



XRDの常識を変える！アタッチメントで広がる新しい測定の世界

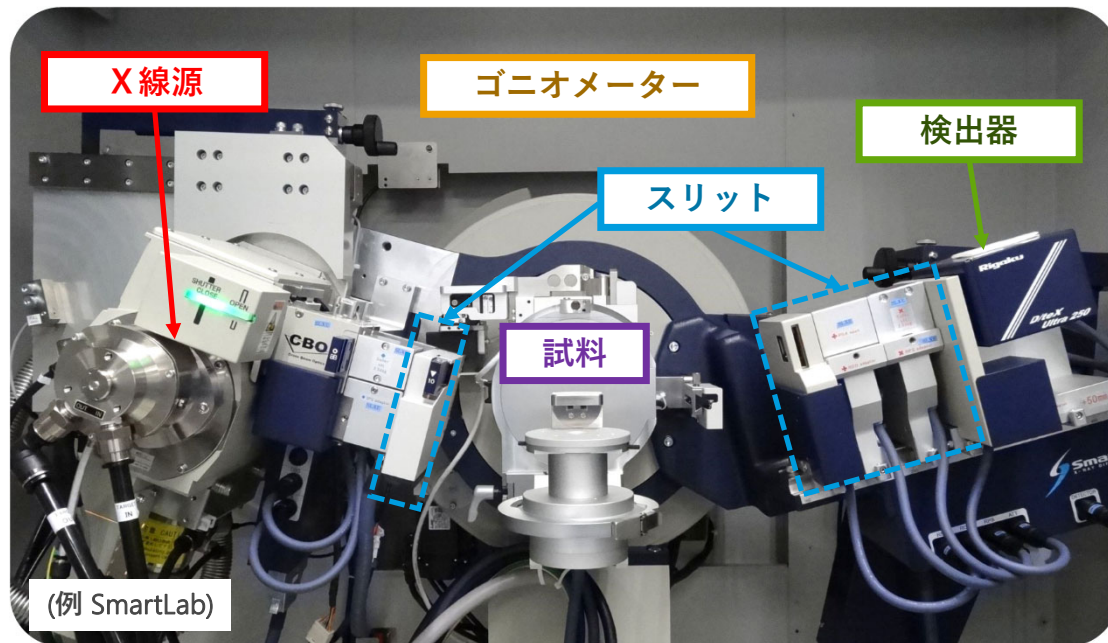
リガク独自のアタッチメントを使用して一步先の測定解析と一緒に踏み出しませんか？

2025年9月4日

株式会社リガク アプリケーションラボ

徳舩 奈々

X線回折装置とは？



よく使用されている分析手法

- 粉末・バルク
定性分析、定量分析
- 薄膜
膜厚評価、配向評価

目的に応じて様々な光学素子、アタッチメントが存在する

XRDの可能性を広げよう

粉末・バルク



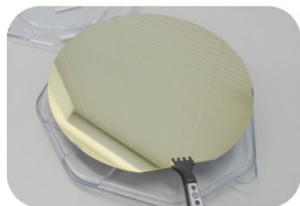
嫌気性・吸湿性試料の測定

特殊なガスでの昇温中の測定

多検体試料の効率的な測定・解析

構造の乱れの解析

薄膜



試料表面に直交する格子面の観測

配向状態を効率的に評価

大口径の試料の測定

リガクの全自動多目的X線回折装置「Vp duwOde」なら解決できます

XRDで最も多く測定されている試料形態：粉末

粉末・バルク



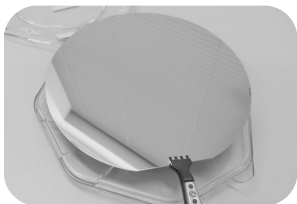
嫌気性・吸湿性試料の測定

特殊なガスでの昇温中の測定

多検体試料の効率的な測定・解析

構造の乱れの解析

薄膜



試料表面に直交する格子面の観測

配向状態を効率的に評価

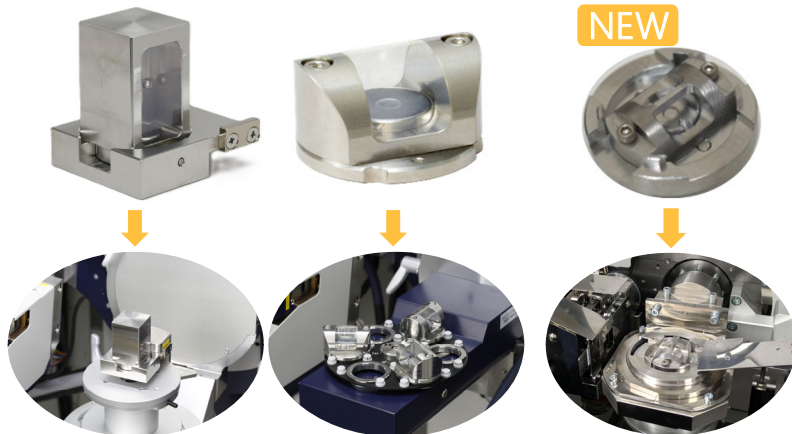
大口径の試料の測定

嫌気性・吸湿性試料でも測定可能な気密試料ホルダー

SmartLab, MiniFlex用

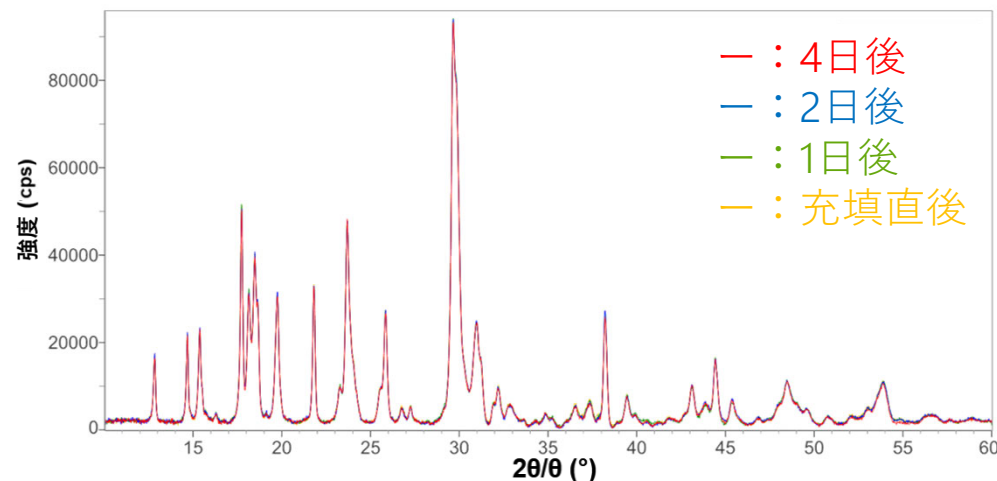
MiniFlex XpC用

NEW



- 各装置で使用可能
- 気密性が高く、数日後でも結晶構造変化なし
- 低角度領域で気密カバーによるX線の遮蔽なし

試料ご提供:大阪公立大学 林研究室



吸湿性試料：硫化物系固体電解質「 $\text{Li}_7\text{P}_3\text{S}_{11}$ 」の測定結果

→ 4日後でもプロファイルの変化なし

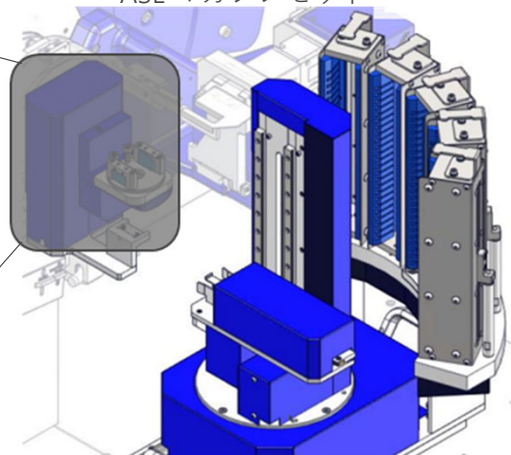
嫌気性・吸湿性試料でも気密状態で測定可能

最大120試料を反射/透過で完全自動測定 「ASL」

NEW ASL 回転試料台



ASL マガジンセット



- ロボットアームによる試料自動搬送
- 反射法測定と垂直透過法測定に対応
- 低角度領域もX線が遮られることなく
 2θ : 0° から測定可能

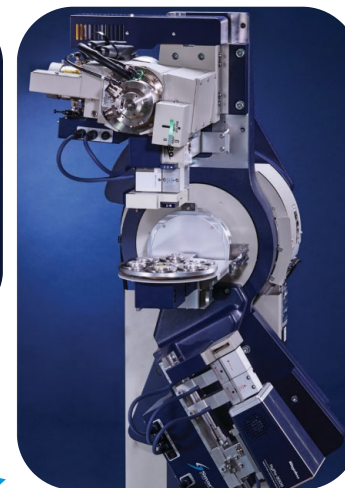
自動反射透過切換え CBO-Auto



反射配置



自動切替



垂直透過配置

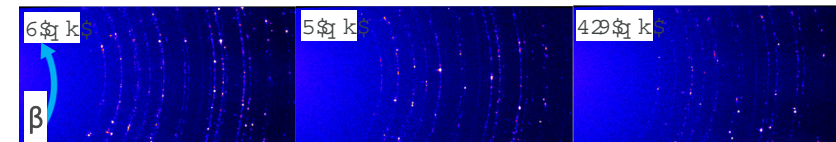
ロボットアームによる自動搬送で最大120試料を自動で測定可能

ウェルプレートでの測定に「96ウェル反射/透過アタッチメント」

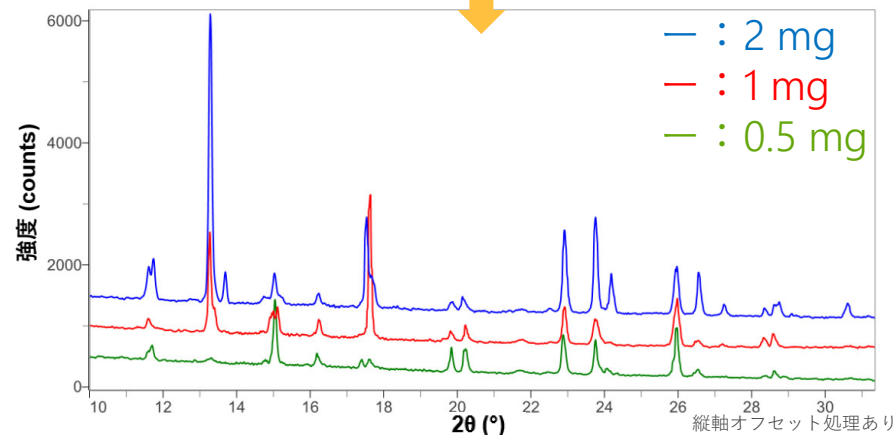


意匠1777415号 意匠1777438号

- ウェルプレートやメッシュシート上の試料を測定可能
- 反射法測定と垂直透過法測定に対応
- 低角度領域もX線が遮られることなく測定可能



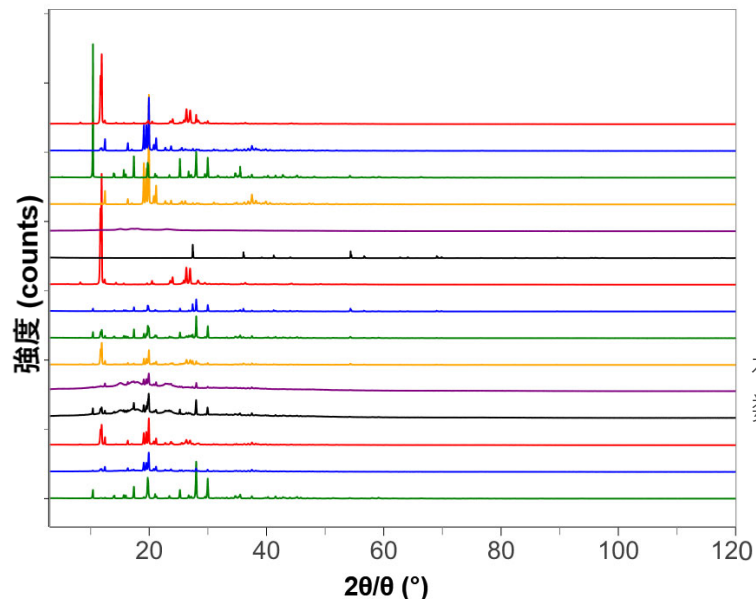
プロファイル変換



アセトアミノフェンのプロファイル測定結果

わずか0.5 mgの微量でも10秒で測定可能

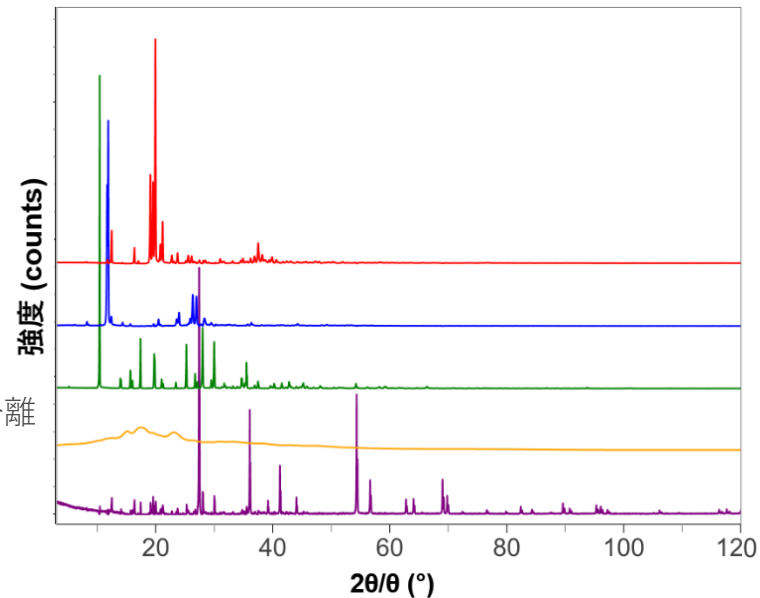
AIを駆使した多データの結晶相同定



測定した混合物の複数プロフィール



複数プロフィールから
数学的处理によってパターン分離

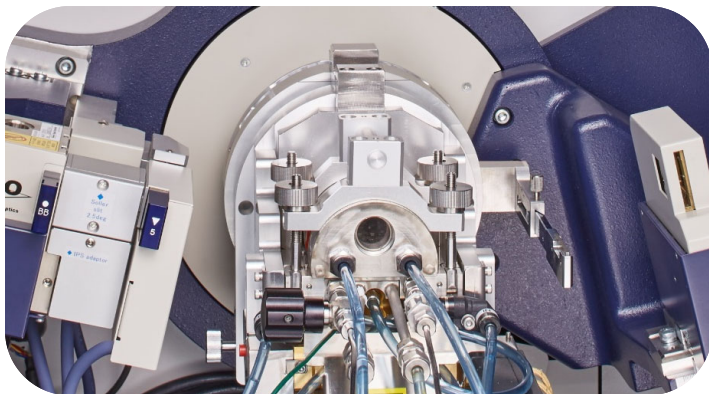


検索の手間を省ける、未知物質のパターン抽出も可能

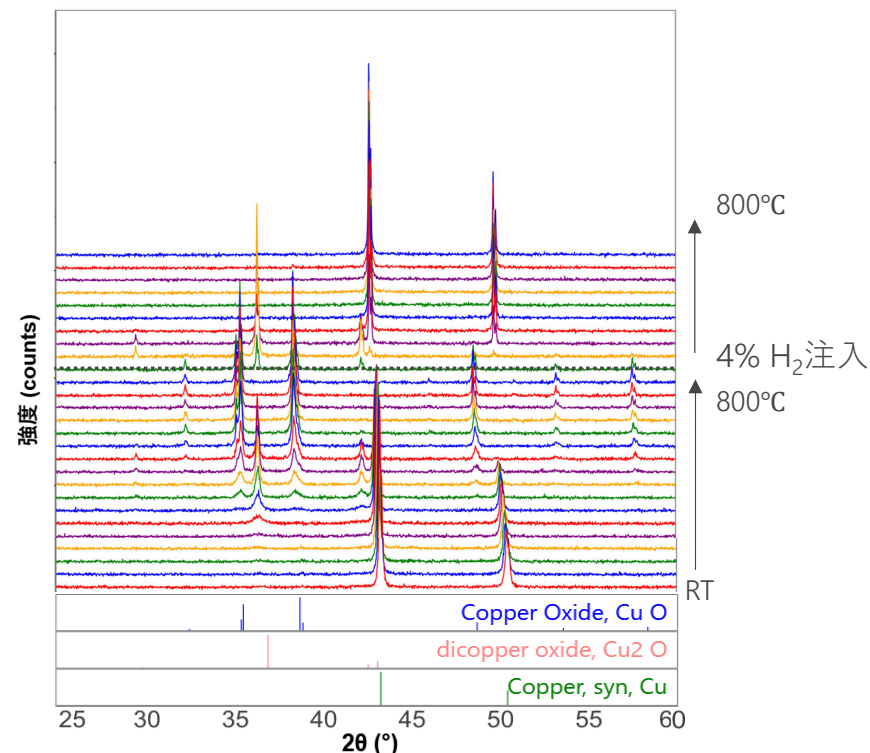
自動で測定した複数のデータをAIを使用して
パターン分離することで容易に結晶相同定が可能

耐腐食型高温アタッチメント「Reactor X」

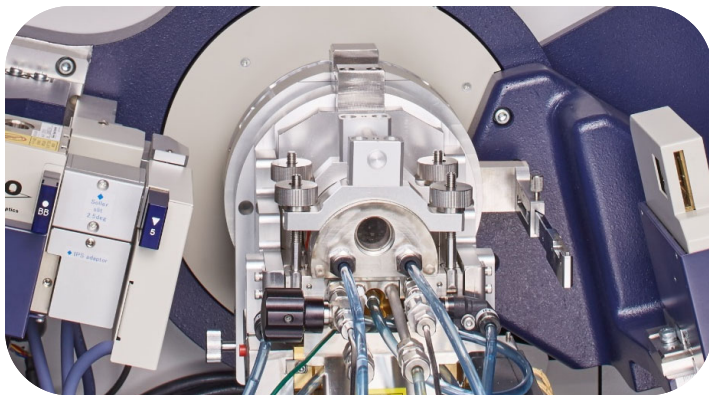
Cu粉末の酸化還元過程の観察



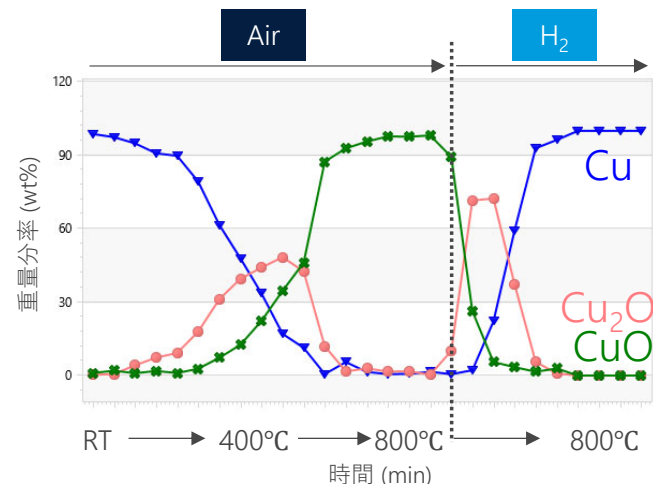
- 赤外線加熱で室温から1000℃まで昇温が可能
- 最大300℃/minの急速昇温が可能
- チャンバー着脱によりグローブボックス内での試料充填が可能



耐腐食型高温アタッチメント「Reactor X」



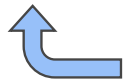
- 赤外線加熱で室温から1000℃まで昇温が可能
- 最大300℃/minの急速昇温が可能
- チャンバー着脱によりグローブボックス内での試料充填が可能



PDF解析を用いた局所構造解析

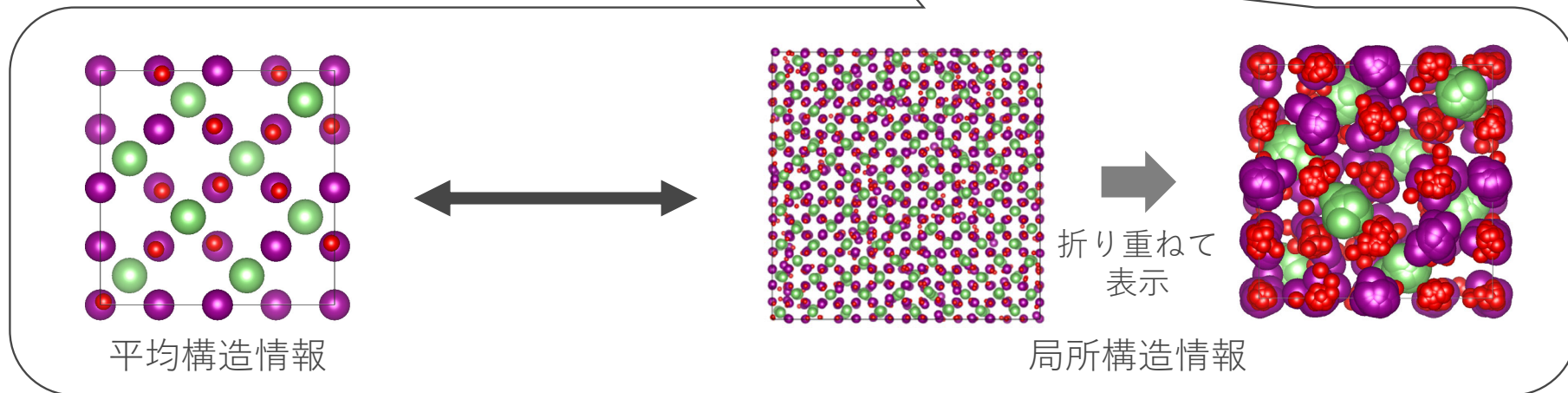
TXSプラグインの主な機能

- ①PDF計算 ②RMC法による構造モデリング ③得られた構造モデルからの特徴量抽出



Pair Distribution Function (2体分布関数)

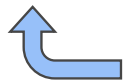
⇒ 試料の結晶状態によらず、局所構造を解析することが可能



PDF解析を用いた局所構造解析

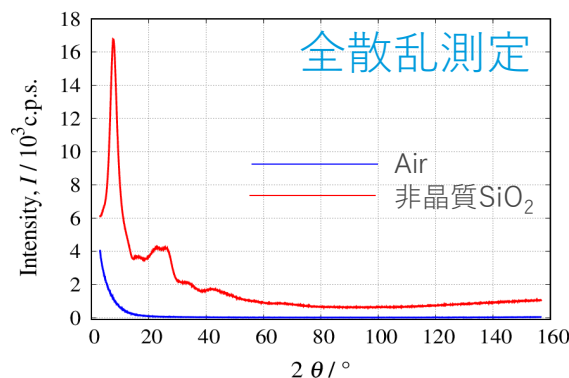
TXSプラグインの主な機能

- ①PDF計算 ②RMC法による構造モデリング ③得られた構造モデルからの特徴量抽出

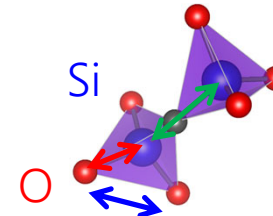
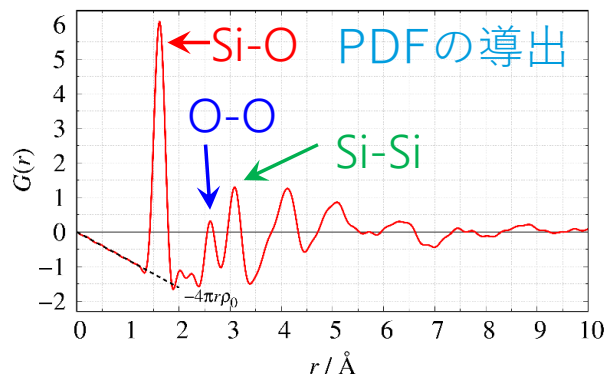


Pair Distribution Function (2体分布関数)

⇒ 試料の結晶状態によらず、局所構造を解析することが可能



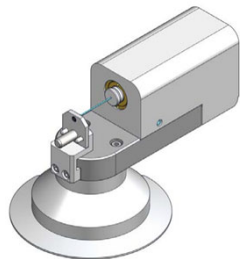
構造因子S(Q)
を算出後に
逆フーリエ変換



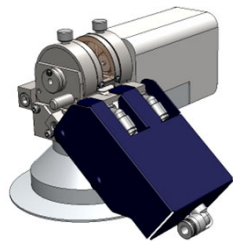
ピーク位置: 原子間相関の距離情報
ピーク高さ: 秩序の状態
ピーク幅: 結合距離分布

非晶質の短距離構造解析や結晶質の局所構造の乱れ解析などへの応用

キャピラリ透過測定によるPDF解析



キャピラリ回転
アタッチメント



キャピラリ温調
アタッチメント

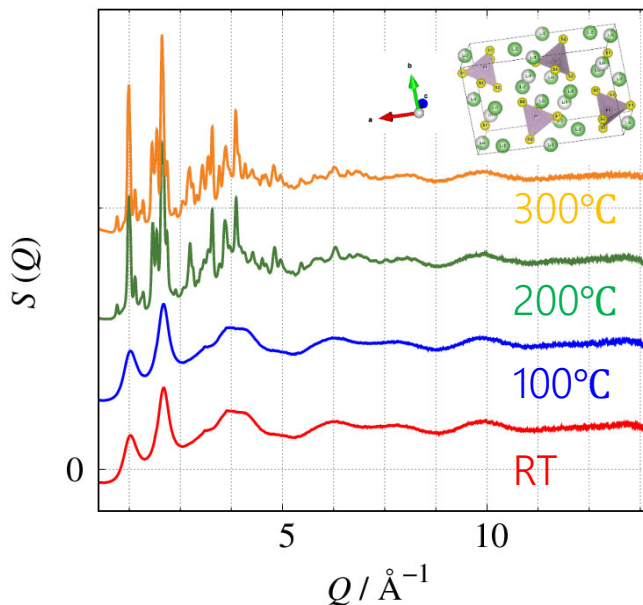
NEW



キャピラリチェンジャー
アタッチメント

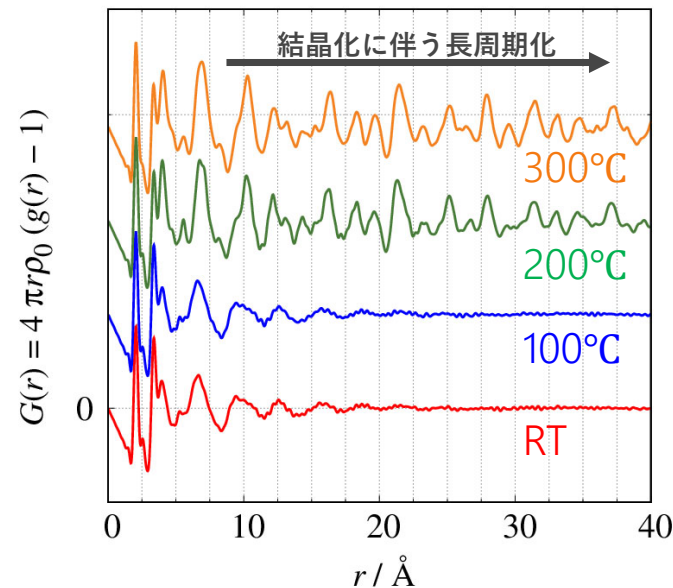


特許出願中



硫化物固体電解質 Li_3PS_4 の熱処理による結晶化過程

試料ご提供:大阪公立大学 林研究室



In-situ測定や多検体測定にも対応できるアタッチメントを用意

技術発展が顕著な薄膜材料の評価

粉末・バルク



嫌気性・吸湿性試料の測定

特殊なガスでの昇温中の測定

多検体試料の効率的な測定・解析

構造の乱れの解析

薄膜



試料表面に直交する格子面の観測

配向状態を効率的に評価

大口径の試料の測定

技術発展が顕著な薄膜材料の評価

粉末・バルク



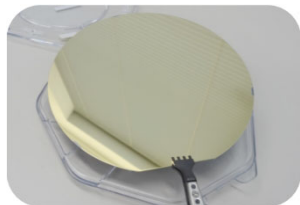
嫌気性・吸湿性試料の測定

特殊なガスでの昇温中の測定

多検体試料の効率的な測定・解析

構造の乱れの解析

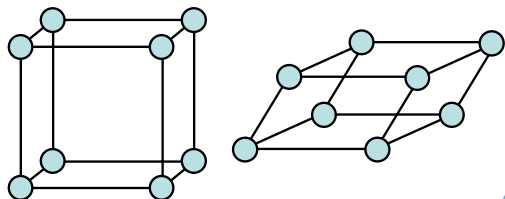
薄膜



基板の上に成膜された、膜厚 数 nm~数 μm オーダーの膜
多層構造をしていることも

X線回折装置の薄膜測定は何ができるのか？

結晶構造



層構造



どんな物質？

結晶構造は
粉末と同じ？

結晶性は？

配向性は？

結晶格子の
歪は？

深さ方向に
変化はある？

膜厚は？

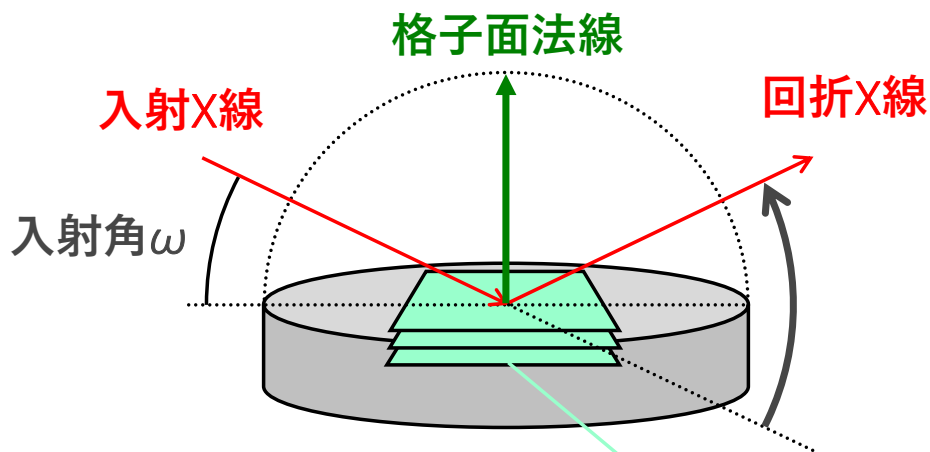
表面・界面の
ラフネスは？

界面層は
ある？

アタッチメントを使用した応用的な測定をご紹介します

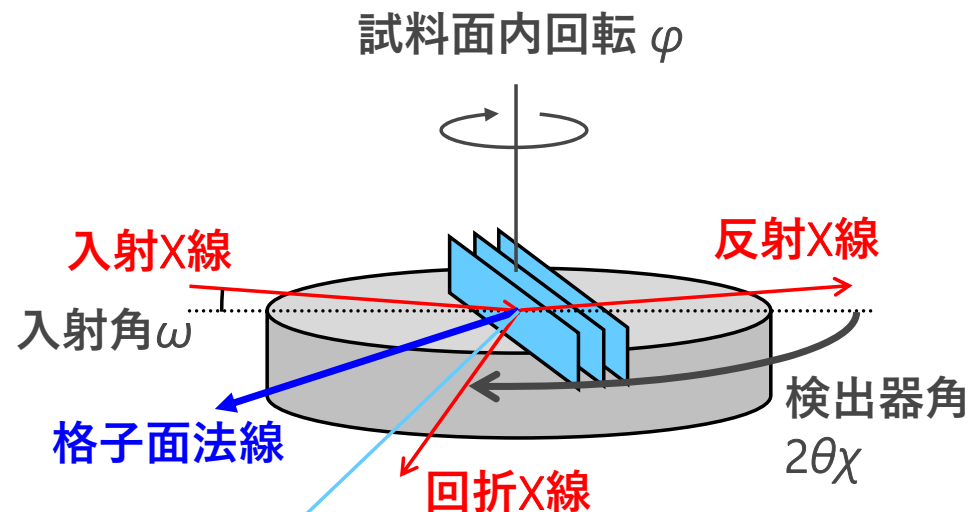
薄膜試料に用いられる X 線回折測定法

アウトオブプレーン測定 ($2\theta/\theta$ スキャン)



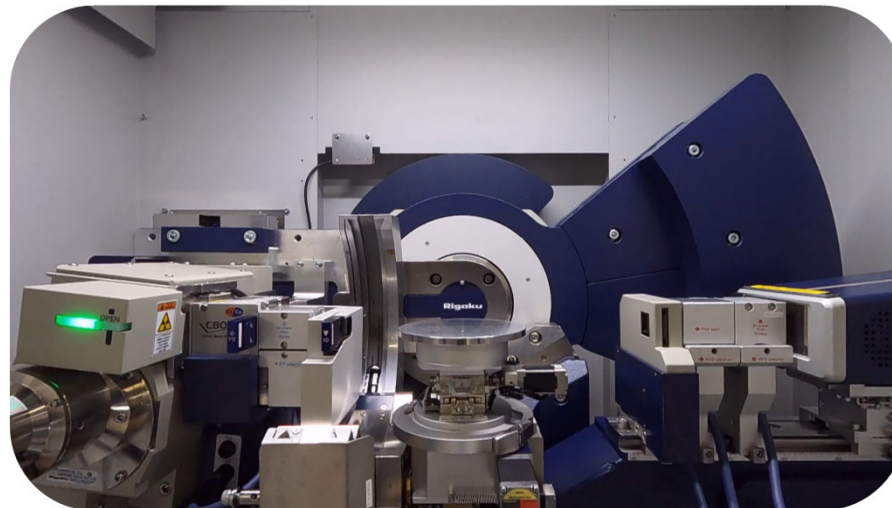
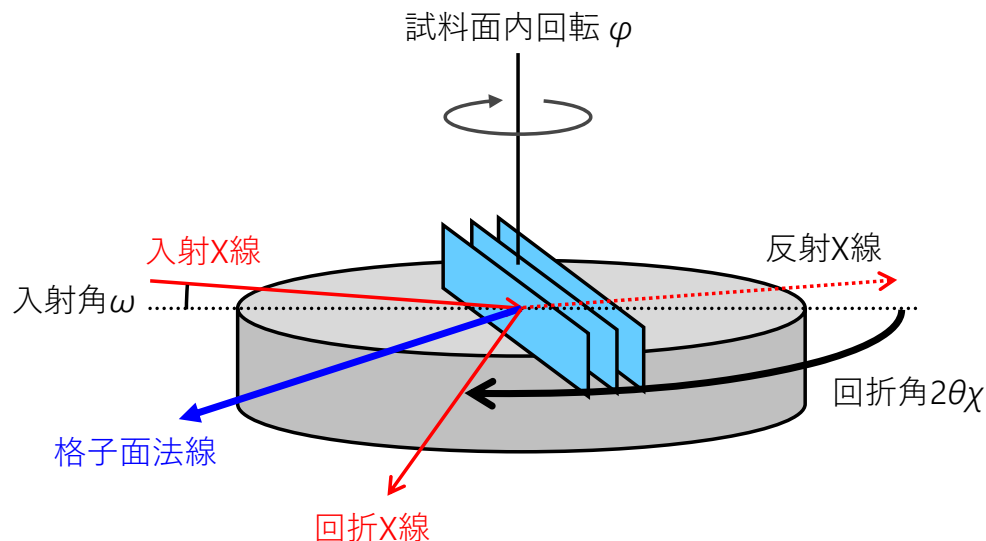
X線回折を起こす
結晶格子面

インプレーン測定



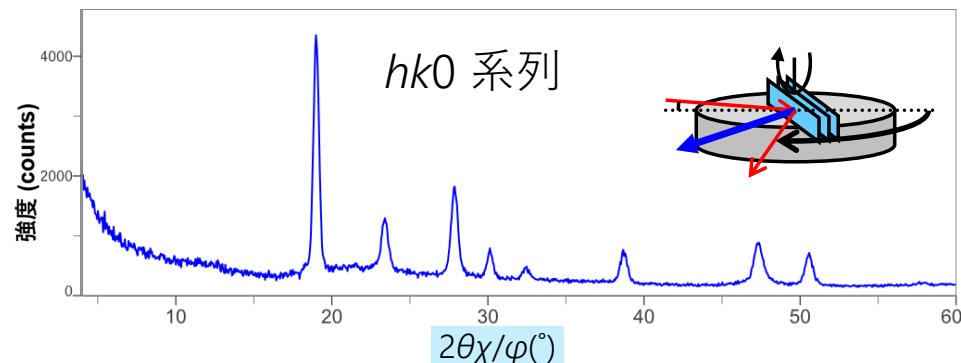
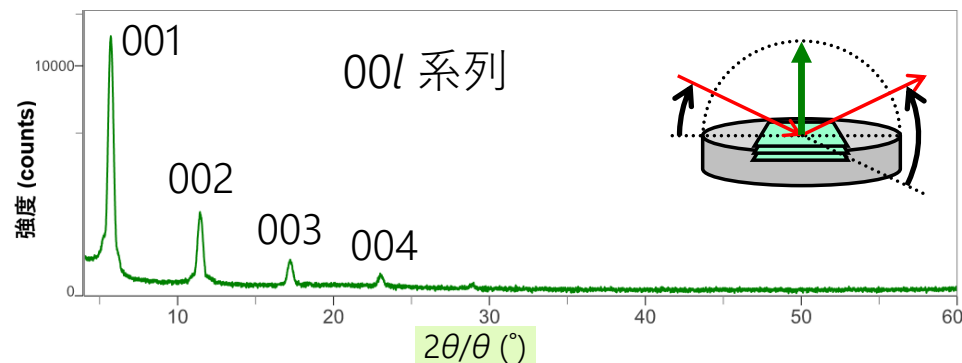
表面に直行する格子面の観測に「インプレーン測定」

- X線を試料に微小角で入射し、検出器を試料表面に対して平行にスキャンする($2\theta\chi$ 軸)
- 試料表面に直行する結晶格子面による回折X線が観測される
⇒ $2\theta/\theta$ 測定: 試料表面と平行な結晶格子面を観測
- 数 nmの極めて薄い膜からの回折信号も検出可能



表面に直行する格子面の観測に「インプレーン測定」

20 nmのペンタセン薄膜/熱酸化膜/シリコン基板



2θ/θ	00l 系列
インプレーン	hk0 系列

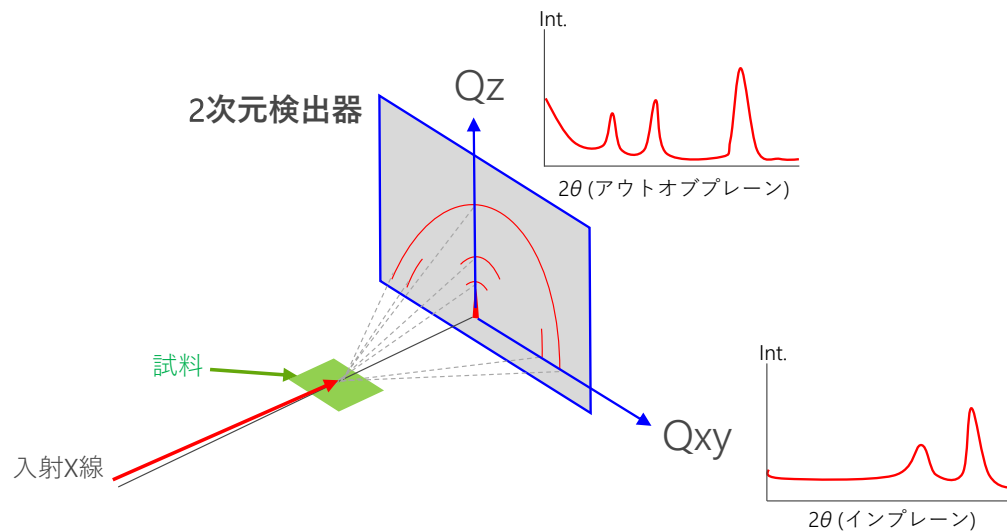
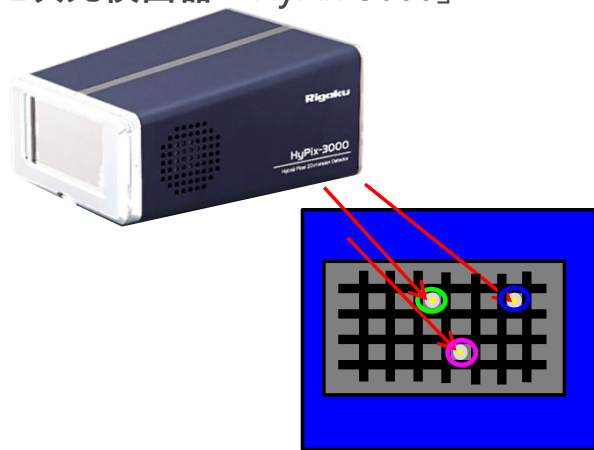
ペンタセンは試料表面に対してc軸配向

インプレーン測定を組み合わせることで、配向評価が可能

配向状態の効率的な評価に「GI-2D-WAXS」

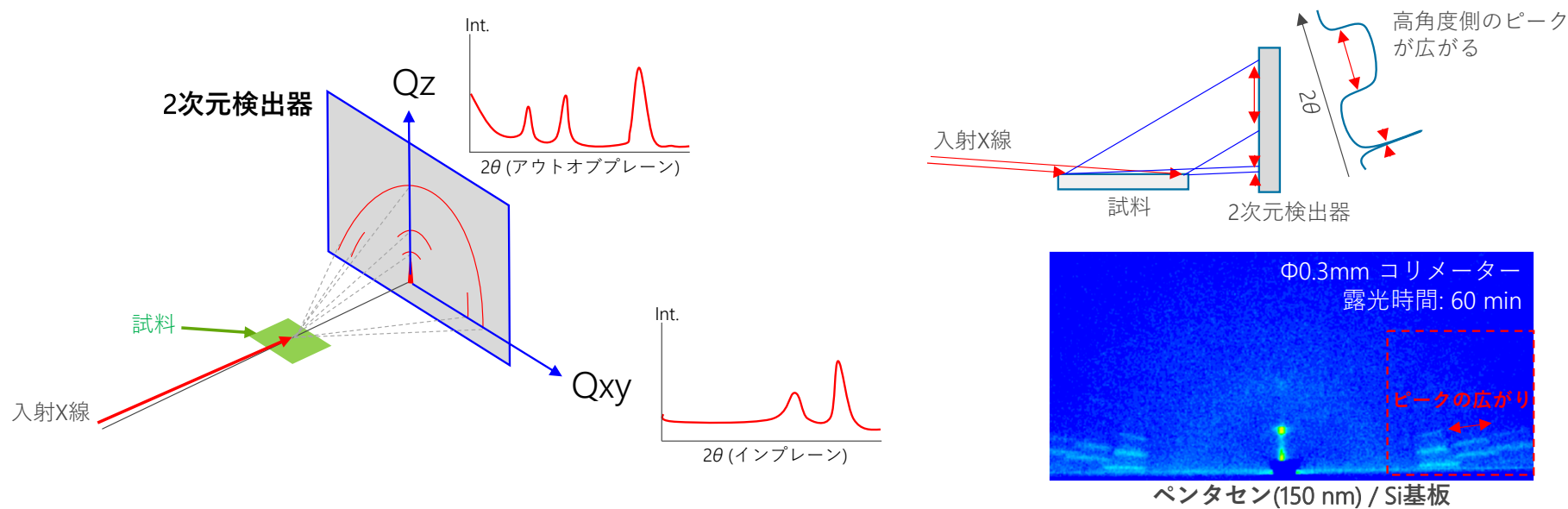
- 広い範囲のX線回折パターンを一度に短時間で測定可能
- 角度分解能を得るには、ポイント状のX線が必要
- 低角度入射で薄膜からの弱い信号を効率的に収集し結晶性や配向組織の解析が可能

2次元検出器「HyPix-3000」



配向状態の効率的な評価に「GI-2D-WAXS」

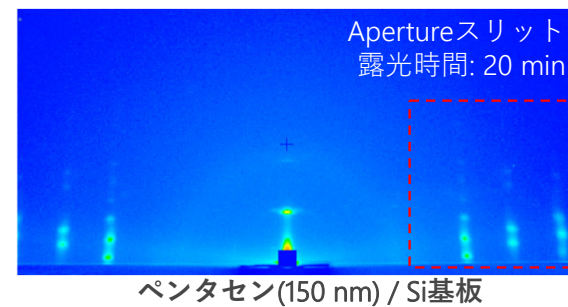
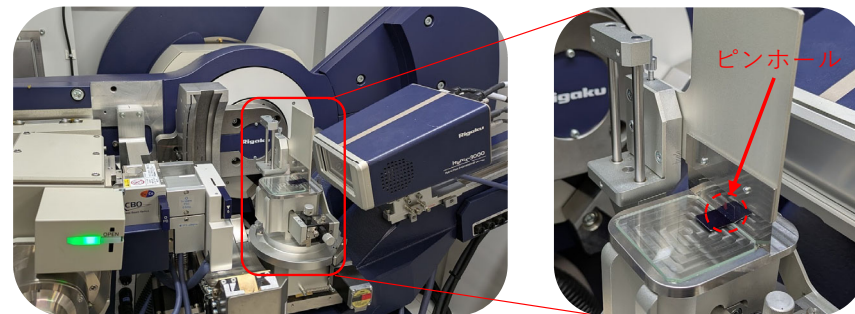
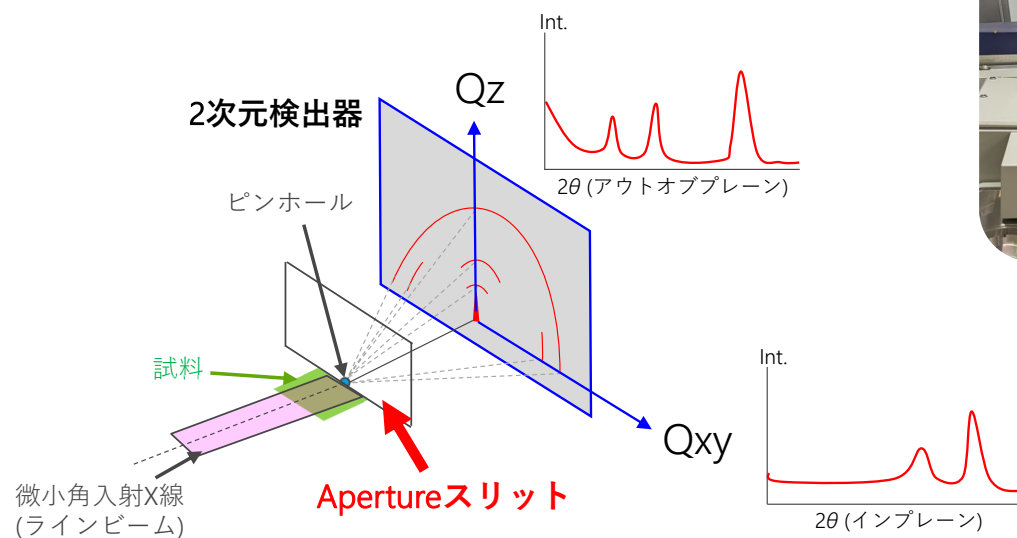
● コリメーターでの測定



回折角度が高角側になるにつれて、ピークが広がる

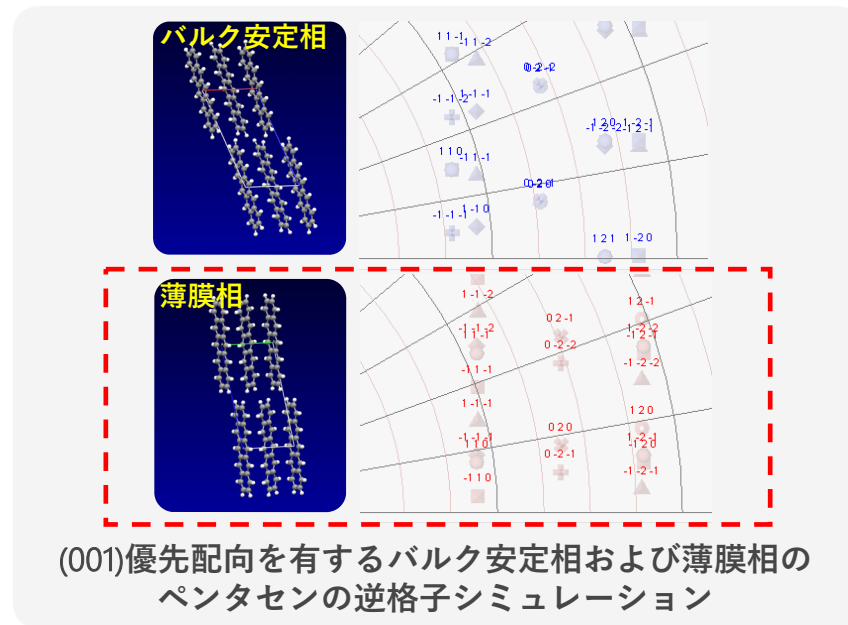
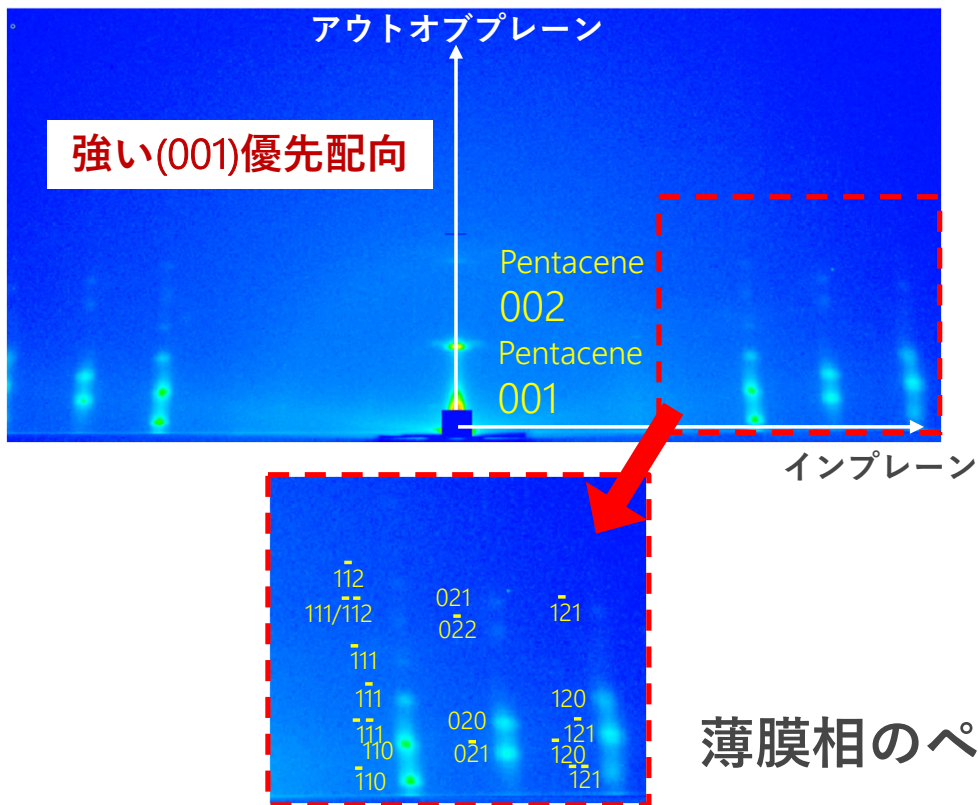
配向状態の効率的な評価に「GI-2D-WAXS」

● Apertureスリットでの測定



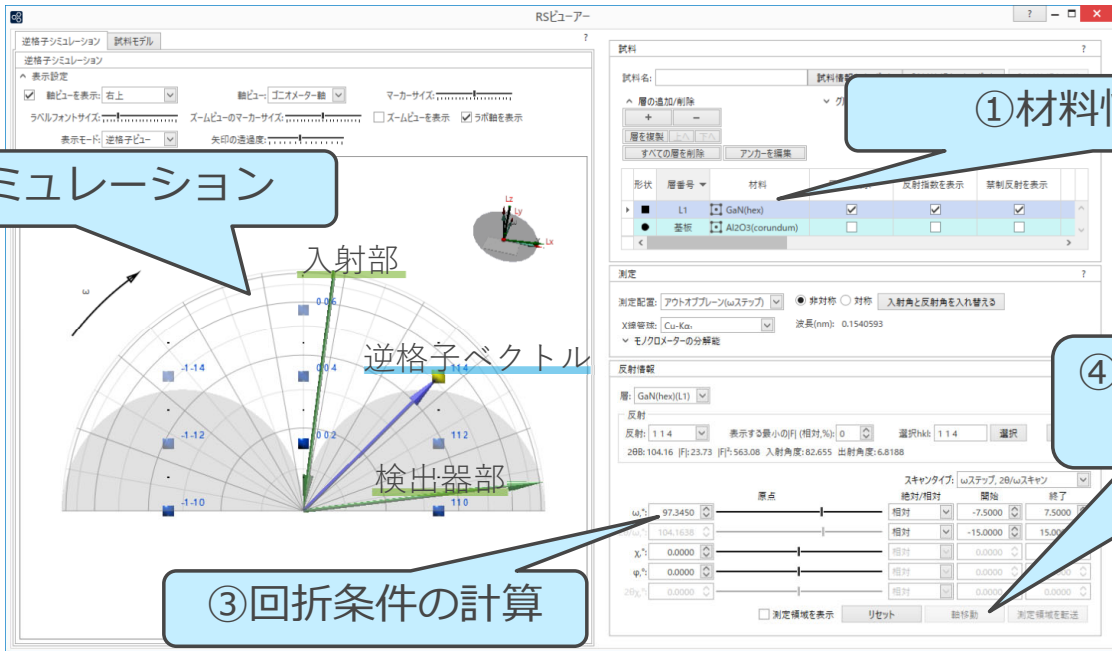
Apertureスリットを使用すると、より分解能、強度の高い測定が可能

Si基板上のペンタセン薄膜の結晶構造解析



薄膜相のペンタセンと一致

逆格子シミュレーション機能 RS Viewer



①材料情報を入力

②逆格子シミュレーション

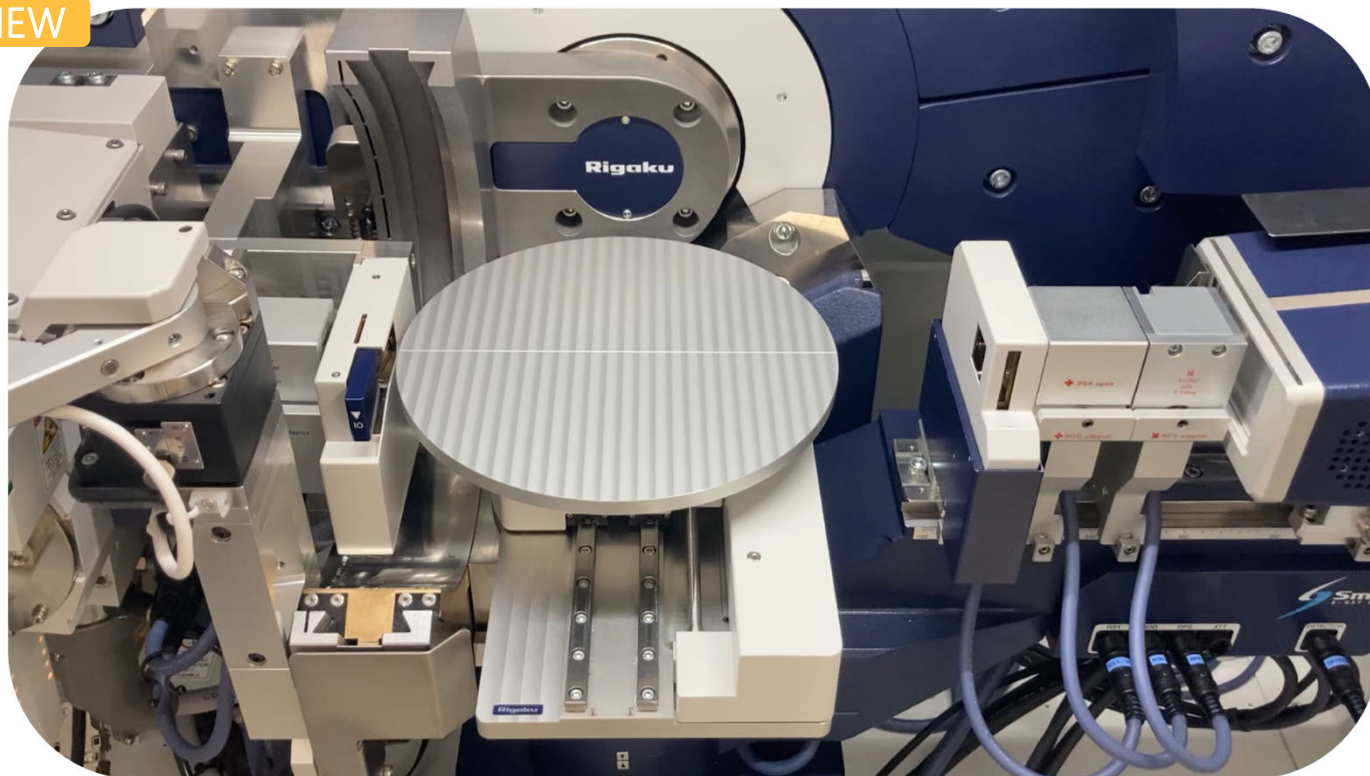
③回折条件の計算

④ゴニオメーターを回折条件に移動

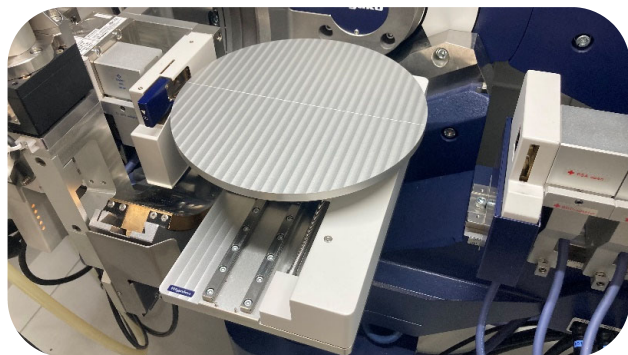
結晶の逆格子をシミュレーションし表示することで同定などの解析をサポート
逆格子点の回折条件を計算し軸移動することで測定をサポート

8 inch試料のマッピング「R θ アタッチメント」

NEW

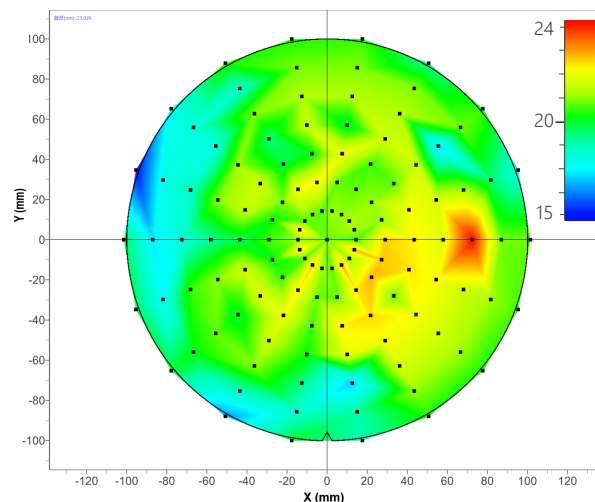


8 inch試料のマッピング「R θ アタッチメント」

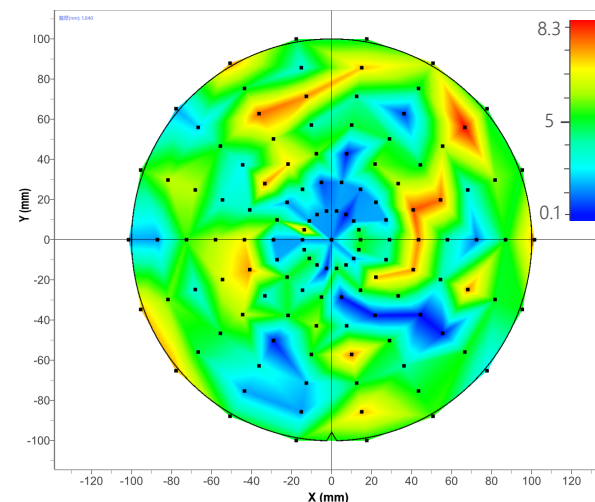


Ta:20 nm
酸化膜
Si基板

反射率測定での膜厚分布評価



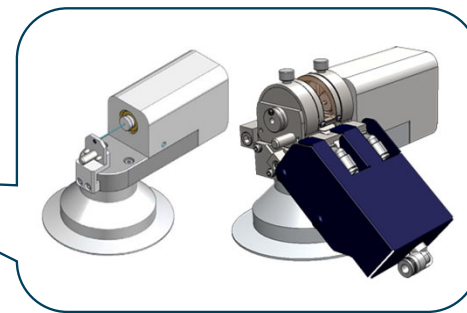
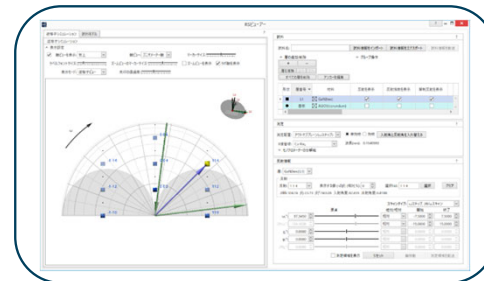
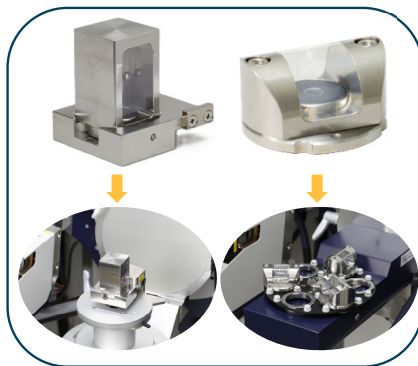
Taの膜厚分布



酸化膜の膜厚分布

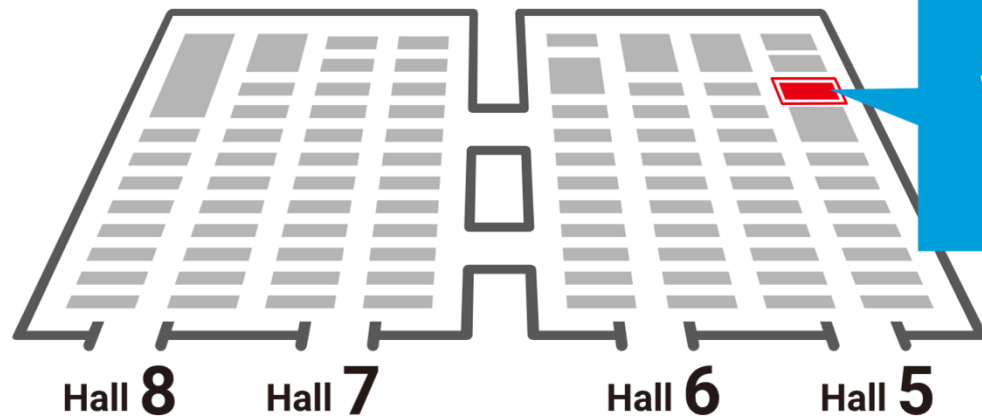
8 inch試料でも各層ごとのマッピングデータが取得可能

まとめ



SmartLabとアタッチメントを組み合わせることで様々なソリューションが可能
ご興味のある測定、解析がございましたら是非リガクブースまで

ぜひ、リガクブースへ
お立ち寄りください！



 Rigaku

5 ホール 入って直進！

5A-801





リガクウェブサイトの右上のボタン
「**専門家に相談する**」より
お問い合わせください

