

## 粉末 X 線回折装置の更新

科学分析支援センター 黒川 秀樹

当センターの分析機器の中では最古参の装置であり、これまで多くの学生・教員の教育・研究活動に貢献して参りました粉末X線回折装置(RAD-B)が、本年 3 月をもちまして退役いたしました。本装置は、最大出力 2.0 kW のX線発生器(封入管, 対陰極=Cu), 水平ゴニオメーター, カウンターモノクロメーターおよびシンチレーション検出器を備えたシステムであり、昭和 60 年に当センターに導入されて運用に供された後、平成 6 年には装置制御・データ処理用のコンピューターを更新することで、データ処理能力を大幅に向上させて延命を図って参りました。その後、大きな故障もなく毎年 1000 時間以上の可動実績を有し、本年 3 月まで元気に稼働しておりましたが、導入後 25 年を過ぎて経年劣化も激しく、近年は電源部の老朽化等により常用出力は 1.2 kW が上限でした。また、ここ数年は装置の心臓部であるゴニオメーター周りのトラブルが頻発するようになっており、さらに修理部品の入手が困難になるなど保守もままならなくなってきたことから、早期の更新が望まれておりました。幸いにも昨年度の学長裁量経費により更新できる運びとなり、リガク社製の後継機種 Rigaku Rint UltimaIII を導入することとなりました。

今回導入された Rint UltimaIII は、RAD-B とほぼ同じ構成の装置ですが、従来に比べて以下の点で、より最新のシステムに進化しています。

### 1) 試料水平縦型ゴニオメーター

X線発生器およびシンチレーション検出器が試料に対して同じ角度を保って動作することで、常に試料を水平に保って測定することが可能です。流動性の高い試料(試料板に固定しづらい試料)の測定に威力を発揮します。

### 2) コンピューター制御

RAD-B ではX線装置本体の立ち上げや停止は本体操作パネルから手動で操作していましたが、新装置では立ち上げから停止までのすべてを PC 上から行えます。また、光学系のスリット幅も所望の値を PC 上で設定することにより、自動制御が可能です。



### 3) 大口径ゴニオメーター

従来のゴニオメーターに比べて回転半径が大きくなり、角度精度が向上しています。

### 4) 最高出力

常時 2.0 kW(40 kV, 50 mA)で使用可能です。

### 5) 光学系全自動セッティング

光学系の全自動セッティングが可能になり、従来の装置に比べて容易にゴニオメーターの校正が可能です。

### 6) ICSD データベース

最新版のデータベース(旧 JCPDS カードの電子データ版)が付属しており、下記の JADE7 と併用する

ことで、測定データと既存化合物データを照合することが可能です。

#### 7) JADE7

多機能データ処理ソフトが付属しています。6)のデータベースと連動して動作可能であり、未加工のデータ(生データ)を使って直接、データベースの検索が可能です。

この他、本装置は多目的装置として設計されているため、アタッチメントを追加購入することで、容易にアップグレード可能であるという特徴も備えています。例えば以下のようなアタッチメントが装着可能です。



#### ・高速二次元X線検出器

シンチレーション検出器に比べて一桁以上高い信号強度が得られるため、高速スキャンが可能であり測定時間の大幅な短縮が可能になります。また、回折線を二次元で取得するため、試料の配向等を調べることが可能になります。

#### ・多層膜ミラーおよび長尺スリット

高輝度で単色化された強力な平行ビームを得ることができ、薄膜などの格子定数の精密測定や Rietveld 解析に有効です。

#### ・試料高温加熱装置

高温下での結晶構造の変化や格子定数の変化を測定することが可能になります。また雰囲気制御も可能です。

以上、新規に導入された Rint UltimaIII は、大部分が自動化されている装置ですので大変使いやすく、また精度の高いデータが得られます。粉末X線回折に興味をお持ちの方は、この機会に是非、利用をご検討下さい。なお、新たに装置の講習を希望される教職員の方は、下記メールアドレスまたはセンター事務室までご連絡下さい。日程を調整の上、私の方で講習いたします。講習はおよそ 3 時間(1 回当たり 3 名まで)です。

連絡先:kuro@apc.saitama-u.ac.jp

最後に、Rint UltimaIII の導入に当たって、装置の調整、操作マニュアルの作製および臨時の講習会開催など、お忙しい中でお手伝いいただいた理工学研究科の柿崎先生、総合研究機構の徳永技師には、この場を借りて御礼申し上げます。