

新装置紹介

新装置紹介「多目的オペランドX線回折装置」

物質分子科学研究領域 小林 玄器

はじめに

2020年度に共同利用設備としてマルバーン・パナリティカル社製多目的オペランドX線回折 (XRD) 装置 Empyreanを導入しました。X線回折装置は汎用性の高い装置として広く普及していますが、近年、光学ミラーや検出器の進歩により、様々な組成や形状の物質を対象にした測定が可能になってきました。今回導入したX線回折装置は、一般的な大気雰囲気下における粉末XRDだけでなく、中低温 (-180°C ~ 500°C) 及び高温 (室温 ~ 1200°C) 域における温度可変測定から、全散乱測定、小角散乱測定、二次元小角・広角散乱測定、薄膜X線回折・反射率測定などを1台の装置で実現する多機能性を有しています。また、ユーザーによって入射光学系、ステージ、及び受光光学系を切り替えることができ、試料の特徴や目的に合わせて測定をアレンジできるのが特徴です。X線源も高エネルギー用のMo線源 (波長 $\lambda=0.7092 \text{ \AA}$) と汎用性の高いCu線源 ($\lambda=1.5405 \text{ \AA}$) を切り替えることが可能です。以下に、いくつかの代表的な光学系とアプリケーションをご紹介します。

入射光学系

入射光学系は、集中光学系反射法 (Cu管球用)、集中光学系透過法 (Cu、Mo管球用)、平行光学系 (Cu、Mo管球用) の5種類を選択でき、ポイントフォーカスとラインフォーカスの切替も可能です。集中光学系反射法の測定においては、多層膜ミラーを用いて白色線とCu β 線をカットした発散ビームを出すこ

とで、高いP/B (Peak to background ratio) 比を実現することが出来ます。集中光学系透過法では、入射光学系から出射されたX線を半導体検出器の素子に向けて集光するミラーを用いることで高分解能・高速での透過測定が可能になります。この入射光学系は、キャピラリー透過測定、小角散乱測定、微小角入射-2次元小角・広角測定の他、Mo管球を用いた全散乱測定に利用されます。また、高分解能測定の要求に応えるため、平行光学系では $K\alpha_1$ 線のみを単色化する多層膜ミラーとチャンネルカット素子が一体型になった光学系を用意しました (Cu、Moそれぞれの $K\alpha_1$ 線に対応)。この光学系は、高分解能を必要とする結晶構造解析、全散乱測定、薄膜の評価に用いられます。

試料ステージ

測定ステージは、多岐にわたるアプリケーションに対応出来るよう多様なステージを導入致しました。粉末反射/透過スピナーステージ、小角・高角散乱ステージ、3軸クレードルステージ、微小角入射小角・広角散乱 (GI-SAXS-WAXS) 測定ステージ、Anton Paar社製HTK1200N高温ステージ及びDCS500ドーム型中低温ステージを利用できます。各種試料フォルダーも揃えており、粉末試料や基板上に成膜した薄膜試料だけでなく、繊維、フィルム、液晶、液体などの測定にも対応できるようにしてあります。

受光光学系・検出器

受光側の検出器には、広い検出窓を

有するSi素子の半導体検出器 (Cu線源用) と、Mo、Ag線源などの短波長においても高い検出効率を達成できるCd-Te素子の高速半導体検出器を導入しました。前者は、0次元測定、短時間で高分解能の回折データを得る一次元測定に加え、高速逆格子マッピングや二次元 (2D) 測定に用います。後者は、Mo線源での粉末・薄膜測定だけでなく、ラボ機では困難であった全散乱測定から局所構造の情報を抽出する二体分布関数 (PDF) 解析にも対応できます。

測定アプリケーション例

以上の入射光学系、試料ステージ、及び高速半導体検出器を組み合わせることで、様々な測定が可能になりますが、ここではいくつか特徴的な測定アプリケーションをご紹介します。温度可変に伴う構造相転移、ガラス転移、液晶相転移などをオペランド計測するためのアプリケーションとしてAnton Paar社製HTK1200N高温ステージとDCS500ドーム型中低温ステージを導入しました。前者の高温ステージは、反射測定とキャピラリー透過測定のどちらにも対応でき、不活性ガス気流下での測定も可能です。さらに、キャピラリー透過測定の場合は大気非暴露環境下における室温から1200°Cでの全散乱測定 (Mo線源使用) に対応しており、ラボ機でありながら温度可変のPDF解析が可能です。この全散乱測定では、入射光学系に集光ミラー (高強度)、 $K\alpha_1$ 単色化光学系 (高分解能) を目的に合わせて選択することができる仕様になっています。後者のDCS500

ドーム型中低温ステージは真空またはN₂ガス気流下において、-180℃～500℃での粉末・薄膜試料の回折測定に対応します。このDCS500は主に薄膜試料を対象とした温度相転移の評価に最適で、2D検出器での配向性の評価も可能です。

次に、小角散乱では、数nm～100nm未満のナノ粒子の粒度分布、粒子形状シミュレーション、細孔のサイズ分布の評価が可能です。今回導入した小角散乱測定用のセットアップは、ビームパスが真空となっており、空気散乱の影響が無く低バックグラウンドの測定が可能で、散乱の弱い試料に対しても効果的です。1次元小角散乱測定では液体、粉末、バルク、繊維状の試料を対象とし、粘度の低い液体サンプルでは5℃～70℃の温度制御ユニットを用いて、特性変化をモニターすることが可能です。二次元小角・高角散乱測定は、高分子膜や繊維状の試料を対象とした長周期構造の評価に適しています。

おわりに

今回導入したオペランド多目的XRDは、弊所の共同利用促進に向けて、これまで主な対象であった有機・無機の結晶性試料から測定対象を拡大し、生体材料、高分子（フィルム、繊維を含む）、液晶、ゲル、単分子膜、エピタキシャル単結晶膜などの多様な形状の試

料に対応できる仕様に致しました。従来、放射光施設での測定が必須であった、有機物質の配向性評価やPDF解析などにも対応できるようになったことで、分子科学研究の新たな方向性の創出が期待されます。



図1 マルバーン・パナリティカル社製多目的オペランドX線回折 (XRD) 装置Empyrean。

施設だより

共同研究棟D棟改修工事について

技術推進部 内山 功一

2019年度に実施した附属施設棟3棟の改修工事において、その対象から外れていた共同研究棟D棟（旧化学試料棟）の改修工事を2020年度に実施いたしました。今回の工事も2019年度同様に、老朽化対策を軸に現場からの提案を取り入れる形で改修を行いました。今回改修を行ったD棟は、すでに改修が完了しているC棟と建物内配線や配管が繋がっており、機械設備

や電気設備などの共有設備がD棟側の機械室、電気室に設置されています。このため前回の改修工事では、C棟の配線、配管の更新のみに留まり、設備の更新については先送りになっておりました。本工事の実施にあたり、ようやく老朽化した設備を取り換えることが可能となりました。

当初の改修予定としては昨今のオープン化の流れを汲み、各フロアの廊下

を挟んだ両サイドをそれぞれオープンスペースとして整備し、これまでの4室を1エリアとして各階層2エリア、計4エリアを所内向けに追加研究スペースとして貸し出せるように計画していました。そこから紆余曲折の後、当初の予定から大きく変更され、最終的には社会連携研究部門に1棟まるごと貸出しをすることになりました。

D棟は、1階の全てと2階の3スバ