

スピナースキャン法による粒子統計解析

(名古屋工業大学) 後藤大士, 井田隆

Analysis of particle statistics by a spinner-scan method

T. Goto and T. Ida (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（スピナー）を設置し、標準 Si 粉末 (NIST SRM640c) と、沈降法により 3-7, 8-12, 18-22 μm に分級された quartz 粉末について、スピナーの回転角を 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。またこの結果を SEM 画像の解析結果と比較した。

【結果と考察】SEM 画像解析の結果から、粒子径 D に対して $D_{\text{eff}} = (\langle D^6 \rangle / \langle D^3 \rangle)^{1/3}$ で定義される有効径は、Si 粉末について $5.6 \mu\text{m}$ 、3 種の quartz 試料についてそれぞれ $7.1, 12, 25 \mu\text{m}$ と見積もられた。スピナースキャン法による計数值データの分散から、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。波長分散および装置収差の効果

を無視した幾何学的なモデルを適用して Si の有効径を見積もった結果を Fig. 1 に示す。

この測定結果と Si 粉末の SEM 画像解析の結果とを校正データとして用いると、3 種の quartz 試料についてスピナースキャン法による有効径

は、それぞれ $6.5(2), 11.7(2), 22.8(2) \mu\text{m}$ と見積もられ、

SEM 画像解析の結果と良く一致した。また、今回測定した

試料では、見積もられる有効径の値について、回折角や反射指数に対する顕著な依存性が認められなかった。つまり、結晶粒がランダムに配向していることが仮定できる場合、X線回折ピークの線幅分析では評価が困難であった数 μm オーダーの結晶粒径評価が数分程度の測定時間で容易に実現されることになる。

また、高輝度の軌道放射光をX線源として用いれば、回折線幅分析で評価可能な粒径の上限が拡大するとともに、スピナースキャン法により評価可能な粒径の下限も拡大することが期待され、同じ装置、同じ試料を用いた粉末X線回折測定により数 nm から数十 μm にわたる広い範囲について結晶粒径評価が実現される可能性がある。

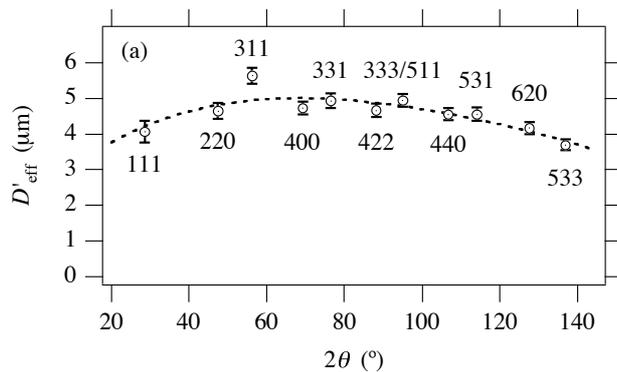


Fig. 1 Effective crystallite diameter of Si (NIST SRM640c) evaluated by applying a crude geometrical model on spinner-scan intensity data.