JADE の使用例(13) 結晶子サイズの推定

結晶子サイズが小さくなるほど回折パターンのピークの広がりが大きくなることを利用し、 粉末 XRD パターンから結晶子サイズを推定できます。

測定されたピークの広がりは、サンプルの広がりと装置による広がりの両方の影響を受け ているため、最初にピークの広がりがほとんど生じない結晶子サイズが大きいサンプルか ら装置特有の広がりを表わす曲線(IPC = instrument profile curve)を作成します。 IPC の作成後、測定したサンプルのピークの広がりから機器の広がりを差し引くことで、結 晶子サイズを計算できます。

JADE では、プロファイルフィッティングを使用して、ピークの広がりを FWHM 値として 取得し、そこからすべての結晶子サイズ関連の計算を実行します。

●IPC の作成(結晶子サイズが大きなサンプルでプロファイルフィッティングを実行)

実際に結晶子サイズを推定する場合、まず IPC(Instrument Profile Curve)を作成します。 結晶子サイズが大きなサンプル(ピークの広がりがほとんど生じないサンプル)の回折パタ ーンを用意してください。

※JADE の体験版で試す場合は、JADE の「Demofile」フォルダの「CPD-Y2O3.rd」を使う と実際に試すことができます。「CPD-Y2O3.rd」は下図のような回折パターンです。



データを JADE で開いたあと、プロファイルフィッティングを実行する前に、どのようにプロファイルを挿入するか確認します。ツールバーの「メニュー」から「プロファイルの制限」→「現在のピーク」を選ぶと、ピーク検索の結果を利用してその位置にプロファイルが挿入されます。

	Ju,	はいい、 50 70 80 回折角 (26	•• • •	4	4 4 4 110 12	սեղեն ո _ղ 0 13	<u></u>	6 a. q. 0
▼ 擬 Voigt ▼	<u>у</u> =1-	→	イング	⇒実行 😂 RIR 🔽	IPC 🖄 結晶	子 🗙	IT BC	9m 占
/M しない) 🤳	Ľ	Ka2有ŋ	רכם°ר	イル (0) 色付け (0)				その
重心(°)		Ku 1/u2 Ku2/u1 幅	高さ	面積(α1)	面積 <mark>(α1)%</mark>	非対称1	形状因子	
	~	非対称を統一1						
		形状因子を統一						
		FWHM を統一						
	#	プロファイルの制限 🕨 🕨	1	分率(s) = 0.5	قد			
	# ▶	非晶質の制限 🕨 🕨	-	非対称性 = 0.0	崩			
	A	klaを表示 →		角度 = ±0.5°	と初			
	_			FWHM = 3.0°	制限			
				非対称性 = ±0.95	111-2			
				非対称を固定	-0°			
			0	現在のピーク				
としていたがする	7°D77	マイルフィッティング (ピーク分解)		ラインマーカー	きりとした	いックグラウン	小領域の	
でをすると、多数の パッティングの速度	DL [®] ーク も出す	にフィッティングをしなければい R栄えも改善され、それがフ	(i)	ヘルフ°トピック ピー ≠5000 2000000000000000000000000000000000	-クサーチからプロフ - で決まる。	ァイルを挿入 ということで	るより、複 す。ビークの	

 ツールバーで、プロファイルフィッティングを行う際のバックグラウンドのフィッティングモデルやプロファイル関数を選択できます。プロファイル関数は、擬 Voigt、 Pearson VII、FCJ モデル、分割 Pearson's VII から選べます。

	<i>回预用</i> (2θ)	
头 列 直線 BG ▼	擬 Voigt ▼ メニュ- ▼ ML 初期化	▶ 7ィッティング 🖙 実行 😂
兆 ピーク (82) 匝 重心(d) E	● 擬 Voigt Pearson VII FCI モデル 殆どの 分割Pearson VII	当付け(0) ★/、4、 粉末X線回折ビークに好適 『 す

 設定ができたら「プロファイル」タブを開き、キーボードの[Ctrl]キーを押しながら「フ ィッティング」ボタンをクリックします。JADE が認識したすべてのピークに対して1 つずつ順々にプロファイルフィッティングが実行されます。

Т

	h	uh e	huu	Jul	hu	which	h_hh	hhab	u uhu	uhunh	uuh		uhu	hu
	60	70	回折角	80 ≸ (20°)	90			1	10	120	1	130	14	10
	夏重	É線 BG ▼ 擬	Voigt 👻	K=1- → M. A	の期化 🕨 7	477420) į	行 🕞 F	rir 💆 ipc	≥ 結晶:	7 (× =•	🕰 SM	🔀 WP
;	[€] ±°−3	7 <mark>(0) </mark> 回折線	(0) 🛝	プロファイル <mark>((</mark>)) 色付け (0) 7 [°] P	7ァイルをフ	ッティング	(Ctrl: すべて	をフィッティング) ブロ	17ァイルカーソル	<u>マロル</u> を切り替え	.*20±0
] [α1)	面積(α1)	非対	形状因子	FWHM(°)	XS(Å)	AP (hkl).		>	#	左角度	右角度	左計数

 プロファイルフィッティングが終了すると、下図の画面のような状態になります。ツー ルバーの「IPC」を左クリックします。IPC(Instrument Profile Curve:装置特有のピー クの広がりを表わす曲線)が作成、表示されます。





下図のように回折パターンの上に IPC が表示されます。

5. 続けて、「IPC」ボタンを右クリックし、この IPC に名前を付けて保存します。



名前を付けて「OK」ボタンを押して IPC を保存します。そのままの名前を使っても、わかりやすいように自分で名前を変えてもどちらでも構いません。

現在のFWHM 曲線を保存	×
今後のデータ解析のためにFWHM 曲線を保存するため のラヘルを入力してください。OK ホタンを夘ックすれば表 示される装置設定ダイアログで既存のFWHM カーフを確 認することができます。	OK 🖌
Y2O3 Instrument Std. (2019/12/26)	



保存すると下図のダイアログが開き、装置固有のプロファイルが表示されます。

●結晶子サイズの推定を実行(実際のサンプルでプロファイルフィッティングを実行) 結晶子サイズを推定したいサンプルの粉末回折パターンを読み込み、プロファイルフィッ ティングを行い、ピークの幅の広がりを求めます。

 複数の結晶相が含まれている場合、まず相同定を行い、それぞれのピークがどの相に属 しているのか特定します。「相リスト」タブを開くか、ツールバーの「S/M」ボタンを クリックして実行します。



 「相リスト」タブに表示される候補の中から、このサンプルに含まれていると思われる 相にチェックを付けます。プロットウィンドウの右側にあるリボンプロットを表示す るボタンを押してリボンプロットを表示されておくと、サンプルとデータベースのピ ークを比較しやすくなります。



 ツールバーの「メニュー」→「プロファイルの制限」で「ラインマーカー」を選ぶと、 相リストでチェックを付けた相のピーク情報を使いプロファイルを挿入します。





4. 「フィッティング」ボタンでプロファイルフィッティングを実行します。

5. 下図のように「プロファイル」タブにプロファイルフィッティングの結果が表示されま す。「XS(Å)」欄に各ピークから得られた結晶子サイズが表示されます。



 複数のピークから推定する場合は、ツールバーの「結晶子」ボタンをクリックし、結晶 子サイズと歪みの推定を行います。



 結晶子サイズと歪みを見積る専用のダイアログが開きます。サンプルに複数の相が混 在している場合、事前に相同定を行っておくと、このダイアログ右上でどの結晶相の結 晶子サイズを推定するのか選ぶことができます。



8. また、このダイアログの上部で、結晶子サイズのみをフィットするのか、結晶子サイズ と歪みをフィットするのか選択できます。



ダイアログの左上に結晶子サイズなどの結果が表示されます。
 このダイアログのグラフの各ポイントをクリックすると、そのポイントが回折パターンのどのピークに由来するものなのかが、プロットウィンドウに表示されます。
 データポイントの上で右クリックすると、そのポイントを削除し、結晶子サイズと歪みを算出する際に除外できます。

