#### 第49回分析技術共同研究検討会

#### 材料評価

X線粉末回折法による定量分析に関する 共同研究について



三重県科学技術振興センター 工業研究部窯業研究室 主任研究員 林 茂雄

#### 1. 共同研究の概要

#### 1-1. 共同研究の内容

事務局から配布された光触媒材料である酸化チタン粉末を未知試料として、参加者がX線粉末回折強度を測定し、その測定データを手引き書などに従って解析し、未知試料の相組成分析(定量分析)を行った。なお、本共同分析における解析方法は、リートベルト法とした。

本共同研究を通じて、参加者がX線粉末回折法による定量分析の特徴を理解し、分析方法を習得することが期待される。

#### 1-2. 共同研究実施日程

試料送付日 平成18年6月20日

報告書提出期限 平成18年8月31日

検討会期日 平成18年12月1日

検討会会場 宮城県仙台市 ハーネル仙台

- 1-3. 配布物
- (1)未知試料(1種類)

日本アエロジル(株) AEROXIDE TiO2 P25(Lot.4165122898)

- (2)手引き書等
  - ①共同分析の手引き書
  - ②解析ソフトウェアのダウンロードとインストール方法の手順書
  - ③X線回折データの変換プログラム(XFER)の使用方法
  - ④報告書に添付するデータファイル等の作成方法
  - ※具体的な解析に関する手引き書は配布しないが、過去2回の 共同分析に関する手引き書等を分析分科会のホームページに 公開した。
- (3)配布ソフトウェア
  - ①プログラムDISPの修正版
  - ②X線回折データをプログラムPFLSで読み込めるデータ形式に変換するプログラム
  - ③追加配布: プログラムPFLSの修正版(Windows版のエラー回避用)

#### 2. 共同研究参加機関

申込数 23件

報告数 22件

回答率 約95%

## 3. 共同研究結果の報告手順

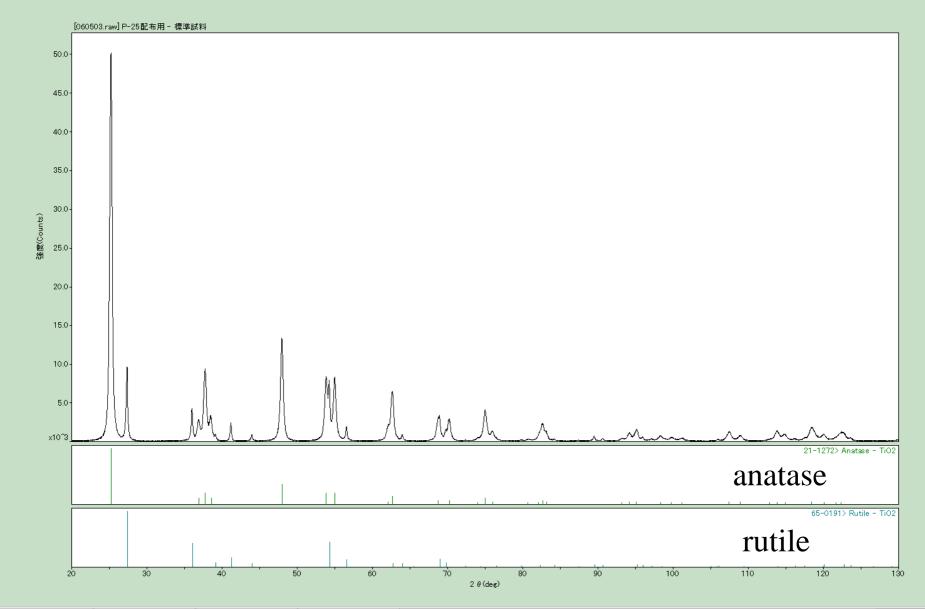
解析結果は、報告書のシート1(分析担当者の氏名等を記入)、シート2(分析結果を記入)、およびシート3(質問や意見を記入)に記入し、リートベルト法の解析結果データファイルと最終パターンフィッティング図の画像データファイルも併せて報告することとした。

# 4. 共同研究結果

C:¥WINNT¥Profiles¥Admi...

□C:¥WINNT¥Profiles¥Admi... | ML Jade 5 [Administrator/ Ξ.

# 4-1 定性分析結果 酸化チタンP-25



# 4. 共同研究結果

機関番号	01-1	04-1	04-1	06-1	07-1	08-1	15-1	16-2	17-1	19-3	20-3	21-2	22-1	23-1	24-1	26-1	36-1	36-1	39-1	40-2	41-1	47-1
分析者	長野伸泰	伊藤伸広	曾根宏	松木和久	宇津木隆宏	小島均	中川昌幸	成田博	早川 亮	野々部恵美子	立石賢司	林茂維	本保栄治	佐々木直哉	呉籐勝彦	宫内宏哉	郡寿也	山下有平	伊吹哲	南守	福元豊	中村英二郎
a 武料名	酸化チタン22				酸化チタン16							酸化チタン14	酸化チタン03	酸化チタン06	酸化チタン05		酸化チタン07	酸化チタン02			酸化チタン04	酸化チタン11
b 装置の名称,形式等	マック・サイエン ス製MO3X-HF	Philips X'Pert Pro	Philips X'Pert MPD	リガク RAD-IIB (X化)	リガク RINT 2500VHF/PC	リガク RINT2000 ULTIMA+	リガク RINT- Ultima <b>Ⅲ</b>	リガク RINT2100	リガク RINT2400	リガク RINT2000	マック・サイエ ンス MXP3	リガク RINT2500PC	リガク RAD-RVB	マック・サイエ ンス SRAM18XHF	リガク TTRIII-FK	リガク RINT Ultima <b>II</b>	リガク RINT UltimaⅢ	リガク RINT2200	Philips X'PERT PRO	リガク RINT- 2550V	JEOL JDX-3530	島津製作所 XD- D1
<ul> <li>X線回折強度測定法</li> <li>X線管球の種類</li> </ul>	封入式管球	封入式管球	封入式管球	封入式管球	回転対陰極X線	封入式管球	封入式管球	封入式管球	回転対陰極X線	回転対陰極X線	封入式管球	回転対陰極X線	回転対陰極X線	回転対陰極X線	回転対陰極X線	封入式管球	封入式管球	リガク 封入式管球	封入式管球	回転対陰極X線	封入式管球	封入式管球
2) 管球のターゲット (対陰極)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	管 銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	管 銅(Cu)	管 銅(Cu)	銅(Cu)	管 銅(Cu)	管 銅(Cu)	管 銅(Cu)	管 銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	管 銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)
<ol> <li>X線管球の作動条件 管電圧(kV)</li> </ol>	40	30	30	40	50	30	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	45	40	40	40
管電流(mA)	40	40	45	30	300	30	40	40	200	150	40	300	80	150	100	40	40	40	40 無1. (7.144-の利	200	30	30
4) モノクロメータ 5) コータスーク十回	回折側	## 220	無 220	回折側	回折側	回折側	四折側 入射側 285	回折側	あり 185	回折側	回折側	回折側	回折側	回折側	回折側	回折側	回折側 285	回折側	無し (7479-074 類:Ni) 240	回折側	回折側 170	回折側
6) 発散スリットDS(*) 7) 受光スリットRS(mm)	1 0, 15	1 0, 1	1 0.1	1 0, 3	1 0, 15	1 0.3	2/3 0.15	1 0.3	1 0, 15	1 0, 15	1 0, 3	1 0, 15	1 0. 15	1 0. 15	1/2 0, 15	2/3 0, 3	2/3 0, 3	1/2	0.25 2.17	1 0, 15	1 0, 2	1 0, 3
<ul><li>8) 散乱スリットSS(*)</li><li>定時ステップ走査法</li><li>9) における走査範囲</li></ul>	1 20, 02~80, 00	1 20~80	1 20~80	1 20~90	1 15~90	1 20~80	2/3 18~80	1 18~80	1 10.0~90.0	1 18~80	1 15, 02~80, 00	1 20~130	1	1 5~80	1/2 10~120	2/3 20~90	2/3 20~130	1/2 10~130	2.17 20~90	1 10~130	1 20~80	1 18~80
degree(2 θ) 定時ステップ走査法 10) における走査ステッ	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0. 02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0. 02	0.02	0.02	0.02	0.02
ブ幅 degree(2 θ) 定時ステップ走査法 11) における計数時間	8	3	3	8 (0.5 s × 16	1	6	8	4	1. 6	2	4	4	4	2	20	10	10	2	8	2	32	4
sec. 12) 武料の回転 rpm	なし	なし	なし	回) なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	60	なし	なし	なし	なし	60	30	なし	なし	なし	なし
走査範囲における最 13) 大回折ピーク強度 counts	17525	4070	4054	27, 726	15270	12910. 1	8044	25626	14205.6	27122	11930	73709	9707	15394	24530	14536	11241	535	58042	25977	7552	15167
d 試料に存在する相の 数と名称(鉱物名	2	2	2	2	2	9	2	9	9	2	2	9	9	2	2	9	9	2	2	2	9	9
2) 各相の名称	rutile, anatase	酸化チタン (Rutile) 、酸 化チタン (Anatase)	Rutile, Anatase	Anatase, Rutile	Rutile-Ti02, Anatase-Ti02	Rutile, Anatase	Rutile, Anatase	ルチル、アナ ターゼ	Rutile, Anatase	Anatase, Rutile	Anatase, Rutile	ルチル (Rutile)、アナ ターゼ(Anatase)	Anasase, Rutile	Anatase, Rutile	Anatase, Rutile	rutile anatase	TiO <sub>2</sub> (ルチル) TiO <sub>2</sub> (アナターゼ)	Ti02(Rulile), Ti02(Anataze)	Anatase Rutile	アナターゼ、ルチル	Anatase , Rutile	Rutile, Anatase
解析条件 (リートベ ルト法																						
<ol> <li>リートベルト法のた めのプログラム名称</li> </ol>	pflsxe	PFLSX	pfls	pflsxe ver 5.00	PFLS(ver. 5.00)	PFLSXE	PFLS	PFLSXE	PFLSX	PFLS	RIETAN-2000	PFLS Ver. 5.00	PFLS (Pf1sxe.exe)	PFLS	RIETAN-2000	PFLS	pf1sx	pflsx	PFLS	PFLS	PFLS	Pflsxe
2) 解析範囲degree (2 θ)	20. 02 ~ 80. 00	20 ~ 80	20 ~ 80	20-90	15~90	20-80	18-80	18-80	15.0 ~ 79.5	18-80	15. 02 ~ 80. 00	20-130	15.0 ~ 79.5	15 ~ 79.5	10 ~ 120	20 ~ 90	20 ~ 110	20 ~ 90	20 ~ 90	30 ~ 130	20 ~ 80	18 ~ 80
3) 解析に用いたバック グラウンド関数 多項式バックグラウ	多項式	多項式	多項式		多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式	多項式
多項式パッククラワ ンド関数の場合、そ の次数	5次	5次	5次		5次	5次	5次	5次	5次	5次	5次	5次	5次	5次	6次	-	5次	5次	5次	5次		5次
4) 使用したプロファイル関数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数		擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数	擬似ヴォイト関 数
プロファイル関数の 5) 計算打ち切り強度 counts	8.7	4. 1	4.1	6.7	1.1	6	8	4. 1	-	2. 3		4.9	6. 1	1. 7		0	11. 2	2	5. 5	2. 1	32	
あるいは、計算打ち 切り条件等											最高ピーク強度 の0.1%				Peak Position ± FWHM×7.00							0.10%
精密化を行ったパラ 6)メータの種類及び拘 東条件																						
パラメークの種類	b0~b5, Scale, t0, a,b,c, U,V,W, a0~a2, e/ml., e/mH, Temp	バックグラウンド、20の零点補 正、プロファイ ルバラメータ (格子定数、単称 性、プロファイ ルの形状、ス ケール母子、全 体の温度因子)	バックグラウン ド関数、ビーク の関係。 ドロウ の内等点補正関数の項 生態幅。 発子定数、 性性、 疑似ポイド 関数のη、ス 温 度因子	Automaticで フィッティング できました。	バックグラウン ド間数 (5次)、 A 2 0 等点値正 終 毎 非対称性。 最 非対称性。 別 2 7 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2	bi, t0, a, b, c, alpha, beta, gamma, U, V, alpha, beta, gamma, U, V, alpha, bi, al, e/mi0, e/mi1, e/mi0, e/mi1, Scale, Iemp	バックグラウン ド間数の各・ボラ点 補正、格子定 熱、半価値 ファイルデは ファイルデは 日 カータ、各相に対 るスケール因子	バックグラウン ド関数、半年 明 ボール 格子化 補正、化一タイ化 補正、格子化 成、スケール子 よ 、	バッタタブラウント 関 数、格子定数、 半値幅 非対称 性で 54-9、ヴォイ ド 関数の カバラト- タ、スケー4 因子	b0, b1, b2, b3, b4, b5 (パックタ)ラント関数 点語 にご、a, b, c (格子定数)・U、(2 6 零点 数 (4 元 数 数 点)・(4 元 数 数 点)・(4 元 4 元 3 元 3 元 4 元 4 元 4 元 4 元 4 元 4 元	2.6 零点権正、 バックグラウン・ ド間数の各パラ メータ、尺度因 イ・関数のイラ メータ(対応器・ 関数の平値艦パ 製、ローレンツ 製、ローレンツ メータ、 メータ、 メータ、 メータ、 メータ、 (対応形式 メータ、 (対応形式 メータ、 (対応形式 (対定形式 (対定形式 (対定形式 (対定形式 (対定形式 ()))) ()) ()) ()) ()) ()) () () () () (	パックグラウン ド間数・ビータ点 ・ボータの、パロラク・ダーター ・ボータン・パロライン・ボーター ・ボータン・ボーター ・ボースー ・ボー ・ボースー ・ボースー ・ボースー ・ボースー ・ボー ・ボー ・ボー ・ボー ・ボー ・ボー ・ボー ・ボー ・ボー ・ボ	バックグランド、プロファイ ル、η	バックグラウッ	, PREF (101) CELLQ	b5, t0, a, U, V, W, a	バックグラウンド、ピーク位置 (10)、格子定 数、半値幅、非 対象性、低角及 び高角側のヵ	b0~b5, t0, a, b, c, α, β, α, β, α, β, γ, 0, γ,	1	バックグラウン ド関数、ビーク 位置の零点域 正、格子定数、半値展、プロ対 存性パラメー 海角度におけるヵ パラメーのス、混 度因子		<ul><li>パッタダラウンド関数、回折線位数、回折線位置</li><li>ロファイル形状</li></ul>
拘束条件	各成分の温度因 子は同じとし た、構造パラ メータ (α,x,y,z,Biso) は文献値で固定	結晶構造パラ メータ (個々の 原子の位置座 標、温度場子、 席占(文配) 期値(文配向補) なし なし	構造 (文献値)		精密化を行った すべてのパラ メータについて 拘束条件なし	alpha, x, y, z, Biso	すべての成分は 異なるとします。 サイン サイン サイン アイン アイン アイン アイン アイン アラン できる アイン できる アイン できる アイン できる アイン	結晶構造パラ メータは固定	構造パラメーウ, K α1とKα2の強 度比	プロファイルの 形に関するパラと も同じ値を持 つ、全体の温度 因子は各成分と も同じ値を持 つ、一次である。	第2相のプロファ イル関数パラ メータを第1相と 同一に拘束	全体の温度因子 をルチルとアナ ターゼで同じと した	半値幅		Rutile (0, y)=(0, x)	温度因子が第1 相と第2相で同 一				構造パラメータ は初期値で固定		I α1/I α2の強度比固定、温度 度比固定、温度 因子は同じ、構造パラメータ文 献値
7) 信頼度因子 R.	0. 04509	0. 07449	0. 07449	0. 04053	0.05601	0. 04224	0. 05391	0. 05142	0. 03954	0. 03998	6, 86	0. 0385	0.06249	0. 04547	4. 40%	0. 04994	0.06859	0. 17794	0. 03698	0.04939	0. 07262	0. 03544
R <sub>ef</sub>	0.06690	0. 10892 0. 0916	0. 10892 0. 0916	0.05734	0.07497 0.05153	0.04224 0.06183 0.04241	0. 05391 0. 07553 0. 06159	0.06613 0.06613	0. 05896 0. 04892	0.0601 0.03557	9. 92	0. 0522 0. 0263	0.08635	0.04547	6. 41%	0.073	0.09799	0. 26217 0. 21012	0. 08854 0. 01252	0.04939 0.06715 0.04953	0.10329	0.04782
S (GOF)	0. 04274 1. 565	0. 0916 1. 189	0. 0916 1. 189	0. 03669 1. 563	0. 05153 1. 455	0. 04241 1. 458	0.06159 1.226	0.06613 0.03642	0. 04892 1. 205	0, 03557 1, 69	5. 47 1. 81	0. 0263 1. 982	0. 06199 1. 393	0. 04786 1. 404	4. 64% 1. 38%	0. 073 1. 412	0.06151 1.593	0. 21012 1. 248	0. 01252 7. 073	0, 04953 1, 356	0.0652 1.584	0, 03905 1, 225
f 分析値 第1相		酸化チタン															Ti02(アナター					
名称 定量值(%)	anatase 85.2	(Anatase) 84.9	Anatase 84. 9	Anatase 85.4	TiO2-Anatase 85.7	Anatase 85, 1	Anatase 85.3	アナターゼ 85.4	Anatase 85	Anatase 85.3	Anatase 84.4	アナターゼ 85.2	Anatase 85. 1	Anatase 85	Anatase 85.4	Anatase 85.04	1102(アナター ゼ) 84.1	Anataze 84.8	Anatase 84.5	アナターゼ 85.404	Anatase 84, 3	Anatase 84.6
第2相 名称	rutile	酸化チタン	Rutile	Rutile	Ti02-Rutile	Rutile	Rutile	ルチル	Rutile	Rutile	Rutile	ルチル	Rutile	Rutile	Rutile	Rutile	Ti02 (ルチル	Rutile	Rutile	ルチル	Rutile	Rutile
		(Rutile)			14. 2	14. 9	14. 7	14.6	15	14. 7	15. 6	14. 8	14. 9	15	14.6	14, 96	15.9	15. 2	15.5	14.596	15. 7	15. 4
定量值(%)	14. 8	15. 1	15. 1	14.6	14. 2																	15.4

# 5. 認定書の発行基準

提出された分析値をZスコア法(JIS Q00043-1:1996)に拠って統計的解析を行い、Zスコアが2以下で、かつ、X線粉末回折データの解析に用いたリートベルト法における重み付き信頼度因子(*Rwp*)の値がO. 15(15%)以下のものを合格とした。

#### ただし、・・・

報告書の「精密化を行ったパラメータの種類及び拘束条件」において、「パラメータの種類」が未記入(2名)、不足や誤っている(3名)ものがあった。また、「拘束条件」が未記入(6名)、不足や誤っている(10名)ものがあった。

しかし、リートベルト法の解析結果データファイルを検証した結果、解析そのものは問題なく実行されていたことから上記認定書の発行基準を満たすものは、合格とした。

機関番号<u>08-1</u>(小島)

- ・今回のXRD測定は、回転試料台が不調のため「回転なし」で測定しました。試料回転の効果、回転なしの解析への悪影響はあるのでしょうか。
- ⇒第47回分析技術共同研究で10成分系混合試料を回転させた場合と非回転の場合での解析結果を比較をしましたが、回転有りの方が観測値と計算値の一致度を示す信頼度因子の値が低くなり、より正確な解析が可能でした。

粉末X線回折法では、試料粒子が微細結晶で、試料ホルダ内ではすべての方向に無配向(random orientation)であることが前提です。 試料を面内回転することは、この条件を満たす方向に効果があります。

ですから、試料の粒径を10µm以下に調整して無配向状態にすることに加えて、面内回転することで、X線回折データの正確さをさらに増すことが可能です。

機関番号08-1(小島)

- •XRD測定試料の調整は、手作業での試料調整が困難でしたので、 東京科学(株)製粉末試料成形機TK-750を用い加圧成形しました。 試料成型条件は、解析結果に影響があるのでしょうか。
- ⇒試料ホルダへの充填における人為的誤差(偶然誤差)を減少する ために、成型機を使用する方法があります。

試料成型条件、すなわち正しい試料作成が行える条件を逸脱すると、解析結果に影響があります。

機関番号22-1(本保)

- 得られた結果から定量精度は、評価できますか。
- ⇒真の値が未知ですから定量の正確さ(accuracy)の評価は困難ですが、統計的なバラツキを表す精度(precision)の評価は、誤差伝播の一般式から導いた次式にて、スケール因子の標準偏差から見積もることが可能です。

#### 統計誤差

$$\sigma(W_m) = W_m \left[ \left\{ (1 - W_m) \left( \frac{\sigma(S_m)}{S_m} \right) \right\}^2 + \sum_{k \neq m}^N \left\{ W_k \frac{\sigma(S_k)}{S_k} \right\}^2 \right]^{1/2}$$

 $\sigma(S_m)$  :スケール因子の統計誤差

(Toraya, 1999)

#### 系統誤差

$$\Delta(W_m) = W_m \left\{ (1 - W_m) \left| \frac{\Delta(S_m)}{S_m} \right| - \sum_{k \neq m}^N W_k \left| \frac{\Delta(S_k)}{S_k} \right| \right\}$$

 $\Delta(S_m)$ :スケール因子の系統誤差

(Toraya, 1999)

機関番号22-1(本保)

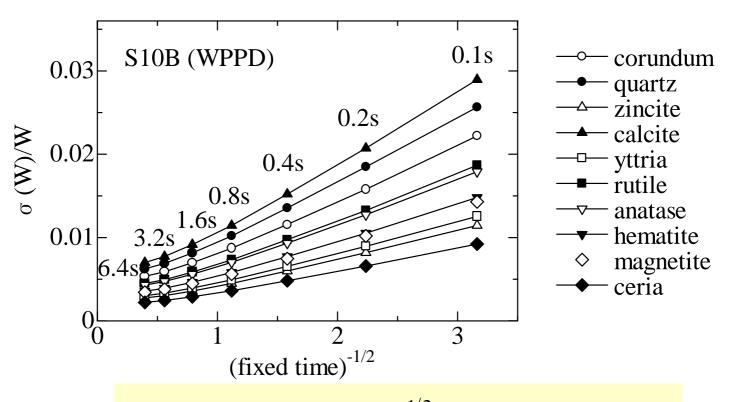
- 得られた結果から定量精度は、評価できますか。
- ⇒解析結果から統計誤差を求めた一例を示します。

	スケールパラメータ	スケールパラメータの標準偏差	式数(Z)	格子体積(U)
anatase	4.70284	0.00680	4	136.232
rutile	0.81747	0.00325	2	62.417
	スケール因子	スケール因子の標準偏差	重量分率(%)	統計誤差
anatase	0.008630204	0.000012477	85.192	0.053
rutile	0.006548440	0.000026019	14.808	0.053

$$\sigma(W_m) = W_m \left[ \left\{ (1 - W_m) \left( \frac{\sigma(S_m)}{S_m} \right) \right\}^2 + \sum_{k \neq m}^N \left\{ W_k \frac{\sigma(S_k)}{S_k} \right\}^2 \right]^{1/2}$$

$$\sigma(S_m) : \text{スケール因子の統計誤差} \qquad \text{(Toraya, 1999)}$$

#### 計数時間の短縮に伴う統計誤差の増加



統計誤差

$$\frac{\sigma(W_m)}{W_m} \propto \left(\frac{1}{W_m} - 1\right)^{1/2} \left(\frac{\Delta 2\theta}{T}\right)^{1/2}$$
(Toraya, 2000)

計数時間が1/10になると、統計誤差は約3倍

#### 機関番号26-1(宮内)

- ・本年度から初参加のため、平成16・17年度の内容が十分に理解できておらず、結果は得られたものの、その結果が正しいのか、評価・検証する方法がわからない。
- ⇒パターンフィッティング法における解析結果の評価としては、次の 3点が考えられます。
- (1)重み付き信頼度因子(Rwp)の値が小さい(試料の結晶状態やX線回折データの質にもよるが、10~15%以下)か。
- (2)パターンフィッティング図において、観測値(実験データ)と計算値の差である残差プロットが小さいか。
- (3)精密化した各種パラメータの値が、合理的であるか。

機関番号36-1(山下)

•pflsx実行時、オートマティックで解析を行うと異常終了した。そこで、マニュアルで先ず「 $b0\sim b5$ , t0」を精密化、次に「a, b, c,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ]、その後「U, V, W」、「 $a0\sim a2$ 」、「e/mL0, e/mL1, e/mH0, e/mH1」、「Scale, Temp」という順序で部分的に精密化させた。その方法で正しい値が出ているのかどうか解らない。

⇒測定データの質が悪いこと(最大回折線強度が500カウント程度)が原因で、オートマティック解析が異常終了したと考えられます。 精密化の方法について、パラメータを個々に(部分的に)精密化することは問題ありませんが、最終的に精密化すべきパラメータを全て精密化する努力は必要です。

機関番号39-1(伊吹)

•D.F.のFWHMを1、0.5、0.25、0.1と設定してもParameter divergence!!!というメッセージがでて収束しませんでした。D.F.全てを0.5に設定するとRwp factor dose not change.となり収束しませんでした。

⇒プログラムPFLSでの非線形最小二乗法サイクル(パラメータの精 密化過程)にて、発散する等の問題にて解析が終了しない場合は、 ダンピングファクターを半値幅(FWHM)、ピークの非対称性パラメー タと減衰率(Ae/m)に設定してみる等の工夫をしてください。ダンピン グファクターは、1以下の値を用います。例えば、0.5,0.25,0.125, ...のように2<sup>-n</sup>で徐々に小さい値にしていき、最小二乗法サイクルが 実行できる値を見いだすとよいでしょう。ただし、あまり小さな値のま まで収束すると、真の収束値ではない可能性がありますので、その 場合は、ダンピングファクターの値を元に(1に)戻して最終解を求め てください。【平成17年度のガイダンスより】

#### 機関番号40-2(南)

・解析範囲を10°からとすると、うまくフィッティングできず信頼度因子がかなり大きな値を示しました。これは、低角度では試料部分から入射X線がはみ出すことによるものなのでしょうか?

⇒試料ホルダーの有効幅=20mm, ゴニオメータ半径=185mm, 発散スリット(DS)が1°の場合、 $2\theta = 20$ °より低角度側で入射X線が試料からはみ出し、照射X線量が減少するためピークの相対X線強度が下がります。

このことから、低角度側にピークが存在しない今回の試料の場合は、2 $\theta$  = 20°からを解析範囲にすることがよいと考えます。

なお、低角度側も解析範囲に加える場合であっても、バックグラウンド関数(多項式であれば4次以上の関数)を用いれば、適切な解析が可能です。