



二次元検出器を用いた粉末回折強度の統計解析

井田隆^{1,2}, 尾野翔器¹, 八反大貴¹, 和智健人¹

1 名古屋工業大学先進セラミックス研究センター

2 あいちシンクロトロン光センター

1. 背景と研究目的

高強度の光源と高感度なX線検出器が用いられるシンクロトロン粉末回折測定では、記録される光子数が多数となる。観測される回折強度の統計的な変動のうち、ポアソン過程に基づく計数統計変動は主要因ではなくなり、回折条件を満たす結晶粒の数が有限であることに由来する粒子統計と、横軸値に関する誤差の影響が優位になると考えられる [1]。従来はこれらのことが考慮に入れられず、重み付きの最小二乗法によるデータ解析が論理的な妥当性を失っている場合が多かった。本研究では二次元検出器を用いた粉末回折測定により、これらの問題を解決し、統計学的に妥当性の高いデータ解析手法を確立することを目的とした。

2. 実験内容

ブラジル産高純度石英を粉砕し、沈降法により名目的なストークス径 3-7 μm に分級された粉末試料を用いた。直径 0.5 mm の Lindemann ガラスキャピラリに充填し、連続回転させた状態で測定を行った。BL5S2 ビームラインにてX線波長 1.0 \AA 設定とし、二次元検出器 (Dectris, PILATUS-100 K) を設置して回折強度を記録した。カメラ長は 284 mm とした。データの一次元化には Sulyanov らの方法 [2] に修正を加えた独自の方法を用い、標本平均強度とその標本標準偏差を算出した。

3. 結果および考察

Figure 1 に石英の 102 および 111 反射について (a) 標本平均ピクセル回折強度と、(b)標準偏差 (c) 平均強度を横軸値で数値微分した曲線とを示す。実測データから推定された標準偏差のプロファイルが微分プロファイルと極めて類似した特徴を示すことは、この方法で算出される平均回折強度の統計的な変動の主要因が横軸値の誤差に由来することを明瞭に示している。また、標準偏差の値は PILATUS 検出器の有限なピクセルサイズ 0.172 mm とカメラ長 284 mm とから不可避な横軸値の不確定性とから説明しうる値である。

このような手法で求められた標本偏差値は確かに観測強度の統計変動をモデル化しうるものであり、重み付きの最小二乗法による最尤推定解析を正当に適用しうる世界で初めてのシンクロトロン粉末回折測定システムの提供が実現されたことを意味する。

4. 参考文献

1. T. Ida, *Solid State Phenomena*, **203-204**, 3–8 (2013).
2. S. N. Sulyanov, A. N. Popov and D. M. Kheiker, *J. Appl. Cryst.*, **27**, 934–932 (1994).

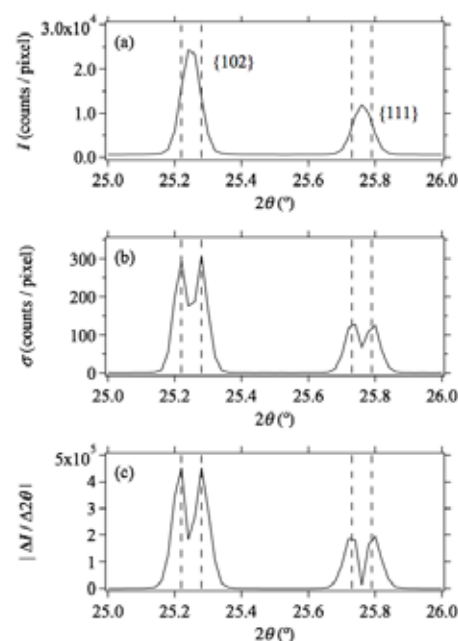


Fig. 1 (a) Average, (b) standard deviation and (c) differential profile of quartz powder diffraction.