

設置機器紹介

超高温・微小領域X線回折装置

X線回折装置の原理は、照射されたX線が試料内部で散乱、干渉（Braggの条件： $2d\sin\theta = n\lambda$ 、図1）することによって回折するX線を検出します。X線の回折情報にもとづいて、試料の未知成分の同定、成分の定量、結晶子サイズあるいは結晶化度を知ることができます。

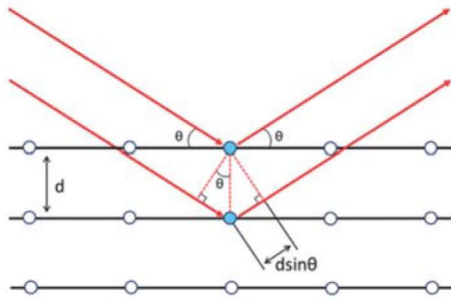


図1 X線回折装置による測定原理

当該X線回折装置は専用アタッチメントが用意されており、単結晶の三次元構造、残留応力や内在する歪み、異方性形状材料の測定が可能です。弊所では、耐火物の原料あるいは合成化合物をおもな測定対象として、試料要件はおもに粉体あるいは構造体（微小部）です。

専用アタッチメントのひとつに微小領域のX線回折があり、専用光学系に置き換え、照射X線を試料にスポットで当てることで構造体中に生じた局所的な化合物や、混入した異物などの同定が可能です。また、高温加熱ユニットを設置することで、加熱状態の物質のX線回折をIn situ測定ができます。

表1 機器名称および主な仕様

	株式会社リガク製 UltimaIV
主な仕様	<p>X線源：Cu Kα ビーム：集中、平行、微小 検出器：一次元検出器、 シンチレーションカウンター ゴニオメーター：水平型 アタッチメント：標準試料台 微小部測定台（スポット径：$\phi 0.4\mu\text{m}$） 超高温試料台（$\sim 2300^\circ\text{C}$：真空下） 回転10試料台 キャピラリー試料台 繊維試料台 解析ソフト：PDXL（ICDD-PDF搭載）</p>

当所設置の超高温・微小領域X線回折装置の主な仕様および外観を表1および図2にそれぞれ示します。



図2 超高温・微小領域X線回折装置

測定の例として、図3に弊所で合成しているAl-Zr-C系化合物の一例を示します。スキャンスピード $5^\circ/\text{min}$ で一次元検出器を用いました。

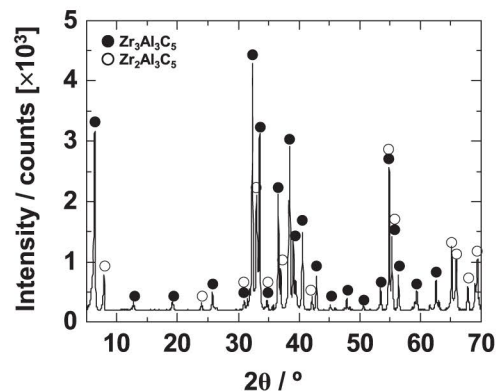


図3 Al-Zr-C系化合物のX線回折パターン

多種のアタッチメントを設置でき、一次元検出器を搭載することで、基礎研究としての高精度測定から、応用研究としても測定時間が1試料数分で多種多量の測定ができます。

<出典および参考>

- Wikipedia（X線回折）
- 一般社団法人日本分析機器工業会Web

（主任研究員 西川 智洋）