

# 大学間連携による X 線回折技術向上の試み

志田賢二

機器分析グループ

## 1 はじめに

X 線回折分析は金属やセラミックスを始めとする多くの材料の研究開発に広く実用化されている分析方法である。熊本大学工学部では 2 台の学部共用装置の他、学科、研究室所有の多くの X 線回折装置が教育研究に用いられている。これらの装置の保守管理、操作講習、依頼分析を 2 名の技術職員にて担当している。どのような分析装置にも言える事であるが、装置の進化により測定方法による差はほとんど無く、データの解析技術が非常に重要となっている。H28 年度より他機関の技術職員と連携し分析・解析技術の向上を目指す技術研鑽のためのグループを立ち上げた。本年度に実施した取り組みについて報告する。

## 2 平成 29 年度の取り組み

### 2.1 2017 年度 機器分析技術研究会 in 長岡 での発表

本年度の最初の活動として、大阪大学、埼玉大学、鳥取大学、熊本大学の 4 大学 6 名にて同一試料の分析を各機関で行い、分析試料の調製技術について検証を行った。大阪大学提供の単結晶シリコン（図 1）を各機関で粉碎し、その粉末 X 線回折プロファイルの比較を行った。



図 1 単結晶 Si

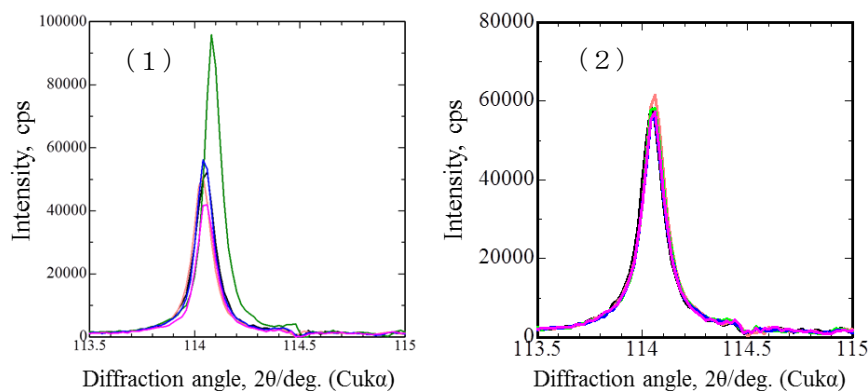


図 2 粉碎度合いによる Si 531 プロファイルの変化 (1) 粗粉碎、(2) 微粉碎

図2は本学で実施した実験結果の一部であるが、粗粉碎ではSi 531のプロファイルは測定毎にバラつきが大きかった。最大で2倍以上の強度の変化が観測された。一方で微粉碎をした試料では測定毎のバラつきは非常に小さかった。X線回折法において強度のバラつきは定性・定量分析のいずれにおいてもその分析結果に大きな影響を与える事は良く知られており、改めて試料調製の大切さを実感した結果であった。各大学間でも試料の粉碎方法が異なる事から、得られたピーク形状や繰返し再現性には違いが見られた。これらの結果を2017年度機器・分析技術研究会 in 長岡にて2件の研究報告[1]をおこなった。

(発表テーマ)

(P-14) 細胞破砕機を用いたX線回折用試料の作製

～いまさらながら「粉末X線測定の基礎と落とし穴」～

○齋藤 希<sup>1</sup>、志田 賢二<sup>1</sup>、松井 陸哉<sup>2</sup>、徳永 誠<sup>3</sup>、川村 和司<sup>4</sup>、田中 高紀<sup>4</sup>

(1 熊本大学、2 鳥取大学、3 埼玉大学、4 大阪大学)

(O-A03)大学間連携によるX線回折基礎技術の向上の試み

～いまさらながら「粉末X線測定の基礎と落とし穴」～

○志田 賢二<sup>1</sup>、齋藤 希<sup>1</sup>、松井 陸哉<sup>2</sup>、徳永 誠<sup>3</sup>、川村 和司<sup>4</sup>、田中 高紀<sup>4</sup>

(1 熊本大学、2 鳥取大学、3 埼玉大学、4 大阪大学)

## 2.2 定量分析技術研修会の開催

機器分析技術研究会での発表以降、一緒に技術研鑽をしたいという技術職員からの問い合わせが相次ぎ、技術研修会の開催を求める声が集まる結果となった。大学連携研究設備ネットワーク事業の主催にて「X線回折 定量分析研修会」を開催した。

### 開催概要

日時 2018年3月14日(水)～3月15日(木)

場所 熊本大学 工学部付属 工学研究機器センター

主催 大学連携研究設備ネットワーク事業

参加者 12名(熊本大、長崎大、鳥取大、大阪大、三重大、横浜国立第、埼玉大)

### プログラム

講師：(国研)産業技術総合研究所 新エネルギー開発グループ グループ長 竹市信彦氏  
株式会社リガク 榎 譲氏

3月14日 (研究棟Ⅳ 3階会議室)

10:00 - 10:10 開会の挨拶 (熊本大学 宇佐川 毅 工学部長)

10:10 - 12:00 検量線法による定量分析(測定編)

12:00 - 13:00 昼食

13:00 - 15:00 検量線法による定量分析(解析編)

15:00 - 17:00 リートベルト解析による定量分析(測定編)

19:00 - 21:00 情報交換会(参加費 参加者負担)

3月15日

9:00 - 13:00 リートベルト解析による定量分析（解析編）

13:00 - 14:00 マテリアルインフォマティクスの説明（MI<sup>2</sup>I 伊藤 聡 拠点長）

研修会ではX線回折法の中級者を対象とし、検量線法による定量分析、およびリートベルト法による定量分析をテーマとした。実習では内部標準添加による検量線法による定量分析を行った。酸化亜鉛 - 酸化アルミニウム系混合粉末を分析対象と設定し、内部標準物質としてケイ素粉末を使用した[2]。リガク社 槇氏の指導の下、測定・解析を進め濃度未知試料の定量値を精度良く導く事ができた。

リートベルト解析による定量分析では解析用ソフトのインストール、動作確認に少々時間を要したが、産総研 竹市氏の指導でパラメーターの精密化手順を一つずつ確認しながら解析を進める事ができた。

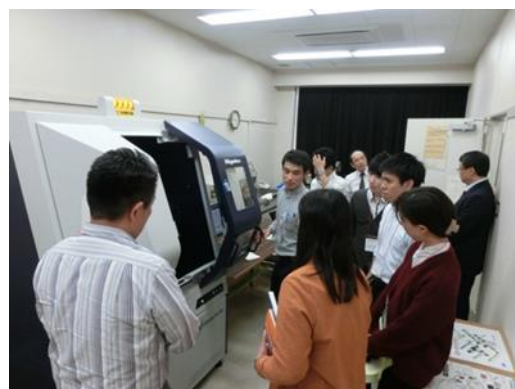


図3 実習風景

今回の研修会の大きな成果として、X線回折法による2種類の定量分析法を実習通じて学ぶ事で各自の分析・解析スキルを自己認識できた事が挙げられる。参加者からは、今回の研修会がX線回折による定量分析を始める良い契機になったとの感想を頂いている。一方で同じ分析を業務とする他機関の職員との交流も活発に行われ、今後も継続して人的交流、技術研鑽を行いたいとの声が多数寄せられた。

### 3 まとめ

本年度は技術研究グループを立ち上げた際の目標である大学の枠を越えたX線回折法を通じた「研究発表」および「技術研修」を実施する事ができた。これに加えて、装置の保守や設定等に関してもメーカーリストを通じて相談、アドバイスを（うける）事が何度か行われていた。このように同じ分析装置を担当する技術職員同士が交流し、技術研修を行うことは非常に有意義な事であり、技術力の向上に直結する良い機会であった。上記の2件の活動内容に加えて、未知試料を送付し各大学で定性、定量分析する試みや技術研修の計画が現在進行中である。

### 4 参考文献

- [1] 2017年度 機器・分析技術研究会 in 長岡 報告集, 平成29年8月, P32-33 - P138-139
- [2] 株式会社リガク編 “X線回折ハンドブック”, 2006年8月, P62-71