結晶構造解析用微小結晶作成装置

A Device of Making Small Crystal Pieces for Structure Analysis

溝 田 忠 人 (Tadata Mizota)*

X線結晶構造解析は、近年単結晶自動回析計や、大型電子計算機の発達により、精度の向上がいちじるしい。しかし、従来から回析強度測定のためで難問題の1つである“吸収補正”は、さほど進歩していない。計算機を用いて、多面体近似の補正をやる他には、円柱状か球状の結晶をつくる以外にはなく、特に鉱物分野の結晶は、試料の良いものが得にくいことから、普通は、鉱物を適当にくだいて、不規則な形の結晶の中からいわゆる“良い形”をした小さな（径 $1/\mu$ 程度の）結晶をひろい出して、吸収を考慮せずに解析したり、形を無視した球体近似補正をする場合が多いようである。とにかく、吸収補正をおこなうには、結晶軸に関して正しく切り出された多面体結晶か、できるならば、球状単結晶を得たいと思うのは、多くの研究者の望みであろう。今後ますます高い精度を要求されると考える時、吸収補正を正確におこなうということはどうしても解決しなければならない問題である。

最近、硫化鉱物の $0.1\sim 0.2\text{ mm}$ の角柱状または立方体状の単結晶を切り出す装置を試作し、初歩的な実験において、かなり良い結果を得たこと、従来からもちいられてきた、Bond の空気流吹きこみ型の球状結晶作成装置を改良して、このマイクロカッターによって切り出した小結晶を研磨し、球に近い結晶を得られるようになった。

硫化鉱物は、比較的やわらかく、劈開もあり、小結晶を得るためにくなくと、X線解析には不向きな形となることが多い。また晶洞に成長した良い形の結晶も得にくい。しかし、反射顕微鏡下で普通の鉱石を観察すると、かなり大きく成長した単結晶も見られる場合があり、これを切り出すことが重要

* 新潟大学理学部地質鉱物学教室

第2図 マイクロカッター，後方はスライダック。

第3図 キューバ鉱 (CuFe_2S_3) に一方
向に4本，それと直交して1本切
り溝を入れたところ。試料約 0.6
 $\text{mm} \times 1.8 \text{ mm}$ ，溝幅約 0.2 mm 。

れをサイコロ大の岩石片のにりで固定し，これを，試料保持バランスの一方に方位を定めてゴム粘土で固定する。他方を重りで適当にバランスさせ，歯への圧力を加減する。切る溝幅は，電圧によって歯の横ゆれが大きくなることと，横ゆれおさへのボルトのしめ方できまり，普通歯の幅より3~5割広くなる。デッキガラスを用いた場合 0.5 V の振動で $0.2 \sim 0.25 \text{ mm}$ 幅の溝が切れる。一方向に何列か切り，さらに，直角にセットして同様に切る。この時うすく板状に切った結晶に直角に切るのも，結晶がこわれるおそれがあるが， 0.2 mm 幅程度の切り方では，ほとんどこわれないようであった。次に角柱状に切った結晶（第3図）を前二方向と垂直に切って，結晶をとり出すが，その時は， 0.2 mm 角の柱状結晶を切ることになるので折れてしまう。そこで接着剤で溝をうめて補強しておく。接着剤と結晶の“切りやすさ”を近くするために，結晶と同じ粉末を接着剤に加えてねったものを用いると良い結果が得られた。接着剤は，後から溶剤でとかしさることができて，あつかいやすい状態のものとして，市販のマニキュアを用いている（アセトンで溶ける）。この手製の装置は，時間をかけて弱い振動で切ると，幅 0.1 mm に切り出すことはそう困難ではないが，今つかっているメカニカルステージの精度が良くないので，再現性がわるく，切り出し精度はあまり良くない。しかし，同一の 2 mm 角の結晶から25個以上の小結晶を切り出せるので中には，目的とした形と大きさのものができようである。

今後，結晶軸に関して正しくセットでき，方位を正確に変えられるゴニオメーターをつくって，このマイクロカッターをもちいれば，球状にしなくて

第4図 第3図の八本の角柱を紙面に平行に切り出したもの。

第5図 四角柱 $0.2 \times 0.2 \times 0.4 \text{ mm}$ に切り出しガラス棒にセットしたキューバ鋳。

も吸収補正が正しくできるようになるであろう。また現在は、50サイクルの交流振動をもちいているが、周波数をコントロールし、歯として、もっと硬いものを使えば、珪酸塩鋳物も切れるようになるであろう。第4図に切り出した立方体、直方体の結晶、第5図は四角柱に切り出した結晶をガラス棒の先にセットしたものを示す。

Bond の球状結晶作成装置の改良について

Bond (1951) は円筒状空洞中に、ノズルから空気をふきこみ、中に入れた小結晶を、内壁にはったエメリー紙との摩擦によってすりへらし、球状にする装置を考案した^{2), 4)}。この装置を実際につかってみると、特に硫化鋳物などでは、次のような難点がある。

- ① 空気ぬきのための網目に、試料粉末がつまってしまう、空気の流れが一樣につづかない。特に一度に多くの試料を入れると、このことがはなはだしく、また小さな試料が網目にひっかかって、うまく回転しない。
- ② 試料の状態が、ふたをあけてみないとわからず、試料の回転状態と、どの程度まわったかがわからない。
- ③ エメリーペーパーが実際には、はりにくく、すきまに結晶がはりこんで研磨されない。

等である。この装置を用いて球形にするには、できるだけ球状をした結晶をもちいなければうまくゆかないという自己矛盾もあるが、この点は、前述の

マイクロカッターで立方体の結晶をつくってもちいれれば良いと思われる。Bond の装置は、その後、Senio and Tucker (1953)⁶⁾, Bond (1954)³⁾, Reggia and Stadler (1955)⁵⁾, Belson (1964)¹⁾ などによって改良されているが、ほとんど磁性測定が目的の試料づくりで、X線回折用には、結晶球が大きすぎたり、硫化鉍物のような機械的強度の弱いものには適用できないように思われる。

①の点は次のように改良した。空気ぬきに網目をはることをやめて、そのかわり、第6図のように、適当な位置に空気ぬきのための充分太い“煙突”を立てる。試料はたとえ煙突の中にはいっても、そこでは空気流速が遅いので、下の研磨空洞にもどる。このようにすると網目がつまることもなく、また、②について、ガラス板で完全に前面にふたをすることができるので、円筒内が良く見え、結晶の状態、動き、研磨度がガラス越しに見える。③については、接着剤にといた研磨剤粉末を円筒内面にうすくぬる方法が一番よかった。一方、コンプレッサーで、ノズルから空気を吹き込むには、普通のコンプレッサーでは容量が大きすぎ、大部分の空気は不要であるし、流量調節もめんどろである。そこで、ここでは、“煙突”にゴムホースをつないで、逆にアスピレーターで吸引してみた。この装置では、ノズル穴しか開いていないので、アスピレーターの流水量を適当にすると、ノズルから空気が流入し、結晶がうまく回転した。この装置で作ったキューバ鉱の結晶を第7図に示した。カッターの精度が悪く、正しい立方体にならなかったことから楕円体に近いようであるが、かなり球形のものもで

第6図 Bond の装置を改良した吸引型装置 A: “煙突” (ガラス管) 先端をアスピレーターにつなぐ。B: 研磨円筒 Cから空気をぬく溝、結晶がひっかかってすべりおちるようにテーパーをつけておく。C: 研磨円筒部。D: ノズル穴、先端は径1mm、その後方は径3mmに比べてある。E: ガラス板のふた、金属でできた研磨円筒部とは、ゴムバンドで固定。

第7図 球状セーバ釷単結晶，はじめは，あらい減摩剤で球状にし，後に #800 のカーボラシムで仕上げたもの。

第8図 球状セーバ釷の b 軸回転写真， $\text{CoK}\alpha$, Fe filter.

きうる。第8図は，この球状結晶による回転写真（ b 軸回転）を示す。

これらの装置がさらに各方面で改良され吸収補正が正しくでき，天然のあらゆる産物の試料からX線回折やその他の物性測定用の定方位試料が得られるようになることを望む。
(1971年7月26日 受理)

文 献

- 1) Belson, H. S. (1964) : Sphere Grinding and Polishing, Rev. Sci. Instrum. **35**, 234-236.
- 2) Bond, W. L. (1951) : Making Small Spheres, Rev. Sci. Instrum. **22**, 344-345.
- 3) ——— (1954) : Making Crystal Spheres, Rev. Sci. Instrum. **25**, 401.
- 4) 岩崎 博 (1969) : 球状の単結晶の作製，日本結晶学会誌，**11**, 183-186.
- 5) Reggia, F. and Stadler, W. (1955) : Ferrite Sphere Grinder, Rev. Sci. Instrum. **26**, 731-732.
- 6) Senio, P. and Tucker, C. W. Jr. (1953) : Ceramic Wheel Sphere Grinder, Rev. Sci. Instrum. **24**, 549.