

課題番号 : 2017A-E08  
 利用課題名 (日本語) : 高エネルギーX線回折を用いた KNbO<sub>3</sub> ナノ結晶の局所構造解析  
 Program Title (English) : Local Crystal Structure Analysis of KNbO<sub>3</sub> Nano-crystals by High-energy X-ray Diffraction Method  
 利用者名(日本語) : 米田 安宏<sup>1)</sup>, 功刀 千香<sup>2)</sup>, 和田智志<sup>2)</sup>  
 Username (English) : Y. Yoneda<sup>1)</sup>, C. Kunugi<sup>2)</sup>, S. Wada<sup>2)</sup>  
 所属名(日本語) : 1) 日本原子力研究開発機構、2) 山梨大学  
 Affiliation (English) : 1) Japan Atomic Energy Agency, 2) University of Yamanashi  
 キーワード : KNbO<sub>3</sub> ナノ粒子、高エネルギーX線回折、リートベルト解析、PDF 解析

### 1. 概要 (Summary)

ソルボサーマル法で合成されたニオブ酸カリウム(KNbO<sub>3</sub>) ナノ粒子は外形がキューブ状で粒径も揃っていることが電子顕微鏡観察によってわかったため、よりミクロな構造を放射光 X 線回折実験によって明らかにすることとした。特にナノ粒子においては十分なコヒーレンス長がないためにナノ粒子特有の構造が出現すると予想される。そのため、従来の Bragg 反射に基づいた平均構造の解析だけでなく、原子 2 体相関分布関数法 (atomic pair distribution function, PDF) を併用したマルチレンジの構造解析を行う予定である。

### 2. 実験(目的,方法) (Experimental)

大型放射光施設 SPring-8 の偏向電磁石ビームライン BL14B1 に設置してある κ 型 X 線回折計を利用して高エネルギーX線回折実験を行った。得られたデータは Bragg 反射を使った従来の結晶構造解析であるリートベルト解析に加え、粒子サイズを推定するためにシェラーの式を用いた解析を行った。さらに、平均構造からの「ずれ」を精密に抽出するために平均構造解析で得られた結晶構造データを元に局所構造解析手法である PDF 解析を行う。

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

シェラーの式は粒径サイズの推定に使われることもしばしばあるが、適用可能な条件が限られており、一般的には成立しない。しかしながら、外形がキューブ状で立方晶系に属し、さらに粒子サイズがナノメートルスケールの KNbO<sub>3</sub> ナノ粒子においては、かなり厳密にシェラーの式を適用することができる。また、ソルボサーマル法で合成されたナノ粒子は、合成直後に KNbO<sub>3</sub> がほぼ全量反

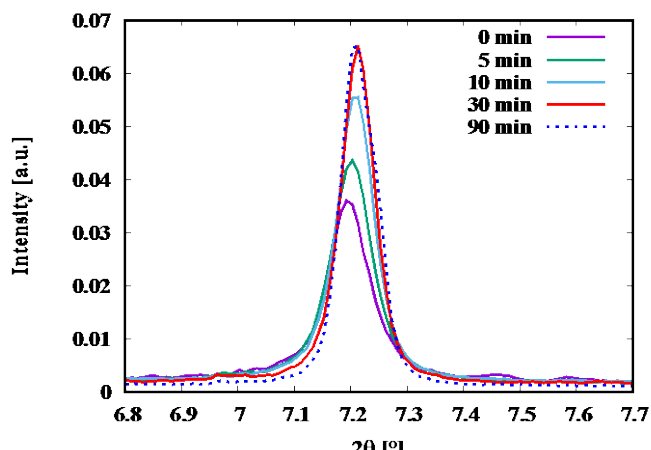


Fig. 1 高エネルギーX線回折によって得られた透過のジオメトリの Bragg 反射。

応を終えるため、結晶粒子の成長速度を議論することができる。

Fig. 1 は粒成長に伴う X 線回折パターンの変化を示したものである。ナノ粒子の成長に伴って平均の格子定数が短くなっていることがわかる。このデータから厳密にシェラーの式を適用し、粒径サイズを決定することができる。

### 4. その他・特記事項 (Others)

なし