

粉末X線回折法における粒子統計の評価とその応用

(名古屋工業大学) 井田隆, 後藤大士, 大矢哲久, 日比野寿

Evaluation and application of particle statistics in powder X-ray diffraction measurements

○T. Ida, T. Goto, A. Oya, H. Hibino (Nagoya Inst. Tech.)

問合せ: E-mail ida.takashi@nitech.ac.jp

【はじめに】粉末回折測定において、回折条件を満たす結晶粒の数が限られることによる観測強度の統計的なばらつき（粒子統計）について、実験的な調査を行った。

【実験】実験室型粉末回折計 Rigaku RAD-2C に平板回転試料台を設置し、標準 Si 粉末 (NIST SRM640c) について、試料台の回転角を 0.9° ステップで変化させながら回折ピーク強度を記録し、その統計的な性質について調べた。

【結果と考察】計数値データの分散から、計数統計に由来する分散を差し引いた値を粒子統計による分散とみなした。反射多重度 m_{hkl} 回折角 $2\theta_{hkl}$ の反射について平均回折強度の2乗と粒子統計による分散の比 $\langle I_{obs} \rangle^2 / (\Delta I_{particle})^2$ は近似的に $m_{hkl} / \sin \theta_{hkl}$ に比例すると考えられる。Fig. 1 に $m'_{obs} = \langle I_{obs} \rangle^2 \sin \theta_{hkl} / (\Delta I_{particle})^2$ の値と既知の m_{hkl} の値を示す。これらは高い相関を示し、この単純な測定により確かに粒子統計が評価できていること、特定の構造モデルを仮定していないにも関わらず実験的に反射多重度に関する情報が得られていることがわかる。さらに、波長分散の効果を無視した幾何学的なモデルを適用して結晶子体積の二乗平均と平均との比を見積もった結果は $\langle v^2 \rangle / \langle v \rangle^2 \sim 40 \mu\text{m}^3$ となり、レーザー散乱法により得られたデータと SEM 画像の粒子サイズ解析とから見積

もられた値約 $100 \mu\text{m}^3$ よりやや小さい値になった。この方法による結晶子サイズ評価の妥当性についてはさらに検討を要するが、X線回折法では従来評価が困難であった数 μm オーダーの結晶粒径評価に応用しうる可能性がある。この方法の未知構造解析や定性分析、配向性評価などへの応用の可能性についても議論する。

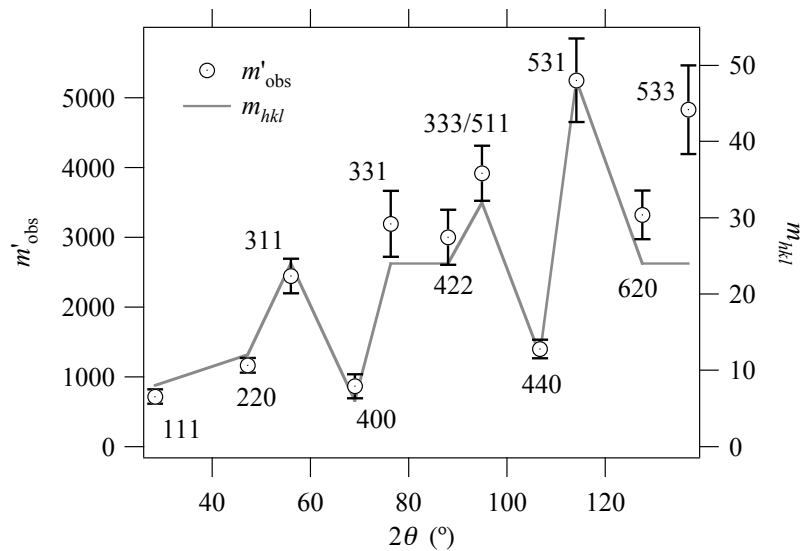


Fig. 1 Multiplicities of reflections evaluated by spinner-scan measurements m'_{obs} and known values m_{hkl} of Si powder.