

[rigaku.com](https://www.rigaku.com)で見る

B-XRD1143 - FP法で求めた 結晶子サイズの妥当性の検証

はじめに

結晶子とは、X線回折に寄与する最小単位で、結晶粒の中で単結晶して見なせるドメインと定義されています。工業製品などで、化学的性質や物性が結晶子サイズと相関があることが知られており、結晶子サイズを正確に計測することは非常に重要です。X線回折プロファイルから結晶子サイズを求める方法としては、Scherrer法・Williamson-Hall法・FP (Fundamental Parameter) 法などがあります。中でもFP法は、使用した光学系の情報から回折ピークの幅を補正することができるので、正確度の高い結晶子サイズとその分布を算出することが可能となります。本例では、FP法での結晶子サイズ算出と他手法との比較を行い、値の妥当性を検証しました。

測定・解析例

ルチル型のTiO₂粉末試料を、1次元検出器を用いた集中法光学系にて測定しました。結晶子サイズ解析にはFP法を使用しました。また他手法との比較のため、SEM（走査電子顕微鏡）、LD（レーザー回折法）、USAXS（超小角X線散乱法）でも同様に測定を行いました。SEMはJEOL製JSM-64060LV、LDはBECKMAN COULTER製LS 13 320、USAXSは当社製NANOPIX miniを使用しました。

SEMで得られた写真から、TiO₂粒子は1次粒子（結晶子（単結晶））に近いことが推測されました（図1）。またLD、USAXSから得られた平均粒子サイズは189 nm・190 nm、メジアン粒子サイズは164 nm・160 nmでした（表1）。一方、XRD（FP法）から、平均結晶子サイズが186 nm、メジアン結晶子サイズが168 nmとなり、他手法に近い値が算出されました（表1）。

併せて、各手法から得られた累積度数分布を図2に示します。本結果から、TiO₂の1次粒子は、他の測定手法と相関のある結果が得られ、FP法から求まる結晶子サイズの正確度は高いことが確かめられました。

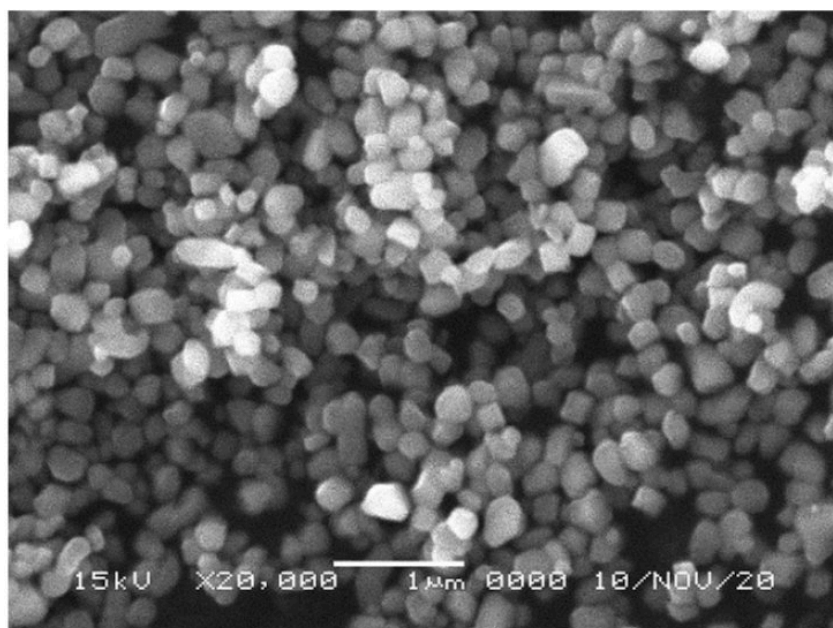


図1 TiO₂粒子のSEM画像

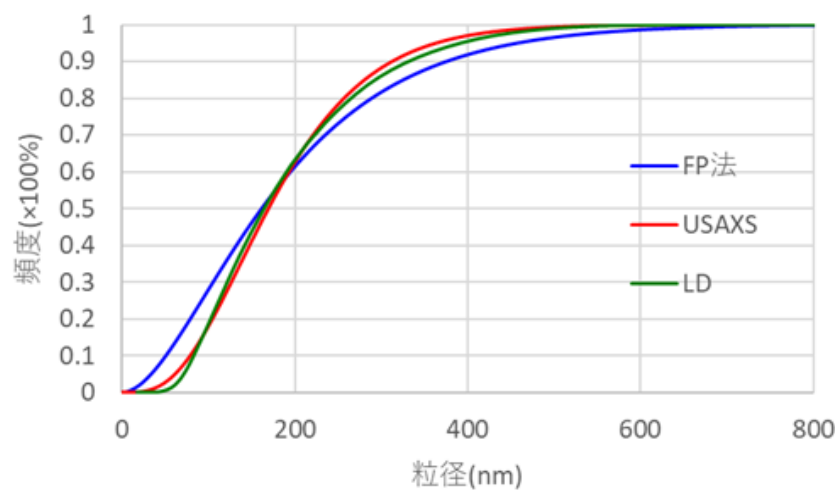


図2 TiO₂粒子の各手法から求めた累積度数分布

表1 各手法から求めたTiO₂粒子の粒子・結晶子サイズ

手法	平均サイズD (nm)	メジアンサイズ D50 (nm)
LD	189	164
USAXS	190	160
XRD (FP method)	186	168

参考文献

- (1) 中井泉, 泉富士夫: 粉末X線解析の実際 第2版, (朝倉書店, 2009) 61-64.

推奨装置・ソフトウェア

- デスクトップX線回折装置 MiniFlex + 高速1次元X線検出器 D/teX Ultra2
- 全自動多目的X線回折装置 SmartLab SE + 高分解能・高速1次元X線検出器 D/teX Ultra250
- 全自動多目的X線回折装置 SmartLab + 高分解能・高速1次元X線検出器 D/teX Ultra250
- X線分析統合ソフトウェア SmartLab Studio II (Powder XRDプラグイン)

おすすめの製品



HyPix-3000/3000HE

ハイブリッドピクセル2次元検出器

粉末の高速測定から薄膜の2次元測定まで対応。



MiniFlex

デスクトップX線回折装置 *MiniFlex*

卓上タイプの高性能多目的粉末回折分析装置。



SmartLab

全自動多目的X線回折装置 *SmartLab*

装置が最適条件を教えるガイダンス機能を実現。



SmartLab SE

全自動多目的X線回折装置 *SmartLab SE*

リガクの分析ノウハウを凝縮した「ガイダンス」機能を搭載。



SmartLab Studio II

X線分析統合ソフトウェア *SmartLab Studio II*

測定から解析まで、X線分析のすべてをこなす統合ソフトウェア