

BL15 の X 線回折における試料温度制御システム

隅谷和嗣、岡島敏浩

九州シンクロトロン光研究センター

最近の結晶性評価・構造解析では、単に静的な結晶構造だけでなく、材料生成プロセス、デバイス動作、化学反応などに伴う試料の結晶状態の変化を動的に観察することに対する要求が高まっている。特に温度は最も基礎的なパラメータであり、試料の結晶状態に大きな影響を与える。このため、結晶構造の温度依存性を調べることは、材料の基礎的物性からデバイス等の高性能化に至るまで、広く材料分野に有益な情報を与える。

こうした背景から、九州シンクロトロン光研究センターの硬 X 線ビームライン BL15 では X 線回折装置と試料加熱・冷却装置を組み合わせた測定システムを整備し、その利用を進めている。X 線回折装置は株式会社リガク製の SmartLab である。

BL15 では薄膜試料および粉末試料のそれぞれで温度可変な装置を整備している。薄膜試料については、多軸回折計の試料部に Anton Paar 社製のヒーターを取り付けることで高温測定が行え、室温から 900℃での温度制御が可能である。一方粉末試料については、デバイシェーカメラを測定システムに採用し、ガラスキャピラリーに加熱・冷却ガスを吹き付ける吹き付け型試料加熱・冷却装置により、試料温度を-180℃から 300℃まで制御することが可能である。

本発表では、これらの加熱・冷却測定システムの概要と性能、およびデモ実験による評価について報告する。

BL15のX線回折における試料温度制御システム

隅谷和嗣、岡島敏浩

九州シンクロトロン光研究センター

Introduction

最近の結晶性評価・構造解析では、単に静的な結晶構造だけでなく、材料生成プロセス、デバイス動作、化学反応などに伴う試料の結晶状態の変化を動的に観察することに対する要求が高まっている。特に温度は最も基礎的なパラメータであり、試料の結晶状態に大きな影響を与える。このため、結晶構造の温度依存性を調べることは、材料の基礎的物性からデバイス等の高性能化に至るまで、広く材料分野に有益な情報を与える。

こうした背景から、九州シンクロトロン光研究センターの硬X線ビームラインBL15ではX線回折装置と試料加熱・冷却装置を組み合わせた測定システムを整備し、その利用を進めている。

薄膜・粉末回折装置 SmartLab.

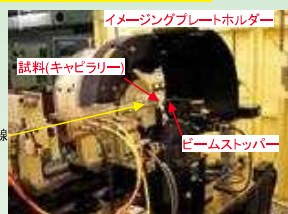


薄膜X線回折

試料ステージ、受光光学系などがアタッチメント化され、組み合わせによって様々な回折実験に対応可能

- θ - 2θ 測定
- In-plane測定
- 逆格子マッピング
- 極点図測定

など



粉末X線回折(デバイセラーカメラ)

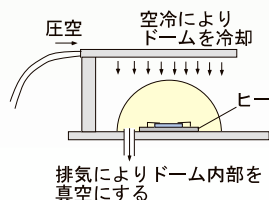
試料をキャピラリーに封入し、回転しながら回折パターンを2次元検出器(イメージングプレート)で測定する。

試料が微量で済み、選択配向の影響を受けにくい。

薄膜回折用試料加熱装置

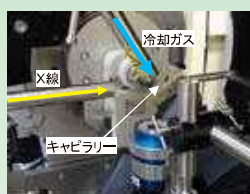


DHS 900 (Anton Paar社製)



- 温度範囲: 室温 ~ 900 °C
- ヒーター材質: インコネル
- ドーム材質: PEEK
- 試料サイズ: 最大25mm角
最小5mm角程度
- ドーム内部を真空にして化学反応等を防ぐ
- 圧空の吹付により外部を冷却し、装置の発熱を防ぐ
- PEEKの吸収は小さく等方的ため、自由な角度からの入射、出射が可能
- 様々な測定配置が可能

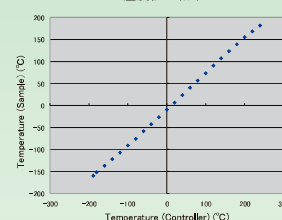
粉末X線回折用吹付試料低温装置



試料周辺

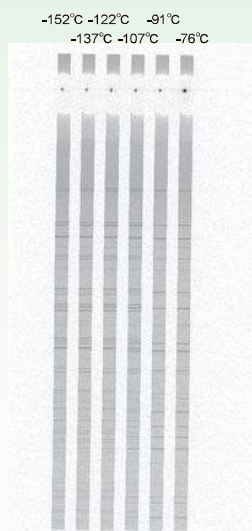
- 吹付試料低温装置の概要
- 冷却方式: 低温窒素ガス吹付 (Pressure Swing Adsorption (PSA) 方式) による窒素ガス発生
- 改良ソルベサイクル極低温冷凍機
- 使用温度範囲: -180 ~ 300 °C
- 温度制御: 低温ガスをヒーターで昇温

温度校正結果

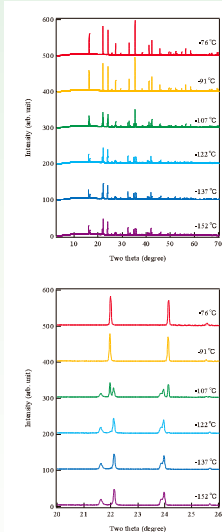


V₂O₅結晶構造の温度依存性測定

酸化バナジウム(III) (V₂O₅): 150 K (-123°C)で金属-絶縁体、常磁性-反強磁性およびコルンダム-単斜晶という3重の相転移を示すことで知られる材料。近年では、薄膜化、ナノ粒子化などによる機能性材料研究が進められている。



回折パターンの変化



回折プロファイル(下図は20~26°の範囲を拡大したもの)

まとめ

- 九州シンクロトロン光研究センターのビームラインBL15では、薄膜・粉末X線回折装置SmartLabと組み合わせた温度制御システムを導入している。
- 薄膜試料については、ヒーター加熱により室温から900°Cまでの高温測定が可能である。
- 粉末X線回折では、試料吹付低温装置の導入により、結晶構造の温度依存性の測定が可能になった。温度制御範囲は-180 °C ~ 300 °Cである。