



放射光を活用するためのラボ機との比較

JFE テクノリサーチ株式会社 機能材料ソリューション本部
ナノ解析センター 羽山 信幸

1. 背景と研究目的

普段業務としてラボ型線源を用いた X 線回折法による未知化合物の同定、化合物の含有量、結晶質と非晶質の比率（結晶化度）、加工などによる内部歪（残留応力）など様々な評価を行っている。しかしながら、多種多様な材料に対して必ずしもラボ型線源だけで目的を達成できるとは限らず、分析目的によっては高輝度な線源やエネルギーを可変できる線源を必要とする場合も少なくない。本課題では放射光利用の有意性を確認するとともに今後の放射光活用へ繋げることを目的とする。

2. 実験内容

本課題では、ラボ型線源と放射光を用いて①SiO₂の結晶化度の評価、②TiO₂の結晶多形解析・結晶子サイズ評価をそれぞれ行った。ラボ型線源では CuK α 線源を用い、検出器には一次元検出器を用いた。放射光を用いた実験は「あいちシンクロトロンセンター」の BL5S2 で実施し、放射光のエネルギーは 12.39 keV（波長 1Å）を用いた。なお、結晶子サイズ評価の標準物質は NIST 標準 Si 粉末を用いた。

3. 結果および考察

①結晶化度の評価

非晶質 SiO₂ に結晶質 SiO₂ を 0.05 wt.% 添加し粉碎混合した試料の測定した結果を Fig.1 に示す。ラボ機では SiO₂(101)のみ検出されたが、放射光ではほぼすべてのピークが検出されている。(Fig2 参照) ピーク分離により結晶化度を算出した結果は 0.07 % であり、あらかじめ調整した値に近い結果が得られている。

②TiO₂の結晶多形解析

市販されている Rutile 型 TiO₂ ナノ粒子（粒径 50 nm）試料をラボ機、放射光から得られた回折プロファイルと比較した。試料が十分な量を得られるときはラボ機と放射光とではプロファイルに大きな差は認められなかった。この結果から結晶子サイズを評価した結果、ラボ機 29 nm に対し、放射光 32 nm と近い値になった。しかし、ラボ機では K β 線による回折線が混在することから誤った解釈をしないよう注意を要する。

また、Anatase が微量混在する試料を測定した結果、Anatase 由来の明瞭な回折線が 3 本得られており RIR 法による定量が可能であり、Anatase が 1.0wt.% と算出された。比較としてラボ機を用いた集中法で測定したところ、Anatase(101)のみが検出され、その他は、Rutile の回折線の裾に重なったり、K β 線による回折線に影響を受けたり、微弱で検出できていない。

今回の研修により、放射光の有意性を確認することができ、また、今後の活用に生かすための知見を得ることができた。

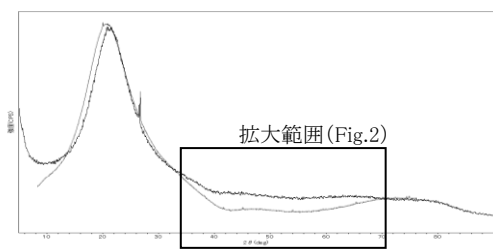


Fig.1 結晶化評価結果

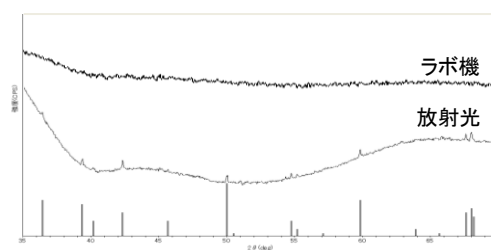


Fig.2 微量成分の検出比較