

# 結晶子サイズと試料回転が二次元粉末回折図形に及ぼす影響

(名古屋工業大学) ○尾野翔器, 八反大貴, 和智健人, 井田隆

【緒言】 結晶粒の有限の個数と粉末試料の回転が、シンチレーションカウンターを用いて収集した回折強度データに、どのような影響を与えるかについては報告されている[1,2]。本研究では 2次元粉末 X線回折図形に対する結晶粒の有限の個数と粉末試料の回転の影響に関する統計的な解析を実施した。

【方法】 有効結晶子径が  $7\mu\text{m}$ ,  $12\mu\text{m}$ ,  $23\mu\text{m}$  [1]と見積もられた 3種類の大さの石英粉末試料を用いた。それぞれの粉末試料は直径  $0.1\text{mm}$  のリンデマンガラスキャピラリーに充填した。実験はあいちシンクロトン光センターBL-5S2 ビームラインにて行った。回折図形の撮影には平面型二次元検出器 (Dectris, PILATUS-100K) を用いた。それぞれの試料で  $30$  度ずつステップ回転させながら  $12$  枚または  $6$  枚の回折図形を得た。また、有効結晶子径が  $23\mu\text{m}$  の試料では、露光中に  $1.2^\circ$  または  $24^\circ$  の回転角度範囲で試料を回転させながら回折図形を記録した。有効回折粒子数は  $101/011$  反射の回折環の平均強度と強度の分散の値を用いて求めた。

【結果】 Fig.1 は各粉末試料の回折図であり、画像の濃淡はピクセル毎のカウント数の対数に比例させて表示している。結晶子サイズが大きくなるほどデバイシェラー環の連続性が失われ、スポッティーな図形になる傾向が現れている。この傾向は結晶子サイズが大きくなるほど一定の X線照射体積中に含まれる粒子数が減少し、観測される回折強度に寄与する粒子数も減少することにより説明される。有効結晶子径が  $7\mu\text{m}$ ,  $12\mu\text{m}$ ,  $23\mu\text{m}$  の試料では有効回折粒子数がそれぞれ  $31(5)$ ,  $40(10)$ ,  $6(1)$  と見積もられた。この値は回折図形に現れた斑点の個数とおおむね一致している。Fig.2 は  $23\mu\text{m}$  の試料において露光中の試料回転角度を変化させた時の回折図である。試料の回転角度が大きくなるほどデバイシェラー環に沿った強度の回折斑点が増加する傾向が現れている。粉末試料を回転させると、各回折粒子が露光時間の間に回折条件を満たして回折強度に寄与する確率が高くなることからこの傾向が説明される。回転角度範囲が  $0^\circ$ ,  $1.2^\circ$ ,  $24^\circ$  において有効回折粒子数は  $6(1)$ ,  $9(1)$ ,  $190(20)$  と見積もられた。この結果は回転試料において有効回折粒子数が回転角度範囲におおむね比例していることを示唆している。

[1] T. Ida, T. Goto and H. Hibino, J. Appl. Cryst. 42, 597–606 (2009).

[2] T. Ida, J. Appl. Cryst. 44, 911–920 (2011).

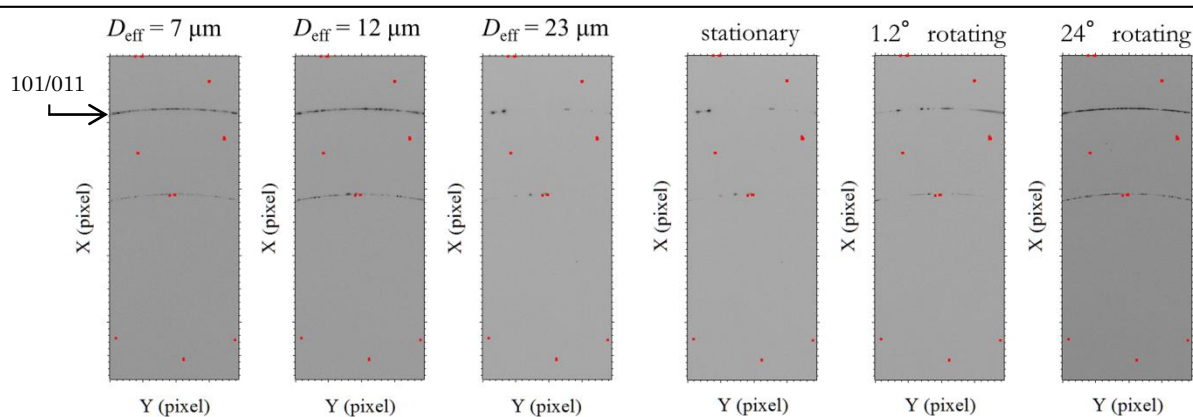


Fig.1 Diffraction figures of stationary specimens.

Fig.2 Diffraction figures of  $23\mu\text{m}$  powder specimen.