

多軸回折計の立ち上げ状況

隅谷 和嗣

九州シンクロトロン光研究センター

九州シンクロトロン光研究センターでは、主に BL15 を用いて薄膜、粉末試料の X 線回折実験が行われている。BL15 には株式会社リガク製の回折計 SmartLab が設置され、自動化されたソフトウェアにより容易に様々な実験が行えるようになっている。一方で、より高エネルギーの X 線を用いた回折実験に対する要望がある。高エネルギーの X 線を利用することで、密な物質や重元素からなる物質などの透過型の回折実験が可能になること、広い逆格子空間へのアクセスが可能になり観測可能な回折点が増えること、などのメリットがあるからである。BL07 は超電導ウィグラーからの高エネルギー X 線を利用するビームラインであり、BL15 では難しい 20~35 keV の X 線が利用可能であるため、このビームラインでの回折実験の整備が期待されている。

こうした背景から、BL07 に多軸回折計を整備した。回折計は Huber 社製で、2+2 タイプと呼ばれる構成の装置である。試料に μ 、 ω 、 χ 、 ϕ の 4 軸、検出器に δ 、 γ の 2 軸が割り振られており、入射角や出射角などの測定条件を制御しつつ様々な回折点の測定が可能である。これにより、微小角入射 X 線回折(GIXD)、CTR 散乱法などの高度な回折実験が可能になる。

本発表では導入された多軸回折計の概要とデモ実験の結果について報告する。

多軸回折計の立ち上げ状況

隅谷 和嗣

九州シンクロtron光研究センター

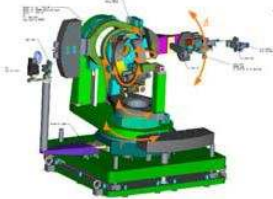
Introduction

九州シンクロtron光研究センターでは、BL15においてリガク製多軸回折装置SmartLabを用いた粉末・薄膜のX線回折実験が行われている。一方で、高エネルギーX線を利用することで、観測可能な回折点が増えること、透過型のX線回折実験が可能になる、などのメリットがある。このことから、BL07の高エネルギーX線を用いた回折実験の実現が求められている。

こうした背景から、BL07では大型の多軸回折計の整備・立ち上げを進めている。この装置は、薄膜試料に対し、入射角や出射角などの測定条件を高い自由度で制御しつつ様々な回折点の測定が可能である。これにより、微小角入射X線回折(GIXD)、CTR散乱法などの高度な回折実験が可能になる。

多軸回折計について

ドイツHuber社製多軸回折計



レイアウト: 2+2タイプ
基本軸: 試料4軸(ω 、 χ 、 ϕ 、 μ)
検出器2軸(δ 、 ν)
精度: ω : 0.001° 以下
 χ : 0.001° 以下
 ϕ : 0.001° 以下
 μ : 0.001° 以下
 δ : 0.001° 以下
 ν : 0.001° 以下

制御ソフトウェア: SPEC
(UB計算による回折点測定可能)

測定法
微小角入射X線回折(GIXD)
逆格子マッピング
極点図
応力測定 等々

試料部



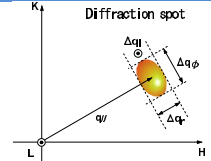
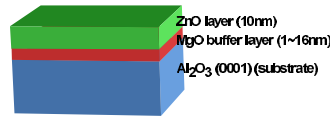
- X、 ϕ 、 ω の3軸の組み合わせにより、自由な向きに試料を移動可能
→ 広い逆格子空間へのアクセス
- 試料周りに広いスペース
→ 装置追加の自由度が高い

検出器部

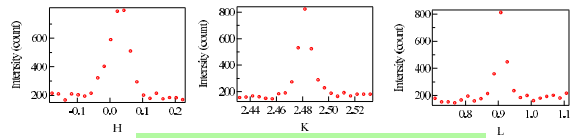


- 検出器・・・シンチレーションカウンタ、YAP(高計数率)、PILATUS
- アナライザ結晶、ソーラースリットの使用可能

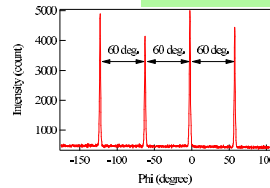
ZnO/MgO/Al₂O₃エピ薄膜のX線回折による評価



MgO回折ピークの形状測定



ZnO回折ピークの面内配向測定

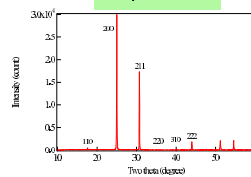


60° おきに回折ピークが見れる
(6回対称性)
→ 基板に対しエピタキシャル成長

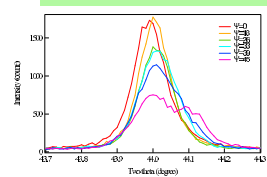
鉄板の応力測定

X線エネルギー: 20 keV
測定法: 側傾法

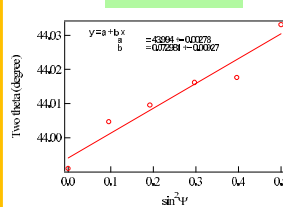
2 θ / ω 測定



220反射の ψ 依存性



2 θ -sin² ψ 図



$$\sigma = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot \theta_0 \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \frac{\Delta(2\theta)}{\Delta(\sin^2 \psi)}$$

ν : ポアソン比 = 0.29
 E : ヤング率 = 211 GPa
 θ_0 : Bragg角 = 21.657°

→ $\sigma = 262$ MPa と求められる。

また、 σ の符号(2 θ -sin² ψ 線図の傾き)から、圧縮応力が働いていることが分かる。

