

9 kW–60 kV 対応型 全自動多目的X線回折装置 SmartLab



1. はじめに

一般的なX線回折測定ではX線源にCuを用いることが多いですが、試料の組成や形状、測定の目的によってはCu以外のX線源に変更します。弊社の全自動多目的X線回折装置SmartLabは、試料や測定目的に応じてCu以外にCo, Cr, Mo, Ag等のX線源に変更することが可能です。今回紹介する9 kW–60 kV 対応型SmartLabは回転対陰極型X線源であるPhotonMaxを採用した高輝度タイプX線回折装置の進化形です。

2. 特長

一般的に、特性X線はターゲット物質の励起電圧に対して3倍程度の電圧を印加したときに効率よく強度が得られます。MoのK線の励起電圧は20 kV、AgのK線の励起電圧は25.5 kVのため、電圧を最大60 kVまで印加することができる9 kW–60 kV 対応型SmartLabでは、従来の最大印加電圧45 kVのSmartLabに比べて特性X線を効率良く得ることができます。本装置であれば、Mo線源で60 kV–150 mA、Ag線源で60 kV–100 mAの印加が可能です。これにより、従来の回転対陰極式のMo、Ag線源に対して1.5～2倍、封入管式に対して3～5倍の特性X線強度を得ることができます。

MoやAgはCuと比較して波長が短く、エネルギーが高いX線源として知られています。透過力に優れて

いる点を利用して厚みのある試料や無機材料の透過測定に用いられます。Mo, Agともに、入射光学素子に楕円面多層膜ミラー（CBO-E）⁽¹⁾を、検出器に高エネルギーX線に対応した半導体検出器D/teX Ultra250-HEを組み合わせて、高強度かつ高分解能の透過測定が可能です。測定例として、ラミネートセル型電池の充放電中における正極材や負極材の結晶構造やステージ構造の評価に関する記事がリガクジャーナル50巻2号のテクニカルノートに記載されていますのでご参照ください⁽²⁾。

また、Moは放物面多層膜ミラー（CBO）と選択スリットまたは2結晶モノクロメーターとU-SAXSアナライザー結晶を組み合わせ、Mo波長を用いたSAXS光学系やU-SAXS光学系での測定が可能です。Cuでは透過できない厚みや材質、あるいは溶媒を使用した試料の粒径・空孔径、長周期構造の解析ができます。

波長が短いということは、同一測定角度領域内で広いQ範囲（ $Q=4\pi\sin\theta/\lambda$ ）が得られることを意味します。そのため、MoやAgを用いることで非晶質性物質の評価法として知られる二体分布関数（PDF）解析や動径分布関数（RDF）解析に十分な測定データを得ることができます。9 kW–60 kV 対応型SmartLabであればMo, Ag線源を用いて $2\theta=155^\circ$ までの透過法測定が

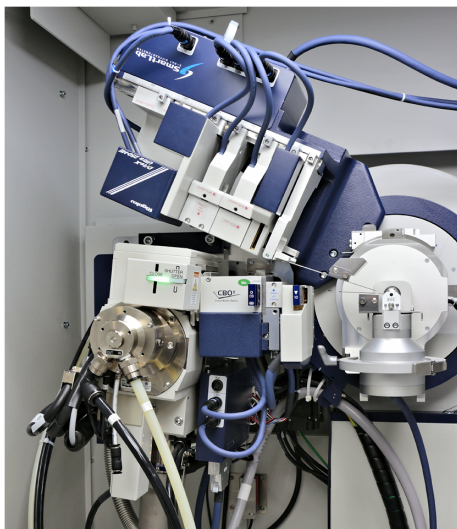


図1. キャピラリアタッチメントを用いた透過配置 ($2\theta=155^\circ$).

可能です。キャピラリ回転アタッチメントと散乱プロテクターを併用することで、より広いQ範囲で低バックグラウンド測定が可能です。9 kW-60 kV 対応型 SmartLab で得られた測定データを用いて行ったPDF解析に関する記事がリガクジャーナル50巻1号のテクニカルノートに記載されていますのでご参照ください⁽³⁾。

3. おわりに

9 kW-60 kV 対応型 SmartLab は回転対陰極型 X 線源に対して高電圧の印加が可能のため、波長の短い Mo や Ag 線源から高強度の特性 X 線が得られるようになりました。各種ミラーと高エネルギー対応型の検出器を組み合わせることで、従来の Cu 線源では困難であった試料形状や材質に依存しない反射法・透過法の高強度迅速測定が可能です。

参考文献

- (1) 刑部 剛：リガクジャーナル，**47** (2016)，No. 2，7-11.
- (2) 白又勇士，紺谷貴之：リガクジャーナル，**50** (2019)，No. 2，1-9.
- (3) 白又勇士，吉元政嗣：リガクジャーナル，**50** (2019)，No. 1，1-8.