



## AichiSR BL5S2 粉末回折装置の高機能化

井田 隆<sup>1</sup>・尾野翔器<sup>1</sup>・八反大貴<sup>1</sup>

<sup>1</sup>名古屋工業大学先進セラミックス研究センター

### 1. 背景と研究目的

AichiSR BL5S2 は、集光ビーム光学系と二次元X線検出器を適切に組み合わせることにより、軌道放射光粉末回折測定装置としては世界で初めてリートベルト法<sup>1</sup>による最尤結晶構造推定を可能とするものとなった<sup>2</sup>。また、この装置の研究を通じて、従来の粉末回折データ解析の陥っていた過誤が明確になるとともに、従来型の装置によって測定されたデータからであっても最尤構造推定を可能にする理論的な枠組み<sup>3</sup>の正当性が実験的に確かめられた。本研究課題は、この装置のデザインが本来意図した数 nm から数  $\mu\text{m}$  に至る結晶粒径を迅速に評価しうる過去に類例のない新規手法の実現を目的とする。

### 2. 実験内容

ブラジル産天然石英を遊星ボールミルにより粉碎し、沈降法によりストークス径 (a)  $< 1 \mu\text{m}$ , (b)  $1\text{--}2 \mu\text{m}$ , (c)  $2\text{--}4 \mu\text{m}$  に分級した。走査電子顕微鏡 (SEM) 画像の解析によりキャラクターゼーションを行った。粉末をガラスキャピラリに充填して回折測定のための試料として用いた。試料を連続回転させながら複数の二次元回折強度データを取得した。

### 3. 結果および考察

SEM 画像の解析から各試料について算出された等体積加重平均体積球相当径は、(a)  $0.34 \mu\text{m}$ , (b)  $0.72 \mu\text{m}$ , (c)  $1.55 \mu\text{m}$  であった。Fig. 1 に 3 種の粉末試料について 1 分の露光時間で取得された二次元粉末回折強度データの一例を示す。試料 (c) では回折に寄与する粒子数の有限であることによる観測強度の統計的な変動が明瞭に現れている。試料 (a), (b) では共通して回折環に沿った系統的な強度の波打ちが現れているが、これは正方

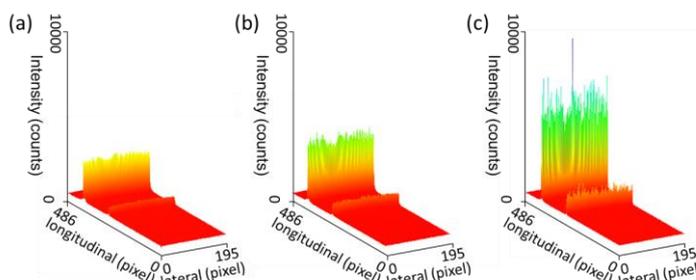


Fig. 1 等体積加重平均体積球相当径 (a)  $0.34 \mu\text{m}$ , (b)  $0.72 \mu\text{m}$ , (c)  $1.55 \mu\text{m}$  の石英粉末の二次元回折強度

格子状に配列された検出ピクセルを回折環が斜めに交差するためであり、このことから粒子統計解析の目的ではピーク強度ではなく回折環と直交する方向に沿った積分強度を用いることの必須であることがわかる。積分強度の統計変動から算出された有効回折粒子数<sup>4</sup>は (a)  $5 \times 10^4$ , (b)  $1.6 \times 10^4$ , (c) 560 であり、SEM 画像の解析結果と良く対応する。試料 (a) では明瞭なサイズブロードニングも認められ、これ以下の粒径では回折ピーク形状分析による結晶粒径評価が可能と考えられる。このことから、装置そのものは概ね設計意図に沿った性能を示すことがわかった。

### 4. 参考文献

1. H. M. Rietveld, *J. Appl. Crystallogr.*, **2**, 65–71 (1969).
2. T. Ida, *Powder Diffr.*, **31**, 216–222 (2016).
3. T. Ida, *Solid State Phenomena*, **203–204**, 3–8 (2013).
4. P. M. de Wolff, *Appl. Sci. Res. B7*, 102–112 (1958).