平成18年11月30日

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
 報告書提出期限
 承付計会期日
 検討会場
 マ成18年6月20日
 平成18年7月1日
 マ成18年12月1日
 マ成1会市 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 4-1. 定性分析結果 酸化チタンP-25

[060503.raw] P-25配布用 - 標準試料



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 売	野々部恵美子	立石賢司	林茂雄	本保宋治	佐々木直哉	吳藤勝彦	宫内宏哉	郡寿也	山下有半	伊吹哲	南守	福元豊	中村英二郎
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
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- UltimaⅢ	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 UltimaⅢ	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
X線回折強度測定法																		リガク				
1) X線管球の種類	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 管	封入式管球	封入式管球	封入式管球	回転対陰極X線 管	回転対陰極X線 管	封入式管球	回転対陰極X線 管	回転対陰極X線 管	回転対陰極X線 管	回転対陰極X線 管	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 管	封入式管球	封入式管球
 管球のターゲット (対除柄) 	銅(Cu)	銅(Cu)	銅 (Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅 (Cu)	飼(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅 (Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)	銅(Cu)
 X線管球の作動条件 																						
官電圧(kV) 管電流(mA)	40 40	30 40	30 45	40	50 300	30	40 40	40 40	40 200	40 150	40 40	40 300	40 80	40 150	40	40 40	40 40	40 40	45 40	40 200	40 30	40
4) エリカロメータ	ini termi	44	444	[0] #6/m]	10125-001	同時間	回折側	同時間	љ.n	同時間	[7]26/m]	[0]#6/m]	同時間	ात ३६७४	同婚期	同婚期	(7) 26-/ml	(7) 26-AU	無し (フィルターの種	同振闻	同振闻	同振闻
	E P D D	2004		101 DA	E DI ING	101 PG	入射側	E P I PG	0,77	E P D D	E PT ING	1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-1-	101 PT 103	HI PT PG	101 (FG	100 PT 00	E P I M	E P I Pa	類:Ni)	HI DI DO	H-101043	HI DI DI
5) (、 6) 発散スリットDS(゜)	185	220	220	185	185	185	285	185	185	185	185	185	185	185	285	285 2/3	285	285	240 0.25	185	170	180
 7) 受光スリットRS(mm) 8) 散乱スリットSS(*) 	0.15	0.1	0.1	0.3	0.15	0.3	0.15	0.3	0.15	0.15	0.3	0.15	0.15	0.15	0.15	0.3	0.3	0.3	2.17	0.15	0.2	0.3
 定時ステップ走査法 の) にわける未本等回 	20.02-20.00	20 - 20	20 - 80	20- 00	15- 00	20 - 80	18- 80	18- 80	10.0-00.0	18- 80	15 02- 80 00	20- 120	10- 80	5- 90	10- 120	20-00	20- 120	10- 120	20 - 00	10-120	20 - 20	18 - 80
degree(2 θ)	20.02 - 30.00	20 - 80	20 - 30	20 - 50	15 - 50	20 - 00	10 - 00	10 - 00	10.0 - 30.0	10 - 00	13. 02 - 30. 00	20 - 130	10 - 00	5.00	10 - 120	20 - 50	20 - 130	10 - 150	20 - 30	10 - 130	20 - 00	18 - 80
0)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(2θ) 定時ステップ走査法				8 (0 5 - V 16																		
 における計数時間 sec. 	8	3	3	o (0.5 s × 16 回)	1	6	8	4	1.6	2	4	4	4	2	20	10	10	2	8	2	32	4
 試料の回転 rpm 主査範囲にセロス 単 	なし	なし	なし	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
 大回折ピーク強度 	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
counts 試料に存在する相の																						
<u>数と名称(鉱物名</u> 1) 相の数	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
		酸化チタン (Rutila) 酸			Rutile-Ti02			ルチル アナ				ルチル				rutile	Ti0。(ルチル)	Ti02(Rulile)		アナターゼ ル	Anatasa	
 各相の名称 	rutile, anatase	化チタン	Rutile, Anatase	Anatase, Rutile	Anatase-TiO2	Rutile, Anatase	Rutile, Anatase	ターゼ	Rutile, Anatase	Anatase, Rutile	Anatase, Rutile	(Rutile)、アナ ターゼ(Anatase)	Anasase, Rutile	Anatase, Rutile	Anatase, Rutile	anatase	Ti0 ₂ (アナターゼ)	TiO2(Anataze)	Anatase Rutile	チル	Rutile	Rutile, Anatase
解析条件(リートベ		(Anatase)																				
/ ルト法													DELC									
 りードベルド伝のた 1) めのプログラム名称 	pflsxe	PFLSX	pfls	pflsxe ver 5.00	PFLS(ver. 5.00)	PFLSXE	PFLS	PFLSXE	PFLSX	PFLS	RIETAN-2000	PFLS Ver. 5.00	(Pf1sxe.exe)	PFLS	RIETAN-2000	PFLS	pflsx	pflsx	PFLS	PFLS	PFLS	Pflsxe
2) 解析範囲degree(2 θ)	20.02 ~ 80.00	$20 \sim 80$	$20 \sim 80$	20-90	15~90	20-80	18-80	18-80	15.0 ~ 79.5	18-80	15.02 ~ 80.00	20-130	$15.0 \sim 79.5$	$15 \sim 79.5$	$10_{120} \sim$	20~ 90	20 ~ 110	$20 \sim 90$	$20 \sim 90$	$^{30}_{130} \sim$	$20 \sim 80$	18~~ 80
 解析に用いたバック 	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
<u>クラワンド開数</u> 多項式パックグラウ																						
 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 4) 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	9.7	4.1	4.1	67	1.1	e e	0	4.1	84	2.2	34	4.0	6.1	1.7	84	0	11.0	2	5.5	2.1	20	
5) 計算引ら909 知度 counts	0.1	4. 1	4.1	0.7	1.1	0	0	4. 1	_	2.3		4.9	0.1	1. /		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) メータの種類及び均																						
東条件																						
バラメータの種類	b0~b5, Scale, t0, a,b,c, U,V,W, a0~a2, e/mL, e/mH, Temp	パックグラウン 正、、プロケアイ ル、プロケアイ (格子定数、学 種種、非対称 性、プロファイ ルの形状、ス ケール因子、全 体の温度因子)	パックグラウンク に関数、ビークの 内容 系統手定数、 半値圏、非対称 生変数の な、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、	Automaticで フィッティング できました。	バックグラウン、 20 零点端正、格 子定弦、半道 転、非対称性、 擬似Voizt間類の リバラメータ、 スケール因子、 全体の温度因子	bi, t0, a, b, c, alpha, beta, a0, al, a0, al, e/mll, e/ml0, e/mll, scale, Temp	バックグラウン バ関数の各ペラ点 メーク、20 零点の 雑正。格子定 数、半価幅のパ フィイル形状に つアイル形状に つり、各相 のパラメーナ るスケール図子	パックグラウン ド関数、半価 幅、非対称性、 補正、格子定 数、スケー定 因 子、温度因子	ベックジラウンド間 数、格子定数、 半値編、非対称 性なジェク。ウォイ ド間表のカット り、次つ%因子	$b_{5}^{(1)}$ にないない (2.6) 参え (2.6) 参え (2.6) 参え (2.6) 参え (2.6) 参え (2.6) や (2.6) や (2	20 零点補正、 バッククラウン ド間数の各ペラ メータ、尺度因 イ、プロファイ 周数の半値幅パ ラメーク以、V、 取っと位幅パ ラメーク以、V、 数・ローレンツ関 数・ローレンツ関 数・2×クス、V、非 As(Houardの方 法))、格子定数	パックグラウク ド関数、ビーク 健置補正(零本 予定数、パーク ファイルパギ値 転、ポカカ、四 ファイルパギ値 転、ポカオやい。 たま たます たます パーク に、 本 のみ、 プーク 、 や コ ア・マ れ パーク に、 、 本 コ ファイル パーク に 、 本 コ ファイル パーク に 、 本 コ ファイル パーク 低 、 ポカオ や 式 ホ 、 大 ー ク 、 の 、 の 、 の コ ファイル パーぞ 低 、 ポカオ や 式 、 本 コ ファイル パーぞ 低 、 ポカオ や に 本 、 ホ 大 大 の 、 、 の 、 、 、 の 、 、 、 の 、 、 の 、 、 の 、 、 の 、 、 の 、 、 の 、 、 の 、 の 、 の 、 、 の 、 の 、 、 の 、 の 、 の 、 の 、 の 、 、 の 、 、 の 、 、 、 の 、 、 の 、 、 、 の 、 、 、 、 の 、 、 の 、 、 の 、 、 の 、 、 、 の 、 、 、 、 の 、 、 の 、 、 の 、 、 、 の 、 の 、 、 か ー 、 の 、 の 、 、 か ー 、 の 、 、 、 の 、 、 、 の 、 の 、 の 、 の 、 、 、 の 、 、 、 の 、 、 、 の 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、 、	バックグラン ド、プロファイ ル、η	パックグラウ0 ド国職王、格子 三部 三部 大学の スパケーク ル 因子、温 史 の 子 子	SHIFTN, BACKGROU ND, SCALE, FWBM, A SYM, ETA, ANISOBE, PREF(101) CELLQ , ANATASE(g, z, B) , Rutile(T; g, B) 0:g, x, y, B)	b0, b1, b2, b3, b4, b5, t0, a, U, V, a, b, a, U, V, a, a, U, V, a, a, a2, e/m0, e /mH0, e/mH 1 l	バックグラウン ド、ビーク位置 (10)、格子定 数、半値編、邦 対象性、低の び高角側のヵ	$\begin{array}{l} b0\ b5, t0, a, b, c, \\ \alpha, \beta, \\ \gamma, U, V, W, a0\ a2, \\ e/ml0, e/all, e, \\ H0, \\ e/mH1, Scale, Tem \\ p \end{array}$		パックグラウン ド間の零点補 に、格子でな、半値幅、プロ マテイルの非対 称性バラメー 角度におけるスス 度因子 に 度因子		^{n[*]} 2 ^{(3)*} [*] 2 ⁽³⁾
拘束条件	各成分の温度因 子は同じとし た、構造バラ メータ (a, x, y, z, Biso)	結晶構造パラ メータ(個々の 原子の位置座 標、温度因子の 期値(文献値)に	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 異なる半価幅の パラメータ値で ある. プロ ファイル形状に 関するバラメー	結晶構造パラ メータは固定	構造 ^{n[*] ラメータ} , K α1とKα2の強 度比	相に対するス ケール因子、全 プロファイルの 形に関するパラ メータ各成分と も同じ値を持 因子に各成分と	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の対 度比固定、温度 因子は同じ、構 造パラメータ文 献信
	は又厭値で固定	回 定、 配 回 補 正 な し					ッロ,同じ値で ある.			も回し値を授つ。												
7) 信頼度因子																						
R _P	0.04509	0. 07449 0. 10892	0.07449	0.04053	0.05601	0.04224	0.05391	0.05142	0.03954	0.03998	6, 86 9, 92	0.0385	0.06249	0.04547	4. 40% 6. 41%	0.04994	0.06859	0. 17794 0. 26217	0.03698	0.04939	0.07262	0.03544
R _E	0.04274	0.0916	0. 0916	0.03669	0.05153	0.04241	0.06159	0.06613	0.04892	0.03557	5. 47	0. 0263	0.06199	0.04786	4. 64%	0.073	0.06151	0. 21012	0.01252	0.04953	0.0652	0.03905
S(GOF) 分析值	1.565	1.189	1.189	1.563	1. 455	1.458	1.226	0.03642	1.205	1.69	1.81	1.982	1.393	1.404	1. 38%	1.412	1.593	1.248	7.073	1.356	1.584	1.225
第1相		酸化チカン															Ti02(ア・トカー					
名称	anatase	(Anatase)	Anatase	Anatase	Ti02-Anatase	Anatase	Anatase	アナターゼ	Anatase	Anatase	Anatase	アナターゼ	Anatase	Anatase	Anatase	Anatase	ゼ)	Anataze	Anatase	アナターゼ	Anatase	Anatase
定量值(%) 第2相	85.2	84.9	84.9	85.4	85.7	85.1	85.3	85.4	85	85.3	84.4	85.2	85.1	85	85.4	85.04	84.1	84.8	84.5	85.404	84.3	84.6
名称	rutile	酸化チタン (Rut ile)	Rutile	Rutile	Ti02-Rutile	Rutile	Rutile	ルチル	Rutile	Rutile	Rutile	ルチル	Rutile	Rutile	Rutile	Rutile	TiO2 (ルチル	Rutile	Rutile	ルチル	Rutile	Rutile
		(nutile)					14.7	14.6	15	14.7	15.0	14.0	14.0	15	14.6	14.00	15.0	15.0	15.5	14.500	15.7	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0.15(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<u>08-1</u>(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<u>22-1(本保)</u>

・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

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

$$\sigma(S_m) : \land f \leftarrow \mathcal{N} \boxtimes \mathcal{F} \subset \mathcal{O}$$
統計誤差 (Toraya, 1999)
系統誤差

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

 $\Delta(\mathbf{S}_m)$: 人
ケール因
ナの
糸
税
誤
差

(Toraya, 1999)

機関番号<u>22-1(本保)</u>

・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

$$\sigma(W_{m}) = W_{m} \left[\left\{ (1 - W_{m}) \left(\frac{\sigma(S_{m})}{S_{m}} \right) \right\}^{2} + \sum_{k \neq m}^{N} \left\{ W_{k} \frac{\sigma(S_{k})}{S_{k}} \right\}^{2} \right]^{1/2}$$
$$\sigma(S_{m}) : スケール因子の統計誤差$$
(Toraya, 1999)

計数時間の短縮に伴う統計誤差の増加



計数時間が1/10になると、統計誤差は約3倍

機関番号<u>26-1</u>(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<u>36-1</u>(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~b5, t0」を精密化, 次に「a, b, c, α, β, γ」, その後「U, V, W」, 「a0~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<u>39-1</u>(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⁻ⁿ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<u>40-2</u>(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、2θ=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、20=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。