

課題番号 :2019B-E10
利用課題名 (日本語) :高エネルギー X 線回折による酸化鉄微粒子表面の結晶構造解析
Program Title (English) :Local Structures of the Iron Oxide particle by High-Power Energy X-ray Diffraction Analysis
利用者名(日本語) :米田安宏¹⁾, 吉原大創²⁾,
Username (English) :Y. Yoneda¹⁾, D. Yoshihara²⁾,
所属名(日本語) :1) 日本原子力研究開発機構, 2) 信和産業株式会社,
Affiliation (English) :1) Japan Atomic Energy Agency, 2) Shinwa Sangyo Co. Ltd.,
キーワード :大強度 X 線回折、酸化鉄、微粒子、局所構造解析

1. 概要 (Summary)

酸化鉄微粒子と微生物による化学反応により、酸化鉄微粒子表面にミクロンサイズの新たな結晶性物質が生成された。このミクロンサイズの結晶性を BL22XU に設置されているカップ型多軸回折計と放射光大強度 X 線回折により構造解析を行った。前回 SPring-8 BL14B1 に於いては微弱な回折強度であったため、回折ピークが明瞭に観察できなかった(A-18-AE-0043)。今回、BL22XU によるアンジュレータビームラインの大強度 X 線回折パターンにより、ミクロンサイズの生成物質からの回折強度を十分得る事ができた。これらのミクロンサイズの生成物質は断面 TEM 観察等(A-14-NM-0167、A-18-NM-0138)の結果と併せて酸化鉄微粒子表面に生成された結晶が明らかになった。

2. 実験(目的,方法) (Experimental)

実験は大型放射光施設 SPring-8 のアンジュレータビームラインの BL22XU に設置してある日本原子力研究開発機構の κ 型回折計を用いて行った。入射 X 線のエネルギーは 60 keV でミクロンオーダーの鉄微粒子を透過法で計測した。なお、サンプルはメノウの乳鉢を用いて粉碎し、内径が 1.2 mm のカプトンキャピラリーに封入した。バックグラウンドを低減するため、サンプル周辺を真空に引いて回折実験を行った。

3. 結果と考察(Results and Discussion)

図 1 はアンジュレータビームラインの大強度 X 線回折の粉末パターンである。図 1a は反応後のプロファイルで、図中の矢印部付近に酸化鉄微粒子表面に生成

されたミクロンサイズの結晶に起因する回折ピーク位置を示す。図 1b は図 1a 矢印部の拡大プロフィールで、反応前後の回折パターンを重ね書きした。反応前では観察されなかった回折ピークが反応後では確認できた。この回折ピーク位置は電子顕微鏡による観察結果とも一致している。

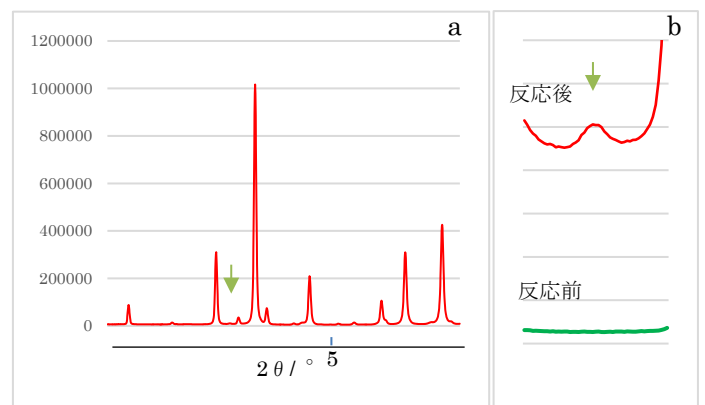


図 1a.大強度 X 線回折粉末パターン, b: 図 1a 矢印部の拡大.

4. その他・特記事項 (Others)

本研究はナノプラットフォーム 課題終了後も日本原子力研究開発機構と共同研究契約を締結し、研究を継続する。