



軌道放射光粉末回折による結晶粒径 および選択配向，相組成分析の 方法論的研究

井田 隆

名古屋工業大学先進セラミックス研究センター

1. 測定実施日

25年10月11日 10時 – 14時00分（1シフト），BL5S2

2. 概要

粉末 X 線回折法による相組成分析における微小吸収効果と粒子統計効果，サンプリング効果に関する予備的な実験調査を行った。

3. 背景と研究目的

粉末 X 線回折法による多相混合物の相組成分析は，天然鉱物および実用材料の評価のために重要な技術であるが，通常期待される精度および確度が得られない場合の多いことが知られている [1]。この理由は微小吸収効果 [1] と粒子統計効果 [2]，サンプリング効果によると考えられる。これらの効果による定量相組成分析値のずれを補正する汎用性の高い方法は事実上存在しない可能性もあるが，これらの効果を低減させるための装置設計および試料調製や測定の方法を明らかにすることと，分析値の信頼性を評価することは，可能であれば実用的には極めて重要な意義がある。本研究はこのような目的で予備的な実験調査を企図するものである。

4. 実験内容

代表的な粒径 2, 7, 22 μm に分級された 3 種の石英粉末試料に対して，2 種類の粒径の異なるセリア粉末，フッ化リチウム粉末，塩化カリウム粉末のいずれかを混合した 9 種類の混合粉末試料を調製し，リンデマンガラスキャピラリに充填した試料を準備した。光子エネルギー 12.4 keV に単色化された放射光を用いて，キャピラリ試料を連続回転させながら円筒型イメージングプレー

ト・デバイ・シェラー・カメラにより粉末 X 線回折強度データを記録した。

5. 結果および考察

Fig. 1 に、IP 上に記録された 4 種類の石英・セリア混合粉末の回折図形の濃淡図（対数コントラスト）、Fig. 2 に強度データの鳥瞰図（線形スケール）の一部を示す。微小吸収効果は X 線吸収能と粒径に依存する。粗い粉末と微細な粉末の違いは、対数コントラストでも濃淡図では不明瞭であるのに対して、鳥瞰図によって表現される二次元回折強度データでは明確である。また、微粒子同士の混合物は石英とセリアの観測回折ピークの正しい強度比を与えているとみなすことができる一方で、いずれかの粒子が粗い場合には、吸収能の高いセリアの回折ピークが相対的に弱く観測されるという現象がワンショットの実験結果に明瞭に現れている。このことは、二次元検出器を用いた回折強度測定により、従来法と比較して格段に証拠能力・説得力の優れたデータが得られていることを意味する。

吸収能の低い石英の粒子が粗い場合に、微細なセリア粒子からの回折ピークが弱くなることは、石英粒子の隙間に微細なセリア粒子が濃集することによると考えられるが、このことを確かめるためには、分散状態を変化させた一連の試料について同様の測定を実施すれば良いと思われる。かりに分散状態によって観測ピーク強度比が変化することを実験的に確認できれば、逆に観測ピーク強度比の変化によって混合物の分散性を評価しうる可能性も生じ、これが実現されれば半導体および機械産業において重要な精密研磨用の砥石など、実用的な複合系の組織評価に応用しうる。

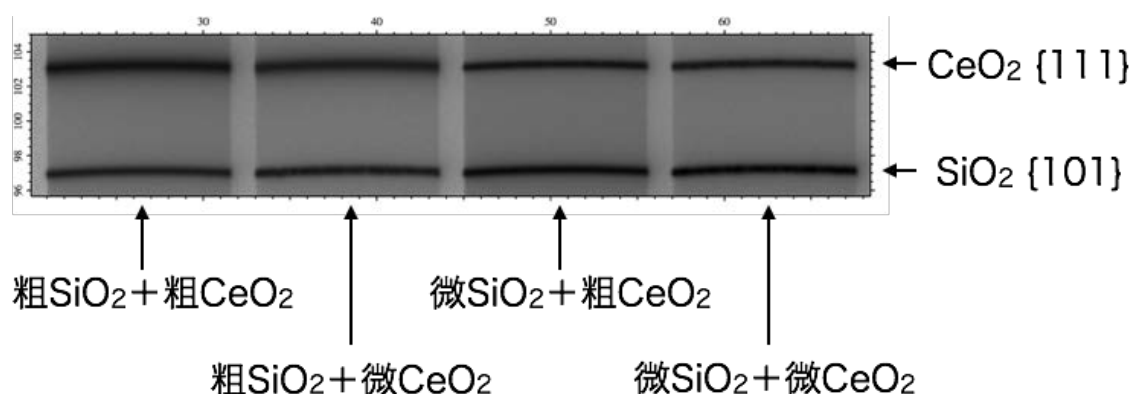


Fig.1 4種の石英／セリア混合粉末の回折強度図形濃淡図（対数コントラスト）。

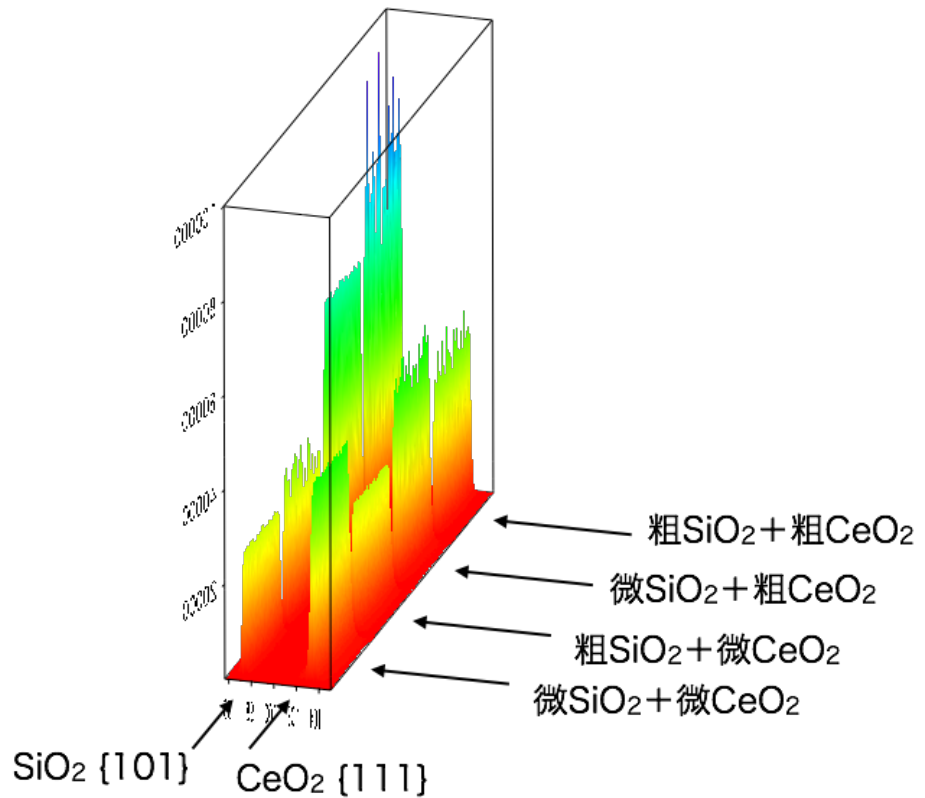


Fig.2 4種の石英/セリア混合粉末の回折強度データ鳥瞰図,

6. 今後の課題

AichiSR BL5S2 ではイメージングプレートの読み取り装置の設計に問題があり、得られるデータの信頼性をある程度の範囲で保証するためだけでも、かなり注意深いオペレーションが必要とされることが問題となっている。

読み取り装置の改造も検討する価値があると思われるが、高信頼性が要求される用途では、半導体型二次元検出器をさらに活用することを念頭において、環境が整備されることを期待する。

7. 参考文献

[1] 井田隆「粉末 X 線回折法による相組成分析と球形試料の吸収補正」名古屋工業大学先進セラミックス研究センター年報 Vol. I, 23-28 (2013).

[2] 井田隆・後藤大士・日比野寿「軌道放射光粉末回折測定における粒子統計の効果」名古屋工業大学セラミックス基盤工学研究センター年報 Vol. IX, 1-7 (2010).