

《forum in FORUM》

## Ultima III 用中低温システムについて

科学分析支援センター 安武 幹雄

科学分析支援センターにある Ultima III で中低温の測定が可能となりました。本学の X-Ray Diffraction(XRD)システムは、Rigaku 製-水平型 XRD システムで構成されています。これまでは専用マシンによる常温のみの測定でしたが、中低温アタッチメントの導入で、-180~360°C間の測定が可能です。図1に Ultima III のシステムの外観を示します。手前から、本体(取り付け後の中低温アタッチメント)、液体窒素流量計、温度コントローラー、循環水調節ユニット、システム制御-データ解析用 PC になります。本体に隠れて見えませんが、デューワー瓶(30L)に液体窒素を充填し温度制御を行います。また、温度の維持、サンプルの劣化を防ぐため、真空ポンプを用いて減圧下での測定を行います。

中低温ユニットの取り付け取り外し、設定には多少の時間を要するのが難点となりますが、一度取り付けてしまえば安定して装置を使うことができます。



図1 XRD システム

ここでは、中低温アタッチメントを取り付け後、システムの設定が終了したものと説明します。通常システムを起動すると図2に示すような画面になります。通常システムと変わらないように見えますが、温度を設定することが出来ます。温度コントローラーから目的温度の設定することも可能ですが、PC からの設定の方が簡単です。図2では既に通常システムが起動しており、雰囲気をクリックすると温度条件を設定(PTC30)することが出来ます。使用、昇降温速度、インターバル時間(測定開始までの保持時間)、測定開始温度の4つの条件を入れ測定を開始します。基本的には数点の温度条件を入力し測定を行います。到達温度の測定一点ごとに測定ファイルの回折データを作成します。回折ファイルは、ファイル名+到達温度として出力されます(図3)。図4に回折結果を示します。回折の解析は通常測定と同じです。

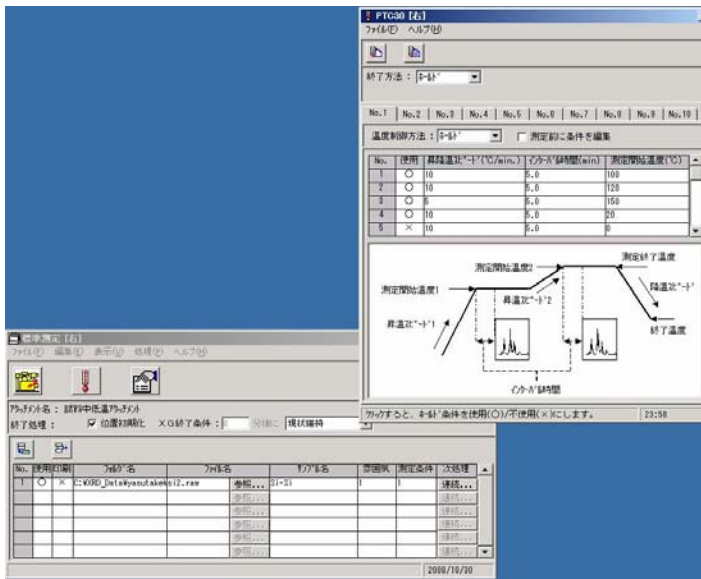


図2 温度条件の設定

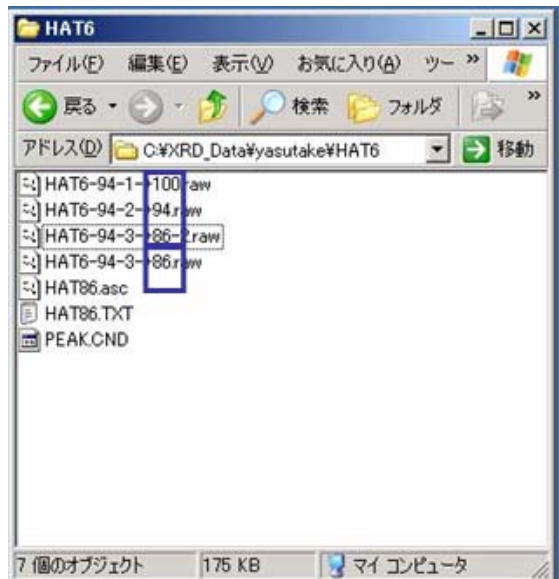


図3 各温度における XRD データ File

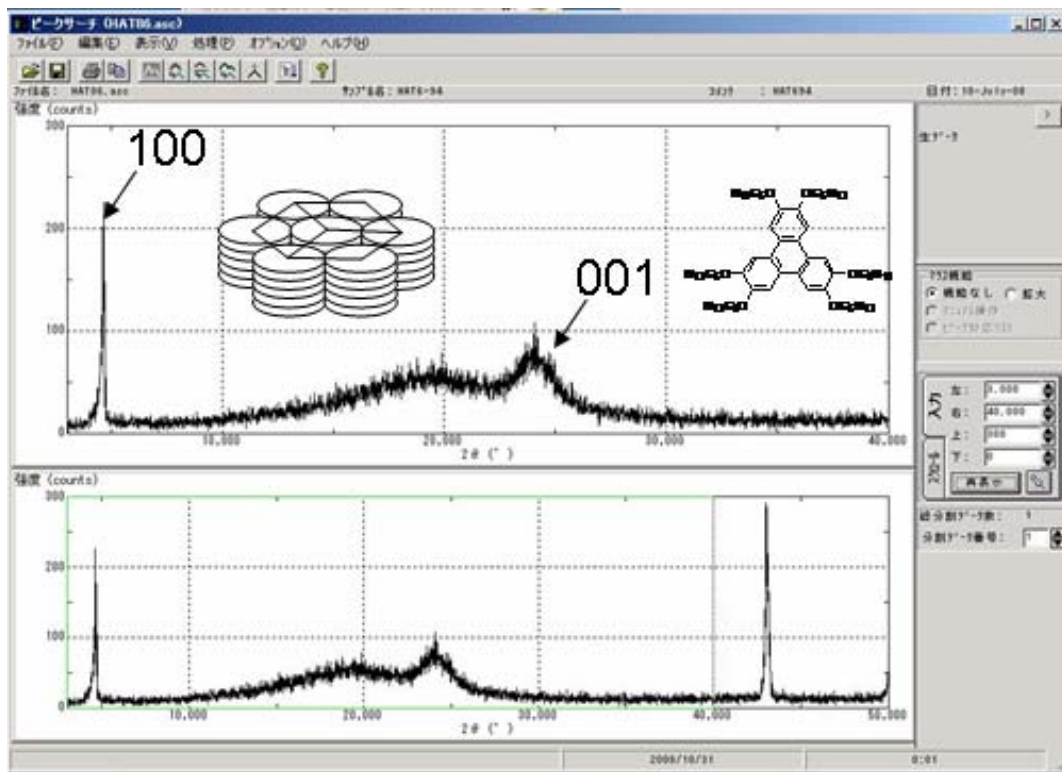


図4 中間相の解析

中低温アタッチメントが導入されたことによって、XRD+熱分析システムとして X 線回折を使うことが出来ます。基本的には、科学分析支援センターある熱分析装置で相転位を確認した後に、中低温アタッチメントを用い XRD を行うことをお勧めいたします。当システムを研究などに十分ご活用してください。