



【シンクロtron光計測入門講習会】測定・解析実習 BL5S2

村井 崇章、杉山 信之、野本 豊和
あいち産業科学技術総合センター 共同研究支援部

キーワード：測定実習、粉末 X 線回折、金属錯体、セラミックス材料

1. 背景と研究目的

物質の構造解析の汎用的な測定方法として粉末 X 線回折測定は、非常に簡便に測定できることに加えて、得られる情報が多岐にわたることから、セラミックスなどの無機材料の分野からプラスチックなどの有機材料の分野まで広く利用されている分析手法である。本実習では、シンクロtron光を用いた粉末 X 線回折の利用を検討している研究開発者向けに実習を開催した。BL5S2 での実習においては、参加者が持ち込んだ試料について粉末 X 線回折測定を行い、その場でデータ解析に取り組むことにより、参加者の粉末 X 線回折測定及び解析のスキルを向上させることを目的とした。

2. 実習内容

BL5S2 での粉末 X 線回折測定において、試料準備から解析までの一連の流れを確認してもらうため、実習は少人数のグループに分けて、以下の項目について行った。

(1) ガラスキャピラリー試料作製の体験

試料をガラスキャピラリーに封入する作業の実習を行った。今回の実習で持ち込まれた試料は、セラミックス材料、ならびに金属錯体であった。事前に粉碎していない試料については、乳鉢で細かく磨り潰したのちに、ガラスキャピラリーに充填した。ここでは、用意した $\phi 0.3 \text{ mm}$ のガラスキャピラリー（リンデマンガラス製）に試料を封入した。

(2) BL5S2 での粉末 X 線回折測定の体験

装置への試料の取り付けと測定条件の設定、測定終了後までの流れを確認した。今回すべてのグループにおいて、 12.4 keV ($\lambda = 1 \text{ \AA}$) の X 線を用いて回折パターンを測定した。また、複数個の試料を準備したグループには自動測定機能を体験してもらった。

(3) 測定結果の描画・解析

得られたデータの説明をした後、得られたデータの確認と解析方法を紹介した。

今回測定した試料のスペクトルを図 1 に示す。今回の実習では、BL5S2 の粉末 X 線回折測定の特徴である、配向の影響が少なく、かつ短時間での測定を体験してもらった。本実習を通じて参加者が実際に測定を経験したことにより、今後のあいち SR での粉末 X 線回折測定の参考になれば幸いである。

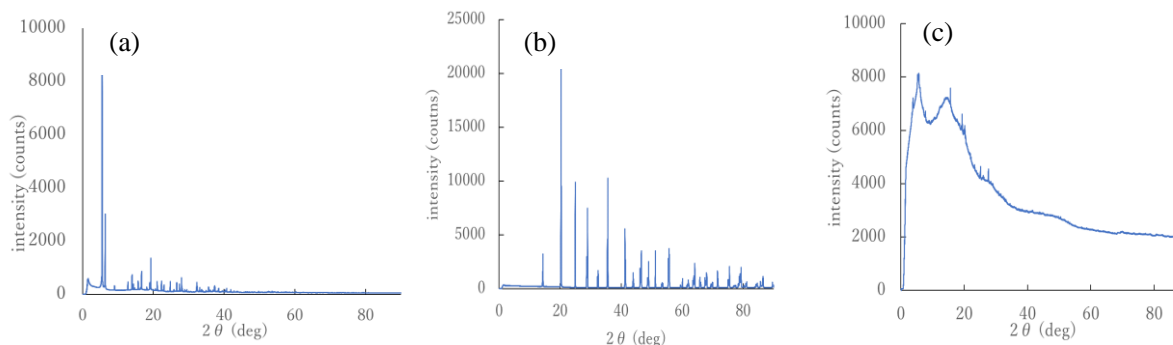


Fig.1 シンクロtron光を用いた粉末 X 線回折スペクトル
(a)セラミック材料(Zr系), (b)セラミック材料(Ti系), (c)金属錯体