



放射光粉末回折測定用標準試料のデータ比較

大坂 恵一¹

¹（公財）高輝度光科学研究センター

キーワード：粉末回折，施設間横断，技術交流

1. 背景と研究目的

放射光を用いた分析技術は，産業界にとって今や不可欠なツールとして認識されている．国内には，SPring-8 など産業利用促進を掲げる放射光施設があるが，同じ実験要素でも，それぞれの施設ごとに光源や検出器の違いがあり，ユーザが利用する施設を選択する際や，異なる施設で測定したデータを比較する際に支障となっている場合がある．そこで本実験では，これらを克服する指標となるようなデータとして，粉末回折装置によるデータ収集を行った．

2. 実験内容

試料は，NIST 標準 CeO_2 ，Si，4 種のアルカリハライド結晶（RbCl，KCl，NaCl，NaF）の粉末である． CeO_2 は，SPring-8 の BL19B2 の粉末回折装置で標準試料として用いているものと同一の検体である．本実験では，波長 1Å の単色 X 線を用いて，BL5S2 に設置されている 2 次元検出器（PILATUS）多連装型粉末回折装置を用いてデータ収集を行った．露光時間はすべての試料に対して 54 秒で行い，Si に関しては，検出器のダイナミックレンジの検証のために 900 秒の長時間露光も行った．

3. 結果および考察

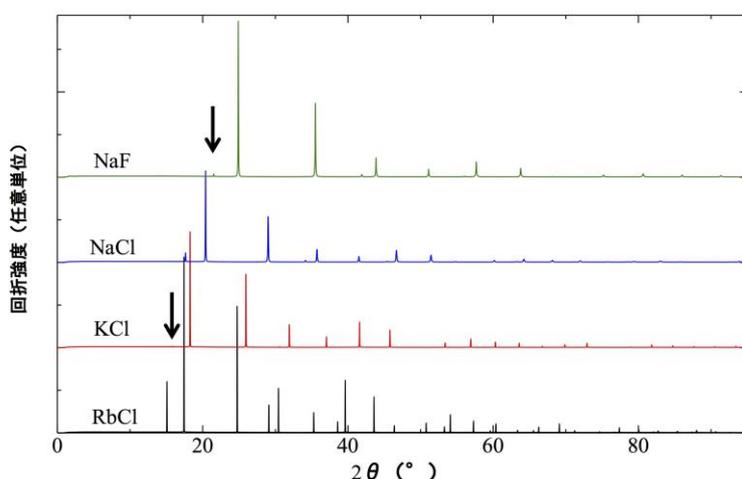


Fig.1 4 種のアルカリハライド結晶の広角粉末回折プロファイル．

Fig.1 は，4 種のアルカリハライド結晶の広角粉末回折プロファイルである．BL5S2 では，2 次元検出器で観測されたデバイ環に沿って観測された回折強度を積算して換算するため，結晶粒度の影響を抑えた良好なデータが収集できた．同じく Fig. 1 では，KCl および NaF のプロファイル中に矢印で示した $hkl=111$ 反射に注目したい．この反射は，原子番号の差が小さい元素同士で構成される岩塩型結晶では回折強度が弱い（最強線の 222 反射に対して 2–3 桁弱い）．BL5S2

では，これらの弱い反射が十分な統計精度で観測できることが確認できた．

さらに，より微弱な散乱強度を観測できるかどうかを検証した．Fig. 2 は，Si の粉末回折プロファイルである．Si 結晶はダイヤモンド構造であり， $hkl=222$ 反射は禁制反射であるが，原子散乱因子の異常分散項の効果で微弱な回折が生じる．その強度が最強線に対して 4–5 桁弱いことを利用して，検出器のダイナミックレンジを検証した．Fig. 2 の拡大挿入図を見ると，222 反射に相当する角度位置（赤矢印）に微弱な回折ピークが観測されたことがわかる．このことから，BL5S2 の粉末回折装置は十分に広いダイ

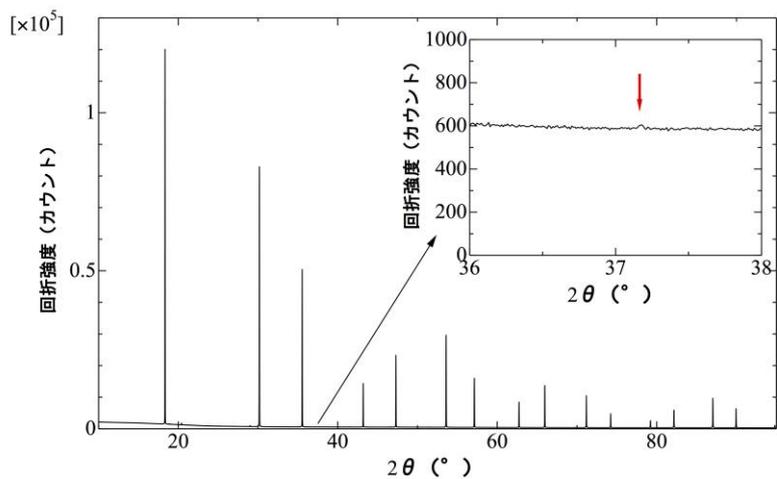


Fig.2 Siの広角粉末回折プロファイル. $hkl=222$ 禁制反射付近を拡大図として示した.

ナミックレンジを有しており、試料中に含有する微量の不純物の検出などに大きな力を発揮することが期待できることがわかった。

なお、BL5S2とBL19B2の装置は試料ホルダ等様々な治具が共通化されているので、異なる施設間の実験でも支障なく実験できる利点がある。このような、ユーザにとって利益となる施設間共通の環境整備は、他の実験要素についても積極的に進めていくべきである。