回折像の撮影を推奨するわけではないが、広い 立体角のデータを平均化することによってS/Nが 向上することが良くわかる。

半径が 286.5mm のカメラの円周は 1800mm であ る。従って IPを 100 × 100 μ m²ピクセルで読みと ると中心線を通る円上のデータは 0.02°間隔で強度 測定を行なったことに対応する。中心線上にない データ点の中にはより細かい 2 θ 値に対応する データも含まれている。そこでデータ処理の際に 2 θ 値が 0.01°刻みの配列を用意し,各ピクセルの 強度情報を最も近い 2 θ 値を持つ配列に入れる。 図 **6** にその様子を示す。中央部の狭いベルト状の データではなく広い立体角のデータを利用するこ とにより角度分解能が向上することがわかる。

3.3 角度分解能のカメラ半径依存性

我々はかつて 286.5mm の半径を持つカメラを用 いて未知構造の解析に成功した。その後 PFには従

来の1.5倍及び2倍カメラが設置された。3通りの 半径で6-アミノカプロン酸の粉末回折を測定した 結果を図7に示す。カメラ半径が長くなるにした がって、角度分解能は向上することがわかる。し かし市販のイメージングプレートは最も大きいも のでも 400mm × 200mm である。カメラ半径が 286.5mmの場合には1 Å程度の波長を用いること により、1枚のIPだけでかなり高角までのデータ を記録することができた。より半径の大きいカメ ラを用いて高角のデータを得ようとすると IPを複 数枚つなぐ必要が生じる。高角領域の記録に用い た IP には 2θ の 0 点が記録されていないので,正 しい2θ値を求めるには標準物質の粉末と重ねど りするなどといった工夫が必要である。カメラ半 径が大きい程高分解能のデータが得られるが、高 角度領域のデータを処理する方法が厄介なので, 新たに作られた大半径カメラを十分利用しきれな いでいるのが現状である。



Fig.6 A schematic explanation for averaging the intensities. As the circular radius interval decreases, the angular resolution increases. For example, 2θ intervals are (a) 0.02° (b) 0.01° .



Fig.7 Dependence of the angular resolution on the camera radius. As the camera radius increases, the angular resolution also increases.
(a) R=286.5mm (b) R'=429.8mm(1,5R)
(c) R"=573.0mm(2R)

- 4. 構造解析の実例
- 4.1 アミノカルボン酸の格子定数

直鎖状アミノカルボン酸のシリーズで炭素数の 少ないものはかなり以前から構造解析されてい る。一連のアミノカルボン酸の格子定数を表1に 示す。炭素数の小さいものは生化学的に重要なア ミノ酸である。炭素数が6の物質はナイロン6の原 料で固相重合の点で注目されている。炭素数が5 と7, 8の物質の構造解析はつい最近まで(結晶化 が困難なために)行なわれていなかった。一般に 直鎖化合物の構造は CH₂鎖の数がある程度長くな ると奇数のものの構造と偶数のものの構造に大き く分けられるが、CH2 鎖の数が小さい場合にはこ れといった規則性はない。アミノカルボン酸のシ リーズでは2, 4, 6に関連性はないし, 3, 5, についても類似性はない。我々は粉末回折パター ンのピーク位置(2θ値)から炭素数が5,7,8 のアミノカルボン酸の格子定数を決定した。その 結果、炭素数が5と7のアミノカルボン酸は2軸が ほぼ等しくて、1軸の長さがCH2鎖2個分に対応し

ſab	е	1	A comparison	between the	e camera and th	ne diffractometer	technique
-----	---	---	--------------	-------------	-----------------	-------------------	-----------

N Compound	а	h	C	В	V	SG	7
14 Compound	u	0		<u>р</u>		00	L
$2 \alpha - GLY$	5.084(1)	11.820(1)	5.458(1)	111.95(2)	304.2	P2 ₁ / n	4
3 β – ALA	9.865	13.81	6.07		826.9	Pbca	8
4 4 – ABA	7.193	10.120	8.260	111.05°	561.1	P21/c	4
5 5 – AVA	17.398	4.552	7.455		587	Pna2 ₁	4
6 6 – ACA	8.555(2)	5.872(2)	15.274(4)	103.1(1)°	735.9	P2 ₁ /c	4
7 7 – AHA	22.564	4.578	7.499	-	775	Pna2 ₁	4
8 8 – ACA	11.570	13.400	5.918	93.22°	916.1	?	4
	4.617	7.520	24.963	90.67°	866.6	P21 / n	4
	$\alpha - GLY$: α - glyc	ine	NH2 –	CH ₂ -COO	Н	
	β – ALA	: β – alan	ine	NH2-	-(CH ₂) ₂ –CO	OH	
	4 – ABA : 4 – aminobutylic acid		$NH_2 - (CH_2)_3 - COOH$				
	5 – AVA	: 5 – amin	ovaleric acid	NH2-	·(CH₂)₄−CO	OH	

 $\begin{array}{lll} 6-ACA & : 6-aminocaproic acid & NH_2-(CH_2)_5-COOH \\ 7-AHA & : 7-aminoheptanoic acid & NH_2-(CH_2)_6-COOH \\ 8-ACA & : 8-aminocaprylic acid & NH_2-(CH_2)_7-COOH \\ \end{array}$

て長くなっていること、炭素数が6と8のアミノカ ルボン酸には関連性がないことがわかった。炭素 数が5と7の物質のように格子定数に類似性がある こと、体積差も合理的である場合には、安心して 次のステップである強度解析に進めることにな る。回折ピークの指数付や格子定数が誤っている とその先の全ての努力が無駄になるからである。

4.2 5-アミノバレリル酸の構造解析¹⁾

2で概説した方法で格子定数を決定し、消滅則 から空間群は Pnam または Pna2」であることがわか った。低角の指数から決定した格子定数は精度が 低いので、高角のピークをも含めてより精度の高 い格子定数を求めた。それにもかかわらず一挙に すべてのピークに指数を付けることは困難であっ た。そこで信頼性の高い指数に対応するピークの みを用いてパターソン合成を行ったところ、C-C 鎖の方位を決定することができた。次にトライア ル法でジグザグ鎖を並進させ実測された強度分布 に近いピークを与える座標のセットを求めた。得 られた座標を用いてフーリエ合成を行い酸素原子 や窒素原子の位置を求めた。実測されたパターン と計算により得られるパターンを比較することに より高角のデータを追加し、よりよい近似座標を 得た。パラメータの精密化にはリートベルト法を 用いた。泉の RIETAN を一部改造して使用し た⁶⁾。2通りの空間群について精密化を行った結 果,より低いR値に収束した Pna2」を採用した。 図8に5-アミノバレリル酸の結晶構造を示す。カ ルボキシル基の酸素原子とアミノ基の窒素原子の 間は水素結合により結ばれていることがわかる。 水素結合の様子から分子の末端は-COO⁻と-NH₃* で zwitter ion となっていることもわかる。

4.3 7-アミノヘプタン酸及び8-アミノカプリ ル酸の構造解析

7-アミノヘプタン酸の構造は格子定数から明ら かなように5-アミノバレリル酸と同型である。著 者らは 5-アミノバレリル酸の構造を参考にして 7-アミノヘプタン酸の構造パラメータをリートベル ト法により求めた。8-アミノカプリル酸について は 2つの変態が存在する。その中の1つについては 最近,ギニエ法で測定したデータを用いて解析に 成功した⁷¹。

5. 放射光 + 巨大カメラ+ IP を用いた回折 法の利点

放射光の利用によるメリットは、入射 X 線の強 度が強いので実験室光源を用いた場合よりも測定 時間を短縮できる、白色光を用いた実験が可能で ある、波長巾の狭い単色光を用いた実験が可能で かつ容易にその X 線波長を変えることができる、 平行ビームを得ることができる、などである。こ れらのことはカメラ法の場合にもカウンター法の 場合にも通用する。実験室用 X 線源(金属ターゲ ットからの特性 X 線)を用いるとKa線の分裂に より回折線はタブレットになる。Ka2線の混入は ピーク値やピーク強度を求める際に邪魔になり データ処理が複雑になる、質の高い単色光が放射 光から得られることは非常に有難い。

表 2に巨大カメラ法と回折計 (PFPD) 法の比較を 示した。 PFPD 法で得られるデータは入射 X 線強 度の補正を行なうだけで I vs 2θ 曲線が得られる



Fig.8 The crystal structure of 5-aminovaleric acid determined by the powder diffraction data.

	巨大カメラ(坂部カメラ)法	回折(PFPD)法
検出器	イメージングプレート (IP)	シンチレーションカウ ンター
試料の形	円筒状、キャピラリー、球状が理想的	平板, (キャピラリーも 可)
試料の量	ごくわずか	比較的多量
角度分解能	~2/100°(R = 286.5mm 時,カメラ半 径に依存)	1 ∕ 1000°
試料・検出器の動き	試料は回転(又は振動),検出器は固定	θ (試料)/2θ (検出 器) スキャン
1セットのデータを収集するのに要する時間	~数分	~1日
I vs 2 θ 曲線を得るためのデータ処理	1) IP の読み取り,2) 中心点の決定3) 座 標変換,4) 積算・平均化	l。モニターの補正のみ
その他	強度の弱い高角のデータを積算・平均化 するので、高角データのS/Nが高い。	

Table 2 Cell dimensions of aminocarboxylic acids.

が、坂部カメラの場合には、かなりの手間がかか る。カメラ法の主なメリットは測定時間が短いこ とと試料の量が少なくて済むことである。光源 や、装置の改造を行なえば不安定試料の測定や相 変態の追跡等の研究にも適用できる。

半径が 286.5mm のカメラと PFPD で得られる データを比較すると PFPD の方が優れている。特 に結晶性の良い試料を用いた場合にその差が顕著 に現われる。図9に ZSM-5について坂部カメラと PFPD で測定したデータを比較して示す。図7に示 したようにカメラ半径を大きくすると角度分解能 は向上するので,最近製作された最も半径の大き いカメラと PFPD とでは大差なさそうである。

巨大カメラ法で得られたデータのピークプロフ ィルは対称的で、プロフィルフィッティングの際 に非対称パラメータを導入する必要がなかった。 このことはデータ解析を容易にした。カウンター 法でも光学系を選べば対称性の高いプロフィルが 得られるはずである。

6. 問題点と将来構想

巨大カメラと IPを用いて粉末回折実験を行って 感じたことを、将来放射光を用いた粉末 X 線回折





専用装置を製作する人の参考にしていただきたい と思い、気の付いたことを以下に述べる。粉末回 折実験を始める前には著者は2°/1000程度の分解 能を持つ回折装置があればよいと思っていた。既 存の IPを用いてこれを実現させるにはカメラ半径 を 2m程度にする必要がある。回折計を用いると, この程度の分解能は容易に得られる。しかしなが ら実存する試料の結晶性を考えると構造解析用に は 1°/100程度の分解能で十分である。したがって 2D検出器を利用したカメラ法で,もう少しだけ精 度の高い測定が出来るように設計することで精度 の問題は解決する。カメラ法で精度の問題が解決 すればカウンター法よりもメリットは多い。以下 にメーカーへの要望事項を含めて気の付いたこと を列挙する。

① 大きいサイズの IP の使用

前述のように既存の市販 IP は最も大きいもので も 400mm × 200mm である。半径が 286.5mm のカ メラを用い、1 Åの波長を用いる場合には sin θ / λ値が 0.55 (2 *θ* ≦70°) のデータが得られたが、半 径がその1.5倍,2倍,3倍と大きくなるに従っ て、IPを複数枚継ぎ足さなければならない。坂田 らは高角のデータを収集できるカメラを製作した が、高角度領域の記録に用いた IP からは依然とし て正確な2θを読みとることはできない。もっと もこの問題は標準試料との重ねどりや、IPに角度 メモリをつける工夫で解決できなくもない。大き いサイズの IP はメーカーに依頼すれば恐らく容易 に入手することは可能であろう。しかしながら メーカーはそれを読みとる装置までは提供しない だろうから、ユーザーが読み取り装置を製作せね ばならない。 IP の読み取り装置はカメラに付属さ せ、撮影後その場で読み取るようにする方が再現 性が保証されて良い。

② 膜厚の薄い IP の使用

最近では電子顕微鏡の分野で 50 × 50 μm² ピク セルで読む IPが用いられている。IPの位置分解能 さえ上がれば必要以上にカメラ半径を大きくする 必要がなくなる。 IPの厚さを薄くすると感度が悪 くなる。その場合は多少面倒ではあるが露出時間 を変えた測定をすればよい。したがって, 膜厚の 薄い大きいサイズの IPを供給して頂きたい。 ③ IPの読み取りには従来より細いレーザービー ムを使用

IP上に記録された情報を読み取る場合に、輝尽 性物質の膜厚に比べて極端に細いレーザービーム を用いても無駄だとされてきた。それはレーザー 光が膜物質で散乱されてにじむことによる。通常 の IP は 100 × 100 µm² ピクセルで読まれる。最近 雨宮はこの IPを細いレーザービーム (25 µm) を 用いて読みとるとともに、デコンボリューション 処理を行なうことにより、 IPが 100 μm 以下の微 細情報を持っていることを示した。。すなわち、 細いスリットを通ってきた X線を IP上に記録し装 置関数として用いる。つぎに同じスリットを用い て透過するX線をスリットを移動させて(例えば 75 μm) 照射する。得られたデータを Kosarev の デコンボリューションプログラムで処理すると 100 μm以下の微細構造が現われるというものであ る^{®)}。これに関連して,著者は Kosarev のデコン ボリューションプログラムを用いて粉末回折デー タの角度分解能の向上に適用したので紹介す る¹⁰⁻¹¹⁾。用いたデータは著者が実験室用に製作し たギニエ写真である(図10(a))。検出器には IP を用い, 読み取りは通常の100×100 µm²ピクセ ルで行った。これをI-2θ曲線に変換した後バッ クグラウンドを差し引いた(図10(b))。装置関数 には、ギニエカメラに入射するX線ビームのピー クプロフィルを用いるのが理想的であるが,ここ では孤立した回折ピークのプロフィルを用いた。 デコンポリューション処理を行なうことにより重 なっていたピークが分離した(図10(c))。比較の ため図10(d)に半径が573.0mmの巨大カメラを用 いて測定したデータを示す。これらのことから半 径が185.0mmのギニエカメラでは分離できなかっ たピークが、巨大カメラで測定すると2つに分離 したピークとして観察されること、分解能の悪い データに装置関数を用いてデコンボリューション 処理を行なうと分解能が向上することがわかる。 なお、巨大カメラを用いて得られるデータの装置



- Fig.10 (a) Guinier photograph of 6-aminocaproic acid obtained by a conventional X-ray source.
 - (b) I vs 2θ a selected region of (a)
 - (c) deconvolution of (b)
 - (d) I vs 2 θ as observed by the large radius camera with R=573.0mm

関数には入射 X 線のプロフィルが望ましい。その 際,基準点 (fiducial point)の測定には露出時間を 極端に短くするか,より厚いフィルターを用いる などして, IPのダイナミックレンジの範囲内にお さまるように測定せねばならない。

IP フィルムの装着法の改善

精度の高い角度情報が必要であるため、カメラ の加工精度に見合う程度にIPを円周上に精密に密 着させることが望ましい。フィルムのしなりによ る補正は事実上困難なのでブラインドリジョンの 増加を覚悟してでもIP自身がたわまないようにす るか,もう少し巾の狭い(例えば 400mm × 200mm を 400mm × 100mm にする) IP を使用するなどし てシリンダー上にフィルム面が正確に乗るように する必要があろう。

⑤ 実験による偏光因子の補正

偏光の補正は東の方法に従って行っている が¹²⁾,同じ2θに対応するピクセルの強度を広い 立体角にわたって平均化する本法においては,慎 重に行わなければならない。毎回標準試料を用い て,パラメータ(入射するX線の直線偏光度)を 決め直すことも必要となろう。

⑥ 結晶の多軸回転

本実験では結晶を回転または振動させて測定し た。このことは配向除去に多少の効果があったと 考えられるが,粉末専用の回折装置の場合には, 回転軸を増やして本格的に配向効果を除去するこ とが望ましい。

⑦ 静水圧を用いたプレス治具の開発

配向の効果を軽減することは,未知構造を解く 上で重要な課題の1つである。試料の回転などに よる方法に頼らず,配向のない試料作りが望まれ る。等方的に圧力をかけて粉末を固めるための治 具を製作することが望まれる。

⑧ 究極の粉末回折装置

球状のカメラの内壁に IP に用いられている輝尽 性物質を塗り,適当な方法を用いて読みとる。球 の外側から読み取れるようにするのも一案であ る。加工技術の点で易しくないかも知れないが, 同じ2θに対応する情報を平均化すれば配向の効 果から逃げられる。さらに試料の回転をも加えれ ば二重に配向効果から逃げられる。広い立体角の データを利用することになるので, S/Nの高い データが得られる。

謝辞

巨大カメラを用いた実験を行うに当り,ご協力 ならびに有意義なコメントを頂きました PFの坂部 知平教授,中川敦史博士に感謝の意を表します。

文献

- K. Honda, M. Goto, M. Kurahashi: Chem. Lett. 1990, 13.
- 2) 本田一匡, 倉橋正保: PFニュース, 7, 21 (1990).
- M. Kurahashi, K. Honda, M. Goto: PF Activity Report, No.7, 170 (1989).
- M. Kurahashl, M. Goto, K. Honda: PF Activity Report, No.8, 110 (1990).
- 5) 倉橋正保:日本結晶学会誌, 34, 157 (1992).
- 6) 泉冨士夫:日本結晶学会誌, 27,23 (1985).

- 7) E. Horn, 倉橋正保:第28回X線分析討論会要旨
 集, 87 (1992).
- 8) 雨宮慶幸:私信
- 9) E. L. Kosarev: Inverse Problem, 6, 55 (1990).
- M. Kurahashi, K. Honda, M. Goto, Y. Inari, C. Katayama: J. Appl. Cryst., 24, 61 (1991).
- M. Kurahashi, K. Honada, K. Goto, Y. Inari, C. Katayama: Advances in X-ray Analysis, 35, 375 (1992).
- 12) 東常行:日本結晶学会誌, 28, 356 (1986).

バックナンバー紹介

日本放射光学会特別シンポジウム予稿集(1991年1月)

- Part 1 小型光源加速器の現状と展望 リソグラフィへの出番は?
- Part 2 ソ連の放射光新技術
 - 主催 日本放射光学会 後援 電子技術総合研究所
 協賛 応用物理学会
 体裁 A4判(全英文, 2分冊) Part 1 B5判, Part 2 (OHP集)
 - 定価 Part 1, 2, とも各 1,000円

内容					
Part 1 Status and Prospects of Compact Synchrotrons					
May we expect their turn for lithography?					
Current Techniques of Lithography					
1. Survey of Advanced Microdevice TechnologySurvey of Advanced Microdevice Technology					
2. The state-of-the-Art ULSI Fabrication TechnologiesS. Asai (Hitachi)					
3. Electron - beam Patterning Techniques					
4. Recent Progress in Optical LithographyM. Nakase (Toshiba)					
Synchrotron Radiation Lithography					
5. SOR Lithography in NTT ··································					
6. X-ray Lithography for Quarter Micron ApplicationJ. Trube et al (IMT)					
7. Low Energy Proximity X-Ray Lithography					
8. SR Lithography at SORTEC ······N. Atoda et al (SORTEC-ETL)					
Status Reports on Compact Synchrotrons					
9. Development of Compact SR Rings for Industrial Use in JapanT. Tomimasu (ETL)					
10. Present Status of Helios ······T. Ford (Oxford Instr.)					