

# 粉末回折パターンの比較による新旧 X 線回折装置の評価

○福岡 隆彦、西岡 彩美、松本 直通

香川大学 技術室 工学系部門

## 1. はじめに

香川大学創造工学部では XRD-6100 (SHIMAZU) と MiniFlex600 (Rigaku) の 2 台の X 線回折装置を共用設備として運用している。この 2 台の使用頻度を比較すると、XRD-6100 と比べて昨年度新規に導入した MiniFlex600 の使用頻度が少ないことがわかった。この理由の 1 つとして、使用者が新旧 X 線回折装置の測定特性の違いを把握できておらず、使い慣れている方を使用しているのではないかと考えた。そこで、今年度より分析機器担当になった筆者が技術習得を兼ねて各機器での測定を行った上で粉末回折パターンを比較し、新旧 X 線回折装置を評価することとした。

## 2. Si 標準試料を用いた粉末回折パターンの比較

Si 粉末を用いて XRD-6100 と MiniFlex600 で測定した粉末回折パターンの比較を行った。測定条件は、速度  $5^{\circ}/\text{min}$  および  $1^{\circ}/\text{min}$ 、ステップ  $0.01^{\circ}$  とした。その結果、大きな違いとしては MiniFlex600 の X 線強度が XRD-6100 に対して約 140 倍高かった。これは、後述の搭載検出器の検出効率の違いによるものであると考えられる。次に、粉末回折パターンを正規化して比較した結果、ピーク幅とノイズの量にはほとんど差がないことがわかった。また、ピーク位置に  $0.05^{\circ}$  程度のズレはあったが、物質同定は問題なく行えた。

## 3. 検出器の違いによる測定特性

MiniFlex600 の半導体検出器は、XRD-6100 のシンチレーションカウンタの約 100 倍の検出効率がある。単位時間当たりの強度が高いため、XRD-6100 では困難であった高速測定を行うことができる。そこで、MiniFlex600 の測定速度を  $5$ 、 $10$ 、 $50$ 、 $100^{\circ}/\text{min}$  と変化させて Si 粉末の測定を行った。その結果、図 1 に示す通り測定速度を速めると粉末回折パターンは不安定になるが、XRD-6100 よりも高速で測定が行えた。一方、XRD-6100 のシンチレーションカウンタはモノクロメータを搭載しており、Cu の X 線管球で鉄を測定する際の蛍光 X 線をほぼ除去できるという利点がある。これを確認するために、Fe 粉末による測定を行った。その結果、図 2 に示す通り XRD-6100 の方が P/B (Peak/Background) 比が高いことがわかった。

以上の結果から、大半の試料では、MiniFlex600 を使用した方が測定時間が短く強度も高いため、分析には有利であると考えられる。しかし、鉄などの試料の測定や過去の研究データと比較する場合は XRD-6100 を用いて測定を行う必要がある。

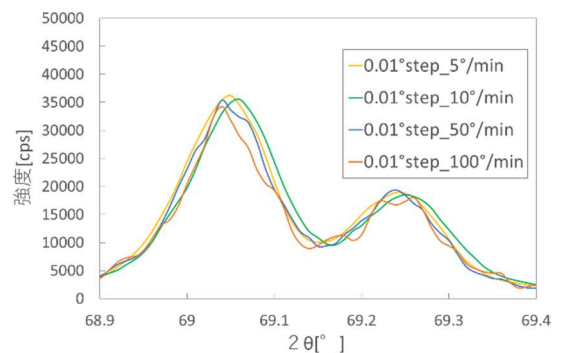


図 1. MiniFlex600 速度変化による回折パターンの違い

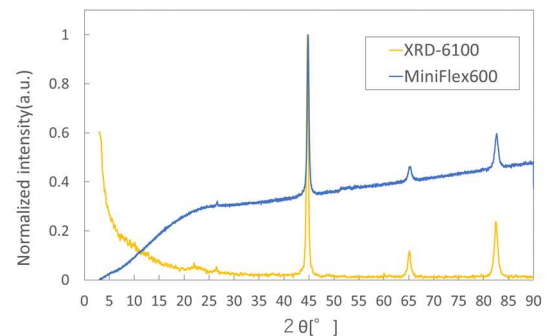


図 2. Fe の粉末回折パターン