

1 はじめに

1895年に Röntgen により発見された X 線は, 医療や 手荷物検査で知られる, 透過力の高い電磁波である. そ の一方で, 材料の結晶構造情報や元素情報を得ることも でき, 材料研究・開発・製造の場でも広く活用されてい る. 1912年の Laue による回折現象の発見, 1913年の Bragg 父子による結晶構造解析の成功以来, 100年を超 える長い X 線回折 (XRD=X-ray diffraction)の歴史の 中で発展を続けている. 結果, 現在においても結晶性材 料に対する汎用的かつ強力な構造解析アプローチのひと つであると言える.

X線が結晶構造解析に活用できる最大の理由は、その 波長範囲が約 0.5~10 Å (0.1 nm=1 Å) と原子間距離 や原子のサイズと同等のオーダーであることに由来す る.結晶構造は 3 次元的かつ周期的な繰り返しを有し、 X線が照射されると種々の方向に散乱が起こる.散乱さ れた X線は結晶の周期構造に応じて、信号強度が強め あったり、弱めあったりする.これを Bragg の回折条件 と呼び、最も重要な原理と言える.一般的な XRD 実験 は、散乱角または回折角 2θ と回折強度を記録し、1 次 元スペクトルとして XRD パターンを得る.特定の原子 と原子の間の距離、すなわち格子面間隔を d とすると、 X線波長 λ と回折角 2θ には、以下の Bragg の式が成り 立ち XRD パターンのピーク位置と格子面間隔が対応す ることがわかる^{1)~3}.

$2d\sin\theta = n\lambda$

ここで、nは整数である.XRDでは多くのサンプルは 非破壊でかつ特殊な前処理を必要とせず、そのままの状 態で分析が可能である.そのため、測定対象サンプルは 粉末、バルク、薄膜、溶液など、非常に幅広い.その一 方で、従来、実験室系XRD装置はヒトの背丈ほどの大 型サイズでありまた高額であったが、さまざまな要素技 術の発展に伴い、実験台に設置できるほどのコンパクト な装置も製品化されている.本稿では、ドイツ Bruker AXS GmbH 社製 卓上型X線回折装置 D2 PHASER の 小型化の理由と、卓上型 XRD を用いてできる測定や得 られる情報について紹介する.

2 XRD 装置

2·1 XRD 装置の主な構成

XRD 装置は図1に示すように、以下の6つの要素により構成される.

- (1) ゴニオメーター
- (2) X線発生器とX線管球
- (3) 光学系
- (4) サンプルステージ
- (5) X 線検出器
- (6) 制御コンピューター

ゴニオメーターは、X線管球とX線検出器を等しい 半径の円軌道上に配置し、中央に設置されたサンプルス テージを基準に正確に回転させる機構を有する.このと き、サンプル表面と入射されたX線のなす角をθ、入射 X線方向から検出器方向のなす角を20と呼ぶ.X線管 球内で発生したX線は、可視光などと同じ光線であり、 光学系により適切に選択され、サンプルへ照射される. ゴニオメーターの回転角度と検出器へ到達するX線強 度は連動して記録され、制御コンピューターにてXRD パターンとして記録される.XRD 装置として重要な点 は、1.サンプルがゴニオメーター中心に正しくセット されている、2.X線管球と検出器がゴニオメーター中 心を軸に正しく回転している、3.X線管球と検出器の 回転角度が正しく記録されている点である.そのため、



従来型の実験室系 XRD 装置では、ある程度の大きさを 有することで、工作精度や組み立て精度を担保し、 XRD 装置としての精度を維持する必要があった.

2·2 D2 PHASER の装置構成

図 2 に示す卓上型 XRD 装置 D2 PHASER のサイズ は、610(高)×700(幅)×600(奥行)mm³と非常 にコンパクトなサイズに、6つの構成要素をすべて搭載 している.電源供給は一般的な100Vコンセントが利 用できるため、わずかな設置スペースでの利用が可能で ある. 省スペースを実現したのは、その画期的なゴニオ メーターの設計である.多くのゴニオメーターはX線 管球とX線検出器を独立に制御するため、それぞれに 回転円の中心を一致するように工作と組み立てが必要で ある. D2 PHASER のゴニオメーターの構造を図3 (a) に示す⁴⁾. この構造により、傘が開いたり(図3(b)) 閉じたり(図3(c))する状態と同じく、X線管球と検 出器の回転は完全に同期され、サンプルの上下移動のみ で正確に入射角θと回折角2θを制御することができる. コンパクトかつ高精度なゴニオメーター設計により, D2 PHASER は卓上機でありながら標準サンプルによ り広い回折角20範囲において、基準となるピーク20 角度に対し±0.02°以下という精度保証が付随する.こ の精度は工場から出荷されるすべての D2 PHASER に 対して基準を満たすことが検証され、性能書とともに設 置される. また設置時にも同様の検証が行われ, 装置利 用時にも必要に応じて利用者が検証を行うことも可能で ある

X線管球は大型装置と同じ管球を使用している一方で、X線発生出力を300Wとしている.これは、大型



図2 D2 PHASER の外観図

装置で使用する出力の1/5から1/7の出力であり、X 線を発生するのに必要な最低出力に近い.そのため、通 常消耗品として考慮されるX線管球であるが、半永久 的な寿命を実現している.一方で、出力が小さいことは X線の光としての明るさが低下することを意味するが、 大型装置と比較して、X線管球一サンプル一検出器間距 離を約半分と設定することで、強度の減衰を最小限に抑 えた近接光学系を採用している.

X線の発生には印加した電力の99%以上が熱で消費 されるため、通常、冷却循環送水装置を必要とする. D2 PHASER では冷却循環送水装置をも内蔵すること で余分な付帯は一切ない.また、冷却水としてエチレン グリコール 40%含有蒸留水の不凍液を利用することで、 鉱山などの現場に設置した場合でも、-25°Cまで冷却 水の凍結を防ぐことができる.

発生した X 線は光学系により適切に整えられ、サン プルへ照射される. D2 PHASER では粉末 XRD に最適 な Bragg-Brentano 集中法光学系配置を採用している. X 線のサンプル照射幅は、発散スリットによって定義さ



図3 D2 PHASER のゴニオメーター模式図

 (a) コンパクトゴニオメーターの概略図. 文献 4) より抜粋.
 (b) ゴニオメーター駆動の様子を傘に見立てた模式図. 低角 20 の場合.
 (c) 高角 20 の場合.

れ、スリットを切り替えることで測定の目的に応じた条 件を選択できる.

サンプルステージには、測定ごとにサンプルを載せ替 えるステージと、最大6種の異なるサンプルを一度に 搭載するレボルバー形状のサンプルチェンジャーが選択 できる.いずれのサンプルステージも、ホルダーを基準 面に押し当てることで、常にホルダー上面はゴニオメー ターの中心に正しく設置することができるよう工夫され ている.そのため、サンプルはホルダーにすり切りに装 填すればよい.XRD 測定中には、サンプルは常に水平 位置で保持されるため、さらさらな粉末や液体サンプル もこぼれる心配はなく、測定後にすべて回収が可能であ る.また酸素や湿度を嫌うサンプルについては気密サン プルホルダーを、サンプル量が少ない場合には低バック グラウンドホルダーを利用することで、望ましい測定結 果を導くことができる.

XRD 装置において,近年凄まじい発展を遂げている のは,検出器技術であると言える.以前の検出器は,ゴ ニオメーターが移動した各角度座標において,ステップ バイステップで強度を記録していた.その後,1次元高 速検出器の出現により,ある20角度範囲を一括して記 録し,検出器内の素子で角度を分離,強度を積算するこ とが可能となった.D2 PHASER においても,この1 次元高速検出器はすでに標準搭載となっている.さら に,XRD 測定では,サンプルからの蛍光X線に注意を 払う必要がある. 一般的な XRD 実験では、X 線管球に Cu (銅)をターゲットとし、Cu Ka 特性 X 線を取り出 す.その際、周期表において Cu の 2~6 個前の元素、 すなわち、V, Cr, Mn, Fe, Co などがサンプル中に多量に 含まれる場合、それらの元素に応じた蛍光 X 線が励起 される.通常、これらの X 線波長は XRD で使用する Cu Ka 線と近接しているため、検出器では分離できず、 全体的にバックグラウンドが上昇してしまう.D2 PHASER ではこの課題を解決するため、XRD 実験に使 用する X 線波長のみを選択的に計数する高エネルギー 分解能型 1 次元高速検出器「LYNXEYE XE-T」を搭載 できる.これにより、上記元素に由来する蛍光 X 線を 大幅に除去することができ、すぐれたバックグラウンド の測定結果を実現している.この詳細については、3・1 で述べる.

最後に、これらを制御するためのコンピューターや キーボード、マウス、液晶モニターをも一体とした装置 設計により、設置スペースを最小とした高性能卓上型X 線回折装置を構成する.また、装置重量は95kgとなっ ており、キャスター付き実験台のまま、または人力で移 動させたり、自動車へ搭載して現場に移送したりして XRD 測定をどこででも実施することができる.また、 電源接続から測定開始までは約10分で完了するため、 いつでも XRD 測定を実施できる.



 図 4 BRAGG-2D モードで記録されたスティックシュガーの回折パターン

 (a) 粉砕前の BRAGG-2D パターン.
 図の上下方向に強度分布が存在していることがわかる.
 (b) 粉砕前の1次元 XRD パターン.
 データベースに記録されている Sucrose のパターンと強度 比が大きく異なることがわかる.
 (c) 粉砕後の BRAGG-2D パターン.
 (a) と比較して上下方 向の強度分布が抑制されている.
 (d) 粉砕後の1次元 XRD パターン.
 得られた強度比がデー タベースパターンに近づいていることがわかる.

2・3 制御・解析ソフトウェア

D2 PHASER を制御するソフトウェアは、大型 XRD 装置と同じソフトウェアが採用されている.そのため、 D2 PHASER でソフトウェア操作を習得すれば、大型 装置での発展的な XRD 測定にもすんなりと移行するこ とができる.一方で、専門的な知識を有さないユーザー や常に同じ測定を行うルーティーン用途での測定には、 大型のボタンをクリックするだけで適切な測定や解析を バッチ処理する「Push-Button」機能を搭載している. そのため、複雑な操作を行わなくとも、非専門家でも簡 単に測定が行える.また、XRD を熟知したユーザーに はより高度な測定を実施できるプラットフォームを提供 している.XRD に携わるどなたにも利用しやすい環境 が実現されている.

ここで、粉末 XRD における良質なデータについて考 えてみたい. XRD は複雑な前処理が不要な分析手法で あるが、目的によっては適切な調製が望ましいケースが ある. 例えば、粉末サンプルの粒径が大きい場合は、測 定ごとにピーク強度の相対的な比率が変化したり、ピー クプロファイルが乱れたりと言った再現性を低下させる 悪影響がある. 一般的には、粒径が数μmを期待される ことが多くその程度に粉砕することが重要である.一方 で、この「数 µm の粒径」は定性的であり、サンプル準 備者によってばらつきを誘起する可能性が懸念される. D2 PHASER では粉末 XRD に最適なサンプル調製を支 援する測定モードを備える. 粒径が最適かどうかは, 回 折パターンを2次元的に記録すると有効である.しか しながら、2次元回折計の多くは入射X線サイズを 1 mm / 以下のポイント形状に制限するため、相対的に 粒径の影響を受けやすくなる. このような場合には, D2 PHASER で利用できる Bragg-Brentano 集中法光学 系のまま2次元回折パターンを得る「BRAGG-2Dモー ド」が有効である⁵⁾. これは1次元検出器に記録される 異なる回折角20の情報を入射角θのオフセット角に展 開することで、広いX線照射幅と2次元記録の両立を 実現した画期的な測定手法である. スティックシュガー のような粒感の強い状態の粉砕前サンプルと、それを粉 砕したサンプルの測定結果を図4に示す. 粉砕前では 図4(a)に示すように2次元パターンの上下方向に不 均一な強度分布が観察されているのに対し、粉砕後では 一様に近い強度分布が得られている(図4(c)).併せ て得られた1次元XRDパターンも、粉砕前では図4 (b) に示すようにデータベースパターンと強度比が大き く異なっているのに対し、粉砕することで強度比が近づ いていることがわかる (図4 (d)). これにより、粉砕 が充分か否かを視覚的かつ定量的に判断することができ る. 解析ソフトウェアでは、これらの測定結果を読み込 み、マウスクリックだけで BRAGG-2D パターンを描 画することが可能である.

XRDにおける最も汎用な分析目的は、得られたパ ターンと既存の回折データベースを比較し、サンプル中 にどのような結晶相を有する材料が含まれているかを判 別する、定性分析にある。解析に利用できる回折データ ベースにはさまざまな種類があるが、高い信頼性と認知 度を兼ね備えたものとして、ICDD PDF が用いられる。 結晶相単位での定性分析の特徴として、同じ化学組成を 有する材料の区別が挙げられる。例えば、TiO₂には、 光触媒として用いられるアナターゼ型と白色顔料として 用いられるルチル型がある。多くの組成分析手法におい ては、これらはTiO₂として検出されるが、XRD では 明瞭に分離することができ、さらには定量分析へ応用す ることも可能である。

2·4 21 CFR Part11 など GMP への対応

製薬分野では、21 CFR Part11⁶⁾や EU Annex 11⁷⁾な ど GMP (Good Manufacturing Practice, 医薬品の製造と 品質管理に関する国際基準)と呼ばれる規制により, 医 薬品の製造や品質管理に用いる分析機器に対して、測定 データの完全性 (Data Integrity) についての厳格な対応 が求められている. Bruker AXS GmbH の XRD システ ムは据置機・卓上機ともに, 改ざん防止を含む本規制に 適合している.

装置適格性については、装置設置時の周辺環境を検証 する IQ (Installation Qualification),装置が設計通りに 動作するか検証する OQ (Operational Qualification),標 準サンプルを基準として測定内容の正確性を検証する PQ (Performance Qualification)の評価手順と様式がそ れぞれ定められ、メーカーとして適格性を保証してい る.

測定・解析ソフトウェアでは、すべての操作記録や データが自動的にデータベース上に保存されるため、個 別ファイルのように内容を削除や変更することはできな い.また、操作記録はログイン時に選択したユーザーア カウントと紐づけられ、各アカウントの操作権限、ログ インパスワードの文字数や有効期限についてソフトウェ ア上で管理が可能である.データベース内の記録は監査 証跡(Audit Trail)としてまとめられ、任意の期間や ユーザーごとにソフトウェア上での閲覧や印刷、電子 ファイルとしての出力を行うことができる.任意のタイ ミング、または指定した期日ごとに、自動的にデータ ベース自体のバックアップも作成可能である.このよう にして、正確で完全な電子記録が保存されることが保証 されている.

3 測定事例

3・1 高性能検出器による高品質なデータ

2・2 で述べた通り, D2 PHASER には 1 次元高速検 出器が搭載され, 短時間の測定で S/N 比やピーク分離



 図5 Fe₂O₃ 粉末サンプルの XRD パターン

 (a) 一般的な1次元検出器では鉄由来の蛍光X線により バックグラウンドが上昇している.
 (b) エネルギー分解 能の高いLYNXEYE XE-T検出器では、蛍光X線の影響 を受けずに低いバックグラウンドで測定が行えている.

能の高いデータが得られる.特に、エネルギー分解能の 高いLYNXEYE XE-T検出器を用いることで、Feや Mn, Coなどの遷移金属を含むサンプルを測定しても バックグラウンドを抑制することが可能となる.図5 に Fe₂O₃ 粉末サンプルの測定データを示す. Cu Kα線 (8.0 keV) による測定を行う際,サンプル中のFeによ る吸収とともに、Fe Kα線(6.4 keV) やFe Kβ線 (7.1 keV) などのわずかに低いエネルギーの蛍光 X 線 が励起される.多くの検出器ではこの蛍光X線とCu Κα線との分離が難しく、結果バックグラウンドが上昇 してしまう. 一方で, エネルギー分解能が 380 eV 以下 と非常にすぐれた LYNXEYE XE-T 検出器ではこれら の蛍光 X 線がそもそも検出の範囲外となるため、まっ たく影響を受けないデータ取得が行える. 受光モノクロ メーターによって測定波長を選択する旧来的な手法と異 なり、サンプル結晶により回折された Cu Kα線は減衰 されないため、LYNXEYE XE-T 検出器による測定では 短時間でも十分な強度が得られ、信号とノイズの比(S/ N比)も向上する.図5のデータでは、従来型の検出 器ではバックグラウンドが約10000カウント,バック グラウンドに対するピーク強度比(P/B比)≒2である のに対して、LYNXEYE XE-T 検出器ではバックグラウ ンドが約30カウント,P/B比≒450となっている. バックグラウンドが低いと微小ピークも明瞭に観察され るため、微量成分の検出なども有利となる.

このようにしてサンプル中の遷移金属から生じる蛍光 X線由来のバックグラウンドを抑制できることは、例え ば近年利用が急増しているリチウムイオン2次電池材 料においても有利に働く.正極材料にはコバルト酸リチ ウム(LiCoO₂)やマンガン酸リチウム(LiMn₂O₄)な どが用いられており、上述のFeと同様に、CoやMn からの蛍光X線が生じるため、バックグラウンドが上 昇しやすい.マンガン酸リチウムにNiを添加した



図 6 LiNi_{0.5}Mn_{1.5}O₄ 粉末サンプルの XRD パターン (a) 一般的な 1 次元検出器.(b) エネルギー分解能の高 い LYNXEYE XE-T 検出器.

LiNi_{0.5}Mn_{1.5}O₄ 系材料においては、規則配列を有するス ピネル構造に由来する超格子反射が観察されることが知 られている.通常、これらの超格子反射はメインの回折 強度と比較して微弱であることから、図 6 (a) に示す ようにバックグラウンドノイズに埋もれやすい.一方 で、エネルギー分解能の高い検出器を利用することで、 図 6 (b)のように、※印で示す超格子反射の他、不純 物である Li₂MnO₃ (\diamond)が明瞭に検出できている.合 成条件と超格子構造の関係を調査する場合などにおい て、低いバックグラウンドであることは、開発の効率化 を後押しすることとなる⁸⁾.

3・2 定量評価の事例

XRD の定量評価には, RIR (Reference Intensity Ratio, 参照強度比)法,検量線法,リートベルト法などの手法 がある.それぞれ簡便性や定量精度などの特長があり, 目的に応じて使い分けることができる.

RIR 法は定性分析の結果を基に,前述の回折データ ベースに記録されている係数から結晶相ごとの回折強度 を補正して定量を行う手法であり,定性分析の結果だけ で評価を行える簡便性が長所となっている⁹⁾¹⁰⁾. D2 PHASER では標準の解析ソフトウェア DIFFRAC.EVA にこの機能が搭載されており,回折ピーク強度ないし ピーク面積のいずれかの値から計算を行うことができ る.

検量線定量は、後述のリートベルト解析が困難な、製 薬や環境分析などの分野で使用されることが多い.定量 の対象となる結晶相の含有量(濃度ないし重量)が既知 である標準サンプルを測定し、当該相のピーク面積と含 有量について検量線を作成する¹¹⁾. D2 PHASER には 検量線定量解析ソフトウェア DIFFRAC.DQUANT があ り、シンプルな検量線から、基底板のピーク強度を基に 吸収補正を行う環境分析の検量線まで、多様なテンプ レートが準備されている. 一方で RIR 法や検量線定量は、複数の結晶相のピー クが重なる場合に、そのピーク面積による定量評価が困 難だという短所もある.このようなケースをまったく苦 にしないのが、リートベルト解析による定量評価であ る.リートベルト解析においては、サンプルに含まれる すべての結晶相について構造情報を与え、そこから個々 の回折プロファイルをシミュレーションして重ね合わせ るため、複雑な回折パターンでも各相のピーク成分を正 確に切り分けることができる^{12)~14}.

このような複雑なプロファイルを示す典型的な例とし て、Ca や Si、Al, Fe の酸化物や硫酸塩などの結晶相が 10 相程度含まれるセメントサンプルが挙げられる. セ メントサンプルにおいては、これらの相の比率が製品と しての性能や反応プロセスの進展評価の上で重要なパラ メーターとなる. 特にフリーライムと呼ばれる CaO は 焼成反応の進行評価の上で定量値が重要となる結晶相だ が、主成分のひとつである β-Ca₂SiO₄ と回折ピークが 重なるため、検量線定量など単純なピーク面積による評 価は難しい. 一方で、リートベルト解析の場合は各相の 複数のピーク強度比が結晶構造から厳密に決定され、正 確な定量評価が可能となる.

図7に、セメント粉末サンプルをD2 PHASER で測 定し,解析ソフトウェア DIFFRAC.TOPAS によりリー トベルト解析で定量評価を行った結果を示す.約10分 間の測定で強度は最大10000カウント以上に達し、低 角も含めて全測定範囲にわたってバックグラウンドが低 く, リートベルト解析に十分な品質のデータが得られて いる. この XRD パターンを定性分析した結果,図7 (a) 凡例に示す10種類の結晶相が含まれていると考え られ、2*θ*=32~35°近傍にはC3S(Ca₃SiO₅)の多形で ある M3 相と M1 相, 20=37.4°近傍には C2S (Ca₂SiO₄) と CaO の回折ピークがそれぞれ重なり合っていること がわかる. 先述のように、定量解析においてはこのよう な箇所で正確なピーク分離を行うことが重要となる. DIFFRAC.TOPAS によるリートベルト解析で計算され た回折プロファイルは図7(b)のようになり、C3Sの 多形によるピークの重なりも適切に分離されている. こ の解析から、図7(c)にパイチャートで示す定量結果 が自動的に出力される.

3·3 測定の自動化

定められた測定および解析条件でサンプルの評価を行う場合,これらの条件をボタンに登録してパラメーターの入力を簡便にする Push-Button モードが D2 PHASER には搭載されている.オプションの6サンプルチェンジャーと組み合わせることで,特にスクリーニングや品 質管理といったルーティーンワークの作業コストが大幅 に低減される.

Push-Button モードの画面を図8に示す. 画面上に表



セメント粉末

PDF 00-055-0738 Ca3SiO5 C3S, M3 PDF 00-055-0740 Ca3SiO5 C3S, M1

(a)

(a) 定性分析結果.(b) リートベルト法解析結果.(c) 定量結果のパイチャート表示.



図 8 Push-Button モード

示された各ボタンには角度範囲や積算時間などの測定条 件, さらに DIFFRAC.DQUANT や DIFFRAC.TOPAS BBQ (DIFFRAC.TOPAS の自動解析用オプションソフ トウェア)による解析の条件,出力するパラメーターを 登録することができる.このため,ボタンをクリックし てサンプル名を入力するだけで,登録された測定および 解析が実行される.サンプルチェンジャーを使用する場 合は,同時に測定サンプル位置を選択する.得られた回 折パターンおよび解析値などの結果は測定ソフトウェア 内に一覧表示されるため,解析ソフトウェアを起動しな くても結果の確認・比較が可能となっている.

4 おわりに

本稿では,最新の卓上型 XRD 装置 D2 PHASER に ついて,その装置的な特徴と原理,応用事例を紹介し た.従来 XRD 装置に必須であった,X線管球の消耗や 外部冷却送水装置を必要としないコンパクトなデザイン を採用することで,XRD 分析をいつでも,どこでも, どなたでも行っていただける環境が実現されている.粉 末 XRD 分析に限れば,従来の大型装置で行っていた分 析の多くを,より高速に,より高感度に,より経済的に 行うことが可能である.

加えて, XRD は複雑なサンプル調製を必要とせず, 大気雰囲気で分析できるという特徴があるだけでなく, 種々の雰囲気制御下での分析用途にも活用が可能であ る.温度,湿度,圧力,外部電場といったその場観察用 途では,アタッチメントを種々切り替えられる大型装置 にメリットがある.また,極薄膜サンプルや微小領域測 定では,X線発生技術や別の検出器技術が採用される. これらの要素技術が循環的に発展することで,今後も XRD はさらなる進化を遂げることが約束されている. これまで以上に XRD がさまざまな分野で活用されるこ とを期待する.

文 献

- 1) 中井 泉,泉富士夫編: "粉末X線解析の実際 第3版", p.8 (2021),(朝倉書店).
- 2) B. D. カリティ著, 松村源太郎訳:"新版 X 線回折要論",

p.80 (1979), (アグネ承風社).

- R. E. Dinnebier, A. Leineweber, J. S. O. Evans : "*RIETVELD REFINEMENT*", p.7 (2019), (Walter de Gruyter GmbH, Berlin/Boston).
- K. W. Mettendorf, C. Bolzinger, J. Lange : U. S. Patent, 7, 852, 983 B2 (2010.12.14).
- 5) J. Giencke : U. S. Patent, 2020/0033275 A1 (2020.1.30).
- FDA: 21 CFR Part 11-Electronic records; Electronic Signatures. Federal Register, 62 (54), 13429 (1997).
- EudraLex, The Rules Governing Medicinal Products in the European Union, Volume 4, GMP, Medicinal Products for Human and Veterinary Use, Annex 11 : Computerized Systems (2020).
- J. Akimoto, Y. Hamada, N. Ishida, Y. Idemoto, Y. Matsushita, K. Kataoka : Cryst. Growth Des., 20, 4533 (2020).
- 9) F. H. Chung, R. W. Scott : J. Appl. Cryst., 6, 225 (1973).
- C. R. Hubbard, R. L. Snyder : Powder Diffraction, 3, 74 (1988).
- 11) B. H. O' Connor, M. D. Raven : *Powder Diffraction*, **3**, 2 (1988).
- 12) H. M. Rietveld : Acta. Cryst., 22, 151 (1967).
- 13) H. M. Rietveld : J. Appl. Cryst., 2, 65 (1969).
- 14) C. J. Gillmore, J. A. Kaduk, H. Schenk : "INTERNATIONAL TABLES for CRYSTALLOGRAPHY, Volume H, Powder Diffraction", p.855 (2019), (Wiley).



岡崎壮平 (Sohei OKAZAKI)
ブルカージャパン株式会社(〒221-0022 神奈川県横浜市神奈川区守屋町3-9).東京大学大学院理学系研究科.博士(理学).《現在の研究テーマ》粉末系材料における XRD 評価.
E-mail: sohei.okazaki@bruker.com



森岡 仁 (Hitoshi MORIOKA) ブルカージャパン株式会社(〒221-0022 神奈川県横浜市神奈川区守屋町3-9).東京工業大学大学院総合理工学研究 科.博士(工学).《現在の研究テーマ》 先端材料,薄膜材料における XRD 評価. E-mail:hitoshi.morioka@bruker.com

会社ホームページ URL: www.Bruker.com/ja	
関連製品ページ URL:	
https://www.bruker.com/ja/products-and-solutions/diffractometers-and-scattering-systems/x-ray- diffractometers/d2-phaser.html	