 MLF Experimental Report	提出日 Date of Report 平成25年1月29日
課題番号 Project No. 2012AM0014 実験課題名 Title of experiment 中性子産業利用促進のためのデモンストレーション実験 実験責任者名 Name of principal investigator 石井慶信 所属 Affiliation (一財)放射線利用振興協会	装置責任者 Name of responsible person 石垣 徹 装置名 Name of Instrument/(BL No.) iMATERIA / BL20 実施日 Date of Experiment 平成24年10月24日

試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、結論等を、記述して下さい。(適宜、図表添付のこと)
 Please report your samples, experimental method and results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 試料 Name of sample(s) and chemical formula, or compositions including physical form. ① ルチル型二酸化チタン粉末 化学式:TiO ₂ ② アナターゼ型二酸化チタン粉末 化学式:TiO ₂ ③ ルチル型二酸化チタン・アナターゼ型二酸化チタンの混合粉末 化学式:TiO ₂ ④ 標準シリコン粉末 化学式:Si
--

2. 実験方法及び結果 (実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。) Experimental method and results. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons. 1. はじめに 放振協では、企業の中性子ビーム利用を希望される方々を対象に、利用計画の立案、中性子実験、データ解析、評価等の技術支援を行う「中性子ビーム実験サービス」を開始している。本サービスを利用することで、企業の方々が時間の有効利用が図ることが出来るので、研究開発のスピードアップに繋がると考えている。 放振協は、JRR-3 に設置されている高分解能中性子回折装置(HRPD)を利用した中性子実験の経験を豊富に持っているが、パルス中性子回折装置である茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)の利用経験及び z-Rietveld、z-MEM 等の iMATERIA データ解析ソフトの利用経験がない。それ故、iMATERIA の利用及びデータ解析の経験を積むことによってパルス中性子利用技術の向上を図り、本サービスを希望される企業の方々へ十分な技術支援を実施するために本課題を実施した。

2. 実験方法及び結果(つづき) Experimental method and results (continued)

2. 実験

当初、①～④の4試料を測定する予定であった。陽子ビーム加速器調整に起因して中性子の発生が断続的にストップしたことにより割り当てマシンタイム枠内で測定できた試料は①ルチル型 TiO_2 粉末、②アナターゼ型二酸化チタン TiO_2 粉末であった。以下に、ルチル型 TiO_2 の回折パターン及びその Rietveld 解析結果を示す。

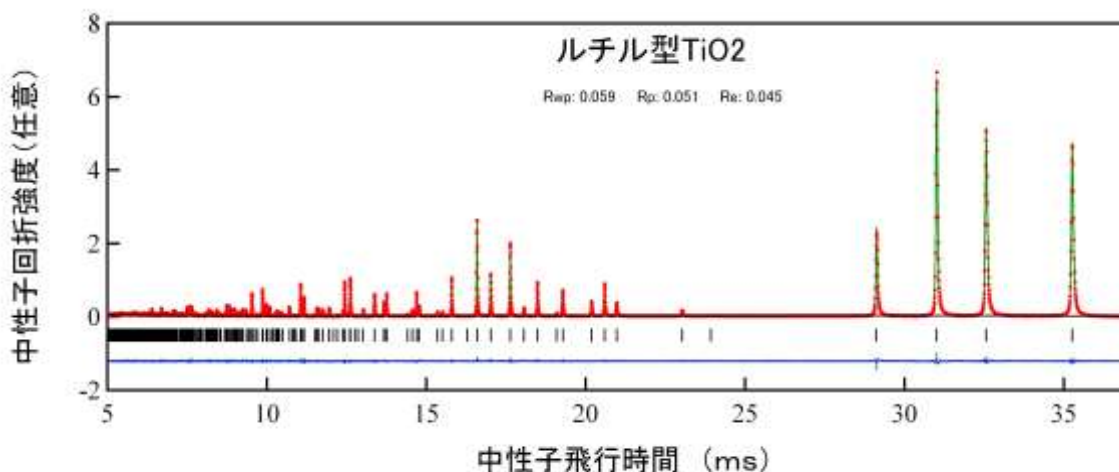


図1. ルチル型 TiO_2 の回折パターン及び Rietveld 解析結果

6 V 製の試料ホルダーに約 1g (h=57mm) の粉末試料を充填し測定した。測定時間は 21min. であった。測定データを Rietveld 解析した結果、フィティングの評価指標は Rwp: 5.9%、Rp: 5.1%、Re: 4.5% であり、ルチル型 TiO_2 の結晶構造を精密化できた。

充填密度の低いアナターゼ型 TiO_2 粉末 (0.2g, h=58mm) の測定も行った。測定時間は 37 分であった。得られた回折ピークの強度は、概ね、ルチル型 TiO_2 のその 1/10 程度であった。Rietveld 解析の結果、フィティング評価指標の値は少々大きくなったが、十分に結晶構造の精密化が出来た。

なお、データ解析には、産業界の研究者の多くが利用されるであろう Windows-64 版の Z-Rietveld プログラムを主に用い、補助として MAC 版のプログラムも使用した。

これらの実験で得られた解析結果はほぼ満足するものであった。

3. まとめ

本実験の目的が①iMATERIA 装置利用に係る全てのプロセスの掌握、および②Z-Rietveld 解析プログラムの利用にある。中性子回折データ解析の経験を活かし、パルス用 Rietveld 解析で用いている関数などの基本事項を詳細に調べ、Z-Rietveld の利用法を十分に習得した。

今回、測定できなかった標準 Si 試料、及びアナターゼ型とルチル型の混合 TiO_2 粉末の中性子回折実験を実施する予定である。