

汎用高速X線回折装置 (D8 ADVANCE ECO)

理工学研究科物質科学部門 柿崎 浩一

1. 概要

粉末 X 線回折法は高機能材料やそれらを応用したデバイスの研究・開発には必要不可欠な分析手法となっている。材料を合成し、あるいはデバイスを創成した際には、必ずと言って良いほど粉末 X 線回折法を用いた構造解析が行われ、その結晶構造、微細構造を明らかにすることで、次の改良ステップへと繋がることとなる。科学分析支援センターには様々な用途に応じた X 線回折装置が複数設置されているが、中でも汎用 X 線回折装置である Rigaku 社製の RINT-Ultima-III は、学部4年生以上の使用を認めていることもあり、卒業研究や学生実験なども含めて非常に広範囲に利用されており、需要の高い分析機器である。この粉末 X 線回折装置は理学部、工学部を問わずユーザーも多く、卒業研究や修士論文の追い込みとなる繁忙期(11月～2月)には1ユーザーあたりの使用時間が1日あたり1時間に制限されるなど、研究・教育に少なからぬ影響を及ぼしている。

そこで、RINT-Ultima-III のマシンタイムの緩和を1つの目的として、既存の汎用 X 線回折装置と同等以上の機能を持ち、より角度再現性に優れたゴニオメーター、高輝度な X 線源および検出効率の高い高感度高速検出器を組み合わせた汎用高速 X 線回折装置として本装置は導入された。この装置の導入によって、迅速かつ高精度な測定が可能となることで、通常粉末試料における定性的な構造解析であれば測定時間が10分の1程度と大幅に削減できるため、混雑緩和の実現が期待される。また、本装置は測定サンプルを選ばない汎用性を持つものとするので、様々な種類のサンプルに対して高精度な測定が可能となるため、高度な研究・開発のみならず、学生実験や卒業研究などの教育面でもその

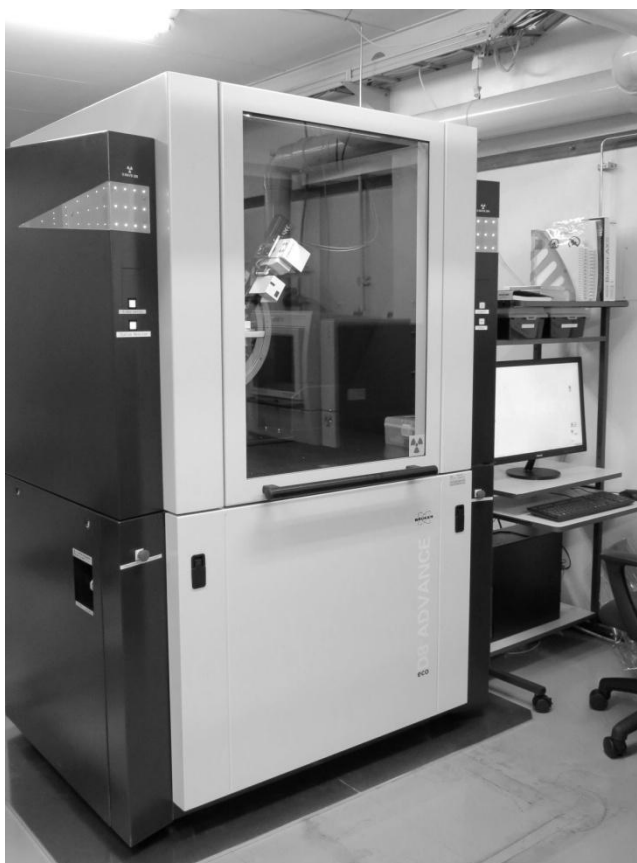


図1 Bruker 社製 D8 ADVANCE ECO の外観

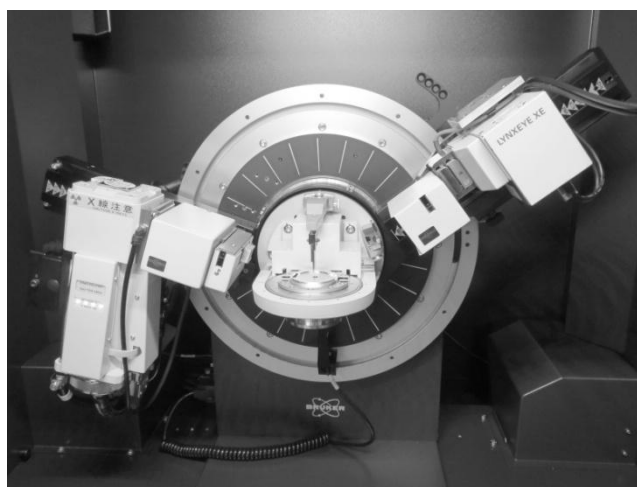


図2 ゴニオメーター

性能を発揮できるものと期待される。

2. 本装置の特徴

本装置は多くのユーザーが利用する汎用 X 線回折装置であることを考慮し、シンプルかつ使いやすい仕様となっている。また、機種名に"ECO"とあるように、省コスト、省スペース、省エネルギーを指向している。具体的には、輝度の高い省電力型(1 kW)の X 線源と高感度な 1 次元半導体検出器の組み合わせにより、十分な回折強度を確保しながら、消費電力量は同社従来機比で 66%削減されている。しかしながら、回折強度については、X 線出力が 1.6 kW の従来機に比べ、約 30%の低下に留めており、遜色ない測定が可能である。また、X 線源の出力を低く抑えることで、従来の X 線回折装置には必須であった大型の外部冷却水循環装置が不要となり、小型の冷却水循環装置を本体に内蔵できることから設置スペースを低減することが可能である。

本装置の主要構成要素の特徴は以下の通りである。

(1) X 線源

最大出力 1.5 kW の Cu 線源セラミックス封入管 X 線管球を採用しており、従来のガラス封入管 X 線管球に比べ安定性に優れ、長期間の使用が可能となっている。またフィラメントには良好なピークプロファイルが得られるファインフォーカスタイプが採用されている。

(2) ゴニオメーター

ゴニオメーター半径 250 mm の試料水平タイプである。最小ステップ角は 0.0001°であり、角度再現性も $\pm 0.0001^\circ$ が保証されている。また、電源投入直後から 2 θ 全測定範囲において $\pm 0.01^\circ$ の実測角度精度が保証されており、非常に高精度な測定が可能となっている。

(3) X 線光学系

入射光学系に自動可変スリットを備えた集中光学系である。また、低回折角領域での測定用として 50 μm 幅の手差しスリットおよび空気散乱線をカットするためのナイフエッジが付属している。

(4) 試料ステージ

試料ステージは面内回転機構を備え、試料充填時に生じる配向の影響を軽減できる。試料は常に水平に保持されるため、充填性に難のある粉末や流動性のある試料も問題無く測定可能である。試料ホルダーは Bruker 社製の X 線回折装置で共用できるため、D2 PHASER や D8 ADVANCE で使用しているものがそのまま利用可能である。

(5) 検出器

エネルギー分解能に優れた (FWHM: 0.68 keV 以下@25°C, Cu 線源) シリコンストップ型半導体 1 次元高速検出器 (LYNXEYE XE) を採用している。この高いエネルギー分解能により、ほとんどの測定において $K\beta$ フィルターは不要であるが、検出器のパラメーターを変更することで $K\beta$ 線をフィルタリングしたり、Cu 線源で Fe や Co などの遷移金属を含む試料を測定する際に問題となる蛍光 X 線を除去することが可能となっている。また、検出器のチャンネル数は 192ch、見込み角は 3.3°となり、これをスキップすることで高速かつ高感度の回折測定を可能としている。さらに、低回折角領域での測定時に万が一ダイレクトビームが検出器に入射したとしても破損しないことが保証されており、堅牢性も十分である。