

## 多機能粉末X線回折装置 (D8 ADVANCE)

科学分析支援センター 徳永 誠

X線回折(XRD)装置は、あらゆる材料の化合物の状態や結晶情報を非破壊で容易に測定できるため、様々な素材の研究開発を行う上で幅広く利用されている。特に無機材料開発分野においては必須の装置であり、科学分析支援センターにも4台のXRD装置が設置され、目的に応じて使い分けられてきた。これら既存の装置のうち、2台の高出力XRD装置(平成6年度導入、マック・サイエンス社製、MXP18VA及びMXP18A)の更新として、平成24年度補正予算(設備整備費補助金)(平成25年度執行)により、超高速微小領域材料評価X線回折システムとして、平成25年度末に導入された装置が、ブルカー・エイエックス社製、D8 ADVANCE及びD8 DISCOVERである。ここでは、D8 ADVANCEについて紹介する。

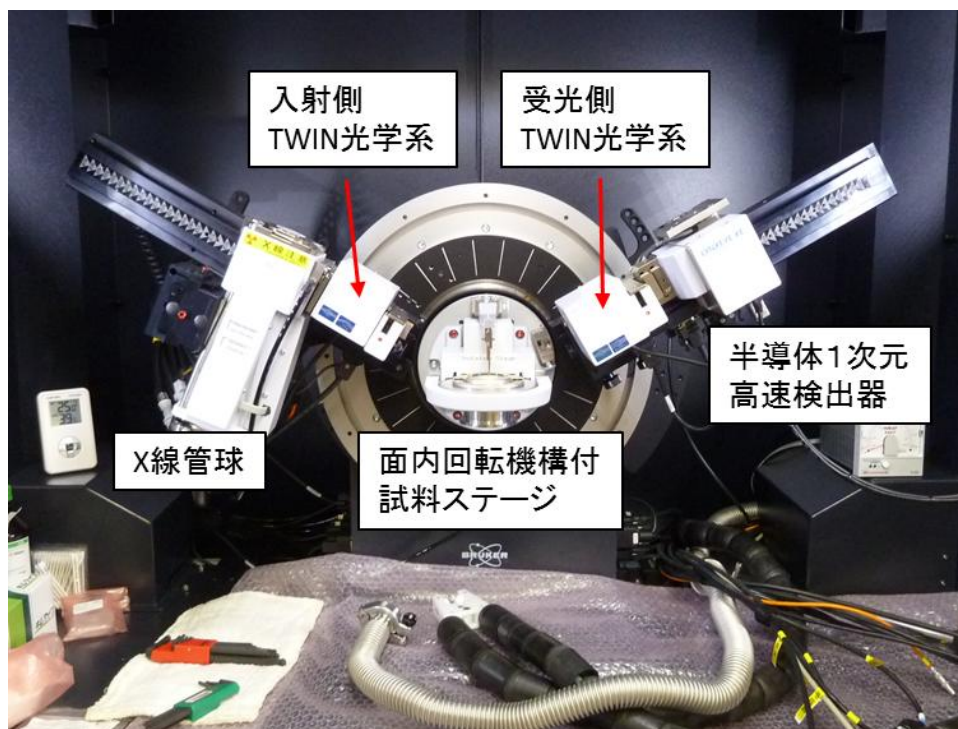


図1 試料水平ゴニオメータ

### 1. 装置の概要

#### (1) X線源

X線源にはCuの封入型セラミックス管球が採用されており、一般的なガラス管球に比べて出力の安定化と長寿命化が図られている。

#### (2) ゴニオメータ

ゴニオメータは試料水平型であり、ゴニオメータ半径は280 mmである。全測定領域における測定角度精度は $\pm 0.01^\circ (2\theta)$ 以下と高精度な測定が可能である。

#### (3) 試料ステージ

標準の試料ステージは面内回転機構を有しており、配向の影響を軽減するとともに、試料は測定時も

常に水平に保たれるため、充填性の悪い試料や流動性のある試料でも落下の心配をすることなく測定可能である。

#### (4) 光学系

光学系は、入射側は人工多層膜ミラーによる平行ビーム光学系と一般的な集中法光学系の自動切替式、受光側は平行ソーラースリット光学系と集中法光学系の自動切替式である。これらはそれぞれ二通りの光学系が選択可能なため、TWIN光学系と呼ばれている。測定時にはこれらの光学系に、手差し式の各種スリットやフィルター類を組み合わせるが、全ての切替やセッティング変更は、装置制御ソフトウェア(DIFFRAC.SUITE)に自動で認識(DAVINCI機能)され、特別な調整を行うことなくそのまま使用可能である。これにより、通常のBragg-Brentano光学系による粉末測定や平行ビーム光学系による視斜角入射薄膜測定などがワンタッチで切り替えて測定できる。

#### (5) 検出器

検出器は、シリコンストリップ型半導体1次元高速検出器(LYNXEYE XE)を採用している。チャンネル数は190チャンネル以上を有し、最大見込角度は $>3^\circ(2\theta)$ である。このため、一般的なシンチレーション検出器(0次元)と比較して、450倍もの高速測定が可能である。また、一般的に1次元高速検出器にはカウンタモノクロメータを組み合わせることが困難であるため、 $K\beta$ 線除去用フィルター(Cu線の場合はNi)の併用が必要であったり、Cu線に対して蛍光X線の発生が顕著なFe、Coを含有するサンプルの測定にはあまり適していないなどのデメリットも存在していた。しかし本装置のLYNXEYE XEは、エネルギー分解能が高い( $<680$  eV for Cu radiation at 298K)ため、セッティングの最適化による $K\beta$ 線除去モードや蛍光X線除去モードにより、 $K\beta$ 線除去用フィルターを必要としない高S/N比な測定が可能となっている。

## 2. 温度可変アタッチメント

標準試料ステージと交換することにより、温度を可変させ任意の温度かつ様々な雰囲気下でin-situ測定を可能とするユニットである。高温測定用と中低温測定用の2種類のチャンバーが用意されている。両チャンバーとも交換装着後には自動認識され、高さ以外の調整の必要がなく利用できる。

#### (1) 高温測定用チャンバー (Anton Paar社製 HTK 1200N)

測定可能温度は室温から1200°Cである。試料加熱は間接加熱方式であり、制御温度精度は $\pm 1.0^\circ\text{C}$ 以内である。

#### (2) 中低温測定用チャンバー (Anton Paar社製 TTK 450)

測定可能温度は $-190^\circ\text{C}$ から450°Cである。試料冷却は液体窒素流通方式、試料加熱はヒーター加熱方式であり、制御温度精度は $\pm 1.0^\circ\text{C}$ 以内である。

## 3. 本装置の利用

本装置の導入により、粉末試料や薄膜試料の測定の選択肢が大幅に広がることとなる。特に $-190^\circ\text{C}$ から1200°Cの広い温度範囲においてin-situ測定が可能であり、結晶相の転移による状態変化をリアルタイムで測定できるようになるため、新規機能性材料開発などに非常に有効な解析手段となる。より多くのユーザーに多方面で活用してもらえることを期待する。



図2 高温チャンバー

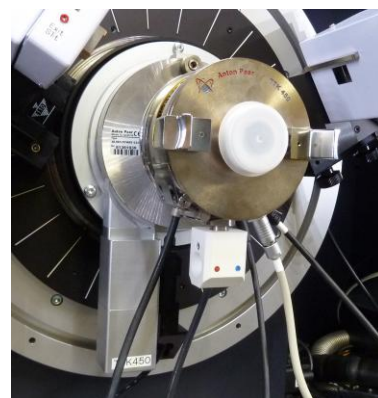


図3 中低温チャンバー