

## 機器分析支援体制の充実に向けた XRD の計測技術習得

○黒土 優太, 今野 茉理奈

埼玉大学 研究機構 総合技術支援センター

### 1.はじめに

埼玉大学における科学分析支援センターの装置管理は、教員、専任技術職員と総合技術支援センターの科学分析機器管理支援プロジェクトのメンバーによって運用されている。装置ごとに複数名の担当者が付き、装置のメンテナンス、講習、依頼分析に対応している。

複数人での管理体制の維持のためには、後進の育成が喫緊の課題である。新しく装置の担当となった場合、担当者から通常の装置講習を受け、その後は定期的なメンテナンス作業や依頼分析、自主的な測定練習を行いながら、知識を習得し、業務に対応している。担当する装置は、専門分野やそれまでの経験によって決められることも多いが、運用上の理由で未経験の装置の担当になることも少なくない。また、習熟に時間を要する特殊で高機能な装置ほど、稼働が少ない場合が多く、通常の依頼分析や講習の頻度では十分に経験を積める機会が少ない。そのため、分析機器に対する体系的な技術を継承するために、定期的な講習会の開催や自主練習に用いる教材を整備することが必要であると考えた。

今回は、総合技術支援センターのグループ研修制度を利用し、装置運用の体制強化の一環として、新たに装置の担当となった職員を対象に粉末 X 線回折装置(XRD)の定期的な講習会を実施した。長く装置を管理している担当者(徳永誠 主任技師)を講師とし、座学や実際の測定を通して装置原理、測定・メンテナンス方法など、今後の装置講習、依頼分析等の業務対応に必要な知識と技術の習得を目的とした。また、講習の内容について記録、使用した試料を保管しておくことで、今後の測定練習や将来の担当者の講習として使用できるように整備を行った。

### 2.研修内容

科学分析支援センターでは以下の 5 台の XRD を保有しており、それらを対象に研修を行った。

- ① [ECO] D8 ADVANCE ECO, Bruker AXS
- ② [PHASER] D2 PHASER, Bruker AXS
- ③ [Ultima III] Ultima III, Rigaku
- ④ [ADVANCE] D8 ADVANCE, Bruker AXS
- ⑤ [DISCOVER] D8 DISCOVER, Bruker AXS

①から③はセンターでも稼働率の高い汎用的な粉末 XRD であり、④は分析中に温度可変が可能な多機能粉末 XRD、⑤は薄膜測定や指定箇所の微小領域測定などが可能な高輝度二次元 XRD である。

表 1 に実施日と研修内容をまとめた。研修は月に 1、2 回の計 15 回行った。最初に基本的な粉末 XRD について原理や装置についての座学を行った。次に①～③を用いて数種の粉末固体試料の通常測定と、ロックアップ測定、配向性試料の測定、ナイフエッジの高さ調節などの特殊測定を行った。最後に④や⑤について、管理者で対応が必要な試料台等のアタッチメントの取り付けなどのメンテナンスについて扱い、実際の測定を行った。

表1. 研修内容

実施日	装置名	研修内容
2024/ 4/23		装置概要説明
5/15	[ECO]	Si, LaB <sub>6</sub> 測定
5/31	[ECO], [PHASER]	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 未知試料(SiO <sub>2</sub> )測定
6/19	[Ultima III]	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , TiO <sub>2</sub> 測定, ロッキングカーブ測定(Si)
7/3		DIFFRAC.EVA の使い方(解析ソフト)
7/17	[ECO]	配向性試料測定(NaCl, Si(粗粒))
7/31	[ECO]	ナイフエッジ高さ影響評価(アセチルサリチル酸)
9/18	[ADVANCE]	温度可変アタッチメント付け替え
10/2	[ADVANCE]	中温測定(TiO <sub>2</sub> )25℃~300℃
10/16	[ADVANCE]	低温測定(TiO <sub>2</sub> )-50℃~25℃
10/31	[ADVANCE]	高温測定時の z 軸オフセット測定(アルミナ試料板)
11/13	[ADVANCE]	高温測定(ジルコニア ZrO <sub>2</sub> )
12/4	[DISCOVER]	アルミナ標準試料測定①
2025/ 1/8	[DISCOVER]	アルミナ標準試料測定②, 薄膜測定
2/4	[DISCOVER]	薄膜測定(FTO(SnO <sub>2</sub> ), FTO/Ag)

次に研修例として[ADVANCE]を用いたジルコニアの高温測定の内容について簡単に紹介する。

#### 研修例 [ADVANCE]でのジルコニア(ZrO<sub>2</sub>)の高温測定

[ADVANCE]は標準試料ステージを中低温アタッチメント(TTK450, -193℃~+450℃)や高温アタッチメント(HTK1200, ~1200℃)に付け替えることで、冷却、加熱状態での測定が可能な装置である。研修では温度可変アタッチメントの交換方法を習得した後に、測定練習として低温、中温、高温のそれぞれの条件で測定を行った。ここでは高温測定の研修内容について紹介する。

高温測定では、使用するアルミナ試料台の加熱時の熱膨張を考慮して測定を行う必要がある。まずはアルミナ試料台を用いた際の z 軸(試料面高さ)のオフセット値を測定した。

その後の得られたオフセット値を利用し、ジルコニア粉末(ZrO<sub>2</sub>)の高温測定を行った。ジルコニアは温度変化により結晶が可逆的に相転移する性質をもつ、低温では単斜晶、加熱により正方晶へ変化する。今回は測定温度を 25℃、100~1200℃ (100℃刻み)と変えて測定した。図1に 1000℃、1100℃、1200℃の結果を示した。1200℃にて異なる回折線を示し、単斜晶から正方晶への相転移が確認された。

(Coupled TwoTheta/Theta)

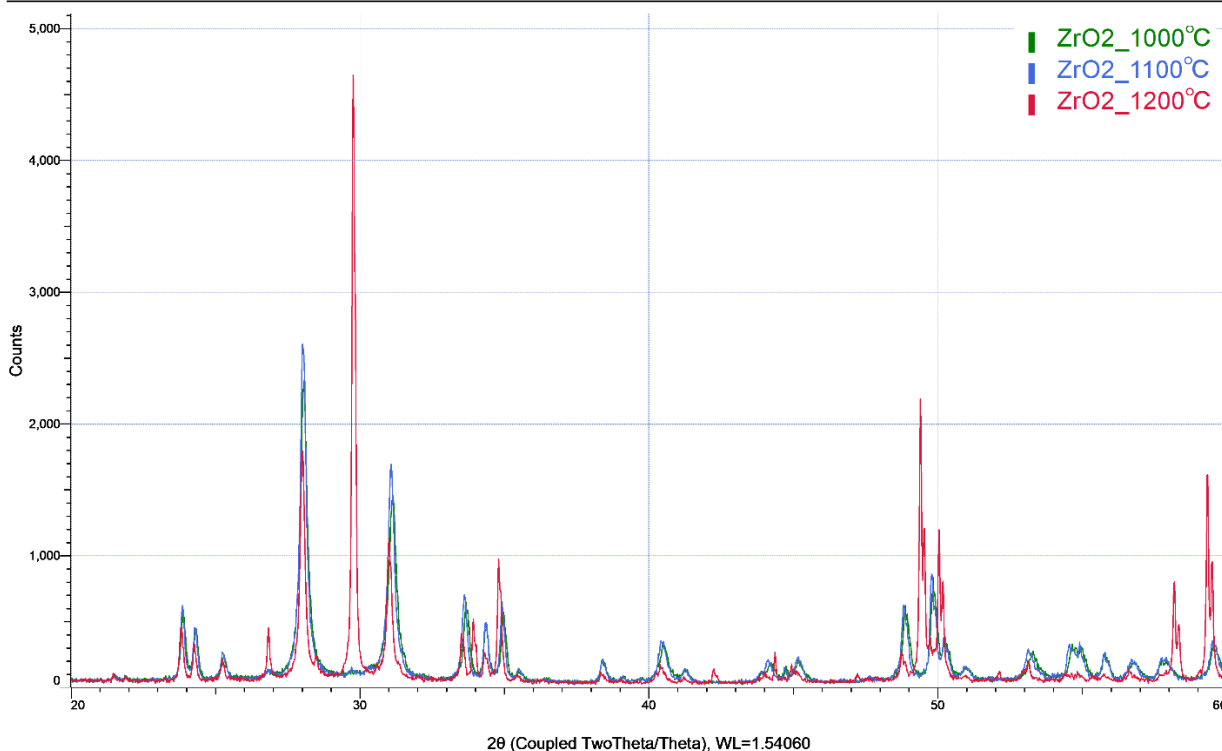


図1. ジルコニアの高温測定(1000、1100、1200°C)

### 3. まとめ

総合技術支援センターのグループ研修制度を活用して、XRDの定期的な講習会を行った。5台のXRDの基本操作、メンテナンスに加え、温度可変測定や二次元薄膜測定などの機能について研修を行った。技術として身につけるには今後の研鑽が必要であるが、装置原理や操作などを体系的に学べたことで、これからの業務に自信をもって対応できるようになった。今回の講習内容は使用したサンプルとともにまとめているため、今後の測定練習や新たな担当者への講習で利用可能であり、持続的な技術の継承への活用が期待ができる。また定期的な講習会を通して、XRD担当者の連携が高まり、チームとして業務が行える下地ができたことも収穫の一つである。今後は依頼分析、利用者への講習会に対応しながら自己研鑽を続けるとともに、習得した技術を活かせるように情報発信を行い、装置の利用拡大に貢献していきたい。