

BL4B₂ 検出器多連装型粉末回折計により測定された回折データの処理

名工大セラ研 井田 隆

1. はじめに

KEK-PF 粉末回折ビームライン BL4B₂ には検出器系を 6 系統備えた検出器多連装型粉末回折計 (MDS) [1] が設置されており、高効率な回折強度データ収集が実現されている。各検出光学系には Ge (111) 平板単結晶アナライザが設置されているが、アナライザ結晶の面法線方向がゴニオメータの赤道面からずれると回折ビームの軸発散効果によりピーク形状が変形してしまうことがわかっている [2]。また、結晶アナライザの角度調整精度には限界があり、0.2° 程度のずれが残ることが避けられない。したがって、BL4B₂-MDS において、異なる検出器では観測される回折ピーク形状にわずかなずれが生じてしまうという本質的な問題がある。

そこで、われわれはフーリエ変換を利用して検出器ごとのわずかなピーク形状のずれを補正する方法を考案した [3]。本研究では、さらに回折光学系の収差によるピーク形状の非対称性を除去する方法を開発し、左右対称なピーク形状モデル関数を用いたフィッティングにより回折強度を抽出した。

2. 方法

波長 1.306 Å の X 線を用いた。標準 mica 粉末の 003 回折ピークを用いて、箱挿入法を適用して各検出器の散乱角と特性を評価した [4]。入射 X 線の分光強度分布評価の目的で標準 Si 粉末の 11 本の回折ピークを一つの検出器で測定した。フーリエ変換を用いた方法 [5] により軸発散収差の影響を除去し、擬 Voigt 関数と左右非対称な指数分布関数の畳み込みにより表現されるモデル関数をあてはめることにより分光強度分布の非対称性を求めた。

次に標準 ZnO 粉末の検出器多連装測定結果について、散乱角と補正、データの接続、軸発散収差効果の除去を施した。さらに標準 Si の測定により評価された分光強度分布特性由来の非対称性をフーリエ法により除去し、Voigt 関数を用いた個別プロファイルフィッティングにより回折ピーク強度の抽出を行った。

3. 結果

図 1 に一連のデータ処理により回折ピーク形状がどのように変化するかを示す。軸発散収差処理の影響は低角の回折ピークでのみはっきりと現れる (図 1b)。入射 X 線源の非対称的な分光強度分布の影響を除去した結果はほぼ左右対称な形状となり、左右対称なピーク形状モデル関数を用いて良くフィットする。

ピーク形状の対称化を施したデータに対するフィッ

ティングの結果から積分強度を見積もり、最小二乗法により構造パラメータを最適化した。結果を表 1 に示す。いずれの構造パラメータも妥当な値となり、この方法の有効性が確認された。

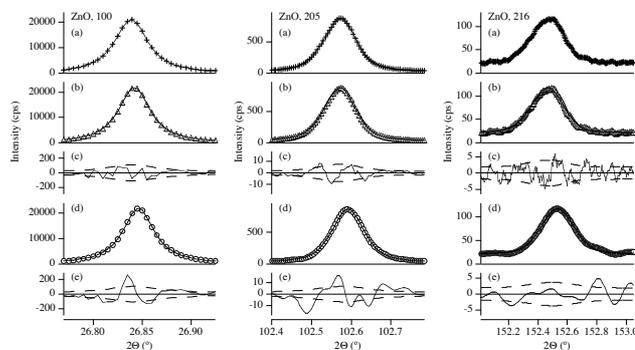


図 1 データ処理による回折ピーク形状の変化とカーブフィッティングの結果。(a) は生データ, (b) は軸発散収差除去処理後のデータ (△) とフィッティング曲線, (c) は軸発散収差除去処理後のデータについて見積もられた誤差範囲 (破線) と (b) におけるフィッティング残差 (実線), (d) は対称化処理後のデータ (○) とフィッティング曲線, (e) は対称化処理後のデータについて見積もられた誤差範囲 (破線) と (d) におけるフィッティング残差 (実線)。

表 1 最適化された ZnO の構造パラメータ

	This work	Abrahams & Bernstein (1969)	Albertson & Abrahams (1989)
Specimen	powder	single crystal	
Beam source	synchrotron X-ray, 1.306Å	MoK α 0.711Å	neutron, 0.833Å
No. of reflections	42/45	141/161	301/394
a (Å)	3.249847(18)	3.24990(4)	
c (Å)	5.20650(3)	5.20660(6)	
z (O)	0.3824(10)	0.3825(14)	0.3819(1)
$U(\text{Zn})$ (Å ²)		0.0080(3)	
$U(\text{O})$ (Å ²)		0.0086(9)	
$U_{11}(\text{Zn})$ (Å ²)	0.0073(2)		0.0073(4)
$U_{33}(\text{Zn})$ (Å ²)	0.0076(4)		0.0094(4)
$U_{11}(\text{O})$ (Å ²)	0.0073(10)		0.0056(4)
$U_{33}(\text{O})$ (Å ²)	0.0076(22)		0.0064(4)
R (%)	0.76	3.78	2.31
R_w (%)	1.71	5.12	3.67

文献

- [1] Toraya, H., Hibino, H. & Ohsumi, K. (1996). *J. Synchrotron Rad.* **3**, 75-83.
- [2] Ida, T., Hibino, H. & Toraya, H. (2001). *J. Appl. Cryst.* **34**, 144-151.
- [3] Ida, T. (2005). *J. Appl. Cryst.* **38**, 795-803.
- [4] Ida, T. & Iwata Y. (2005). *J. Appl. Cryst.* **38**, 426-432.
- [5] Ida, T., Hibino, H. & Toraya, H. (2003). *J. Appl. Cryst.* **36**, (2003).