

# 非対称反射粉末 X 線回折における粒子統計効果

(名古屋工業大学) ○東郷祐貴・舟橋秀斗・日比野寿・井田隆

## 【緒言】

軌道放射光粉末回折実験では迅速に高精度な粉末回折データを収集することが可能である一方で、光源の輝度が高いため、通常光源を用いた粉末回折実験より、粒子統計の影響を強く受ける[1]。検出器多連装型粉末回折計を用いた実験の場合、入射角と反射角が異なる非対称反射法が使用されるが、非対称反射測定法での粒子統計のモデルは報告されていない。また、De Wolff(1958)は試料を連続回転させた場合、対称反射法により観測される積分強度における粒子統計分散の回折角依存性が $(1/\sin^2\theta)$ に比例すると理論的に予想[2]したが、まだ実験的に明確になっていない。本研究では、非対称反射における粒子統計のモデルを仮定し、連続回転した場合での粒子統計効果について調査した。

## 【実験方法】

本実験は、高エネルギー加速器研究機構放射光施設(KEK-PF)粉末回折ビームライン BL-4B2で行った。試料としてLaB<sub>6</sub>標準粉末(NISTSRM660b)を円筒型の試料ホルダーに充填したものを使用した。検出器の角度を回折角に固定し、面内回転角( $\varphi$ )をステップ走査した回折強度測定と入射視射角( $\omega$ )をステップ走査した回折強度測定を行った。 $\omega$ 走査測定は試料を連続回転させる場合とさせない場合の二通りについて実験を行い、X線源の波長はBL-4B2で常用される1.2Åと回折ピークが低角側に寄り、回折角依存性がより明瞭になることが期待される0.7Åの二通りで測定した。

## 【結果】

連続回転試料について、波長1.2ÅにおけるLaB<sub>6</sub>111反射の $\omega$ 走査強度プロファイルをFig.1に示す。 $\omega$ 走査回折強度曲線のモデル関数としてPitschkeら(1993)により提案された形式[3]を使用し、有効回折粒子数が照射体積に比例するモデルを仮定して最尤推定法によりパラメータを最適化した。残差曲線は有効回折粒子数が照射体積に比例するモデルに矛盾しない結果になっている。 $\varphi$ 走査測定から得られた有効回折粒子数と面内回転させない場合での $\omega$ 走査測定から得られた対称反射条件での有効回折粒子数は高い類似性を示した。この結果から $\omega$ 走査測定でも粒子統計が評価できることが実験的に裏付けられた。

また、各回折ピークについて有効回折粒子数を反射多重度で割った値をFig.2に示す。波長が1.2Å、0.7Åの場合も共にDe Wolff(1958)の積分強度における予想とは異なり、 $(1/\sin^2\theta)$ ではなく $(1/\sin\theta)$ におおむね比例する結果となった。

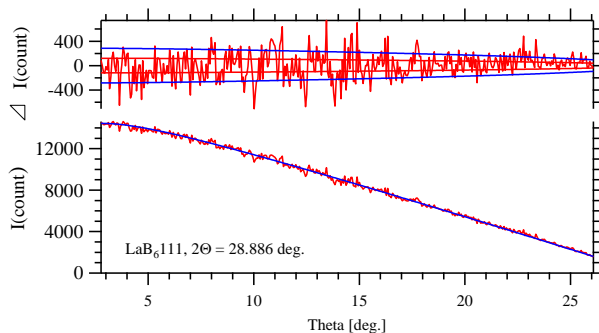


Fig.1  
Omega-scan intensity profile of the LaB<sub>6</sub>111 reflection.

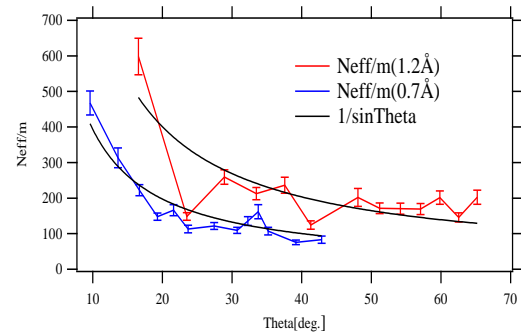


Fig.2  
The effective number of diffracting crystallites divided by multiplicity factor of reflection.

## 【参考文献】

- [1]井田隆・後藤大士・日比野寿, 名古屋工業大学先進セラミックス基盤工学センター年報 9,1-7(2010)
- [2]P. M. de Wolff, Appl. Sci. Res. 7, 102-112 (1958).
- [3]W. Pitschke, H. Hermann & N. Mattern, J. Appl. Cryst. 26, 132-134(1993)