

超高压力高温スケールとしてのアルミニウムの PvT 関係*藤城 郁哉**, 妹尾 允史***, 野村 由司彦****
Ikuya FUJISHIRO, Masafumi SENOO, Yoshihiko NOMURA**Key Words:** Very High Pressure Scale, Measurement, Aluminum, Equation of State, X Ray Diffraction, Pseudo-Potential

1. 緒 論

5 GPa を超える超高压力高温発生技術は、研削材、バイトなどの超硬質材料の合成や焼結、新しい超電導材料の研究や開発に重要な手段となっている。この場合発生した圧力、温度あるいはその応力状態を正しく決めることは、超高压力発生技術を工業的に利用する際不可欠な問題である。現在実用化されている静的超高压力発生装置には、対向アンビル方式、四面体、立方体、八面体などのマルチアンビル方式、ガードル、ベルトなどのピストンシリンダの変形があるが、いずれの方式もそのアンビル荷重から発生圧力を直接決定することは困難である。さらに内部を加熱器により加熱した場合、圧力媒体の熱膨張の影響や温度による圧力媒体の力学的性質の変化のためセル内部の圧力は変化すると考えなければならない。そのため、高压力高温状態では圧力温度の同時決定には非常に大きな困難が伴う。

本研究はこの問題に対して検討を加えたもので、物質の PvT (圧力・容積・温度) 関係からその物質の圧力および温度の絶対値を知ろうとする試みである。従来この種の試みとして Decker⁽¹⁾による NaCl の PvT 関係の計算がある (以後この方式を NaCl スケールと呼ぶ)。しかし NaCl は約 30 GPa で B_1 構造から B_2 構造に相転移するため、このスケールをこれ以上の圧力で使用することはできない。そのため種々の圧力スケールが提案されているが⁽²⁾、著者らはフェルミ面が球面に近い“シンプルメタル”に対して有効な擬ポテンシャル法により種々の金属の内部エネルギーを求め、そ

の容積微分から Pv 関係を計算し実験値と良い一致を得てきた⁽³⁾。本論ではこの方法により、Mie-Grüneisen の関係を用いてその温度効果を補正し、広い圧力・温度範囲にわたって Al の PvT 関係 (以後この方法を Al スケールと呼ぶ) を計算した結果を示す。擬ポテンシャル法によるこの計算は、イオン結晶である NaCl や MgO の計算とはその結合様式、計算原理が異なる点に意味がある。また高温高压力における X 線回折法に新たな改良を加え、両スケールの実験的比較をおこなった。

2. 理論ならびに計算

2.1 内部エネルギーの計算 金属の内部エネルギーを高圧力下、すなわち非常に大きな容積変化を伴う場合にも適用できる計算法として、著者らは Heine-Abarenkov-Animalu のモデルポテンシャルをもとにして新しいモデルポテンシャルの決定方法を提案し、これにより Na, K, Rb, Cs, Ca, Al, Si および Ge の Pv 関係を計算した⁽³⁾。その結果 Ca 以外の金属では実験値と良い一致が得られた。

モデルポテンシャル $W(r)$ には

$$\left. \begin{aligned} W(r) &= -A \quad (r \leq R_M) \\ W(r) &= -Ze^2 / (4\pi\epsilon_0 r) \quad (r > R_M) \end{aligned} \right\} \dots (1)$$

を採用した。ここで A はポテンシャルの深さ、 R_M はモデル半径、 Z は原子価、 e は電子の電荷、 r は動径方向距離である。温度 0 K における金属の全エネルギー U_t は二次の摂動法を用いて、伝導電子ガスのエネルギー U_{eg} 、伝導電子ガス中のイオン系の静電エネルギー U_{es} 、電子・イオン相互作用の平均値 U_0 、バンド構造エネルギー U_{bs} の四つの項の和で表される。

$$U_t = U_{eg} + U_{es} + U_0 + U_{bs} \dots \dots \dots (2)$$

一方、 U_{bs} は金属結晶の構造因子 $S(q)$ 、式(1)のポテンシャル $W(r)$ のフーリエ変換 $W(q)$ 、摂動特性

* 昭和 57 年 7 月 13 日 東海支部三重地方講演会において論文講演として講演、原稿受付 昭和 57 年 2 月 19 日。

** 正員、三重大学工学部 (〒514 津市上浜町)。

*** 正員、名古屋大学工学部 (〒464 名古屋市千種区不老町)。

**** 日本電信電話公社茨城電気通信研究所 (〒319-11 茨城県那珂郡東海村)。

$x(q)$ および誘電関数 $\epsilon(q)$ を使って,

$$U_{\text{tot}} = \sum_q |S(q)|^2 [W(q)]^2 x(q) \epsilon(q) \dots\dots\dots (3)$$

で表される⁽⁴⁾. q は逆格子ベクトルであるが, 今回の計算では k_F をフェルミ波数としたとき $q < 8k_F$ まで計算範囲を拡大し, 独立な逆格子点 q を 28 組まで計算に組み入れた. また Al の 0 K における原子容積として, より正確と思われる値 $1.6385 \times 10^{-29} \text{ m}^3$ を採用した. このためにポテンシャルパラメータは改めて決定する必要があるので, 前報⁽³⁾ と同じ手続に従ってこれを定めた. その結果 $R_M = 7.1599 \times 10^{-11} \text{ m}$, $A = 3.9005 \times 10^{-18} \text{ J}$ となった.

2.2 Al の PvT 関係 2.1 節の方法による圧力・容積関係は, 温度 0 K におけるものなので, Mie-Grüneisen の状態式によりこの関係を高温域に拡大した. Girifalco によれば⁽⁵⁾, 温度 T における圧力 P_T は Grüneisen 定数 γ と Debye 温度 Θ を用いて次式で示される.

$$P_T = P_0 + 3k\Theta\gamma D_E(\Theta/T) \dots\dots\dots (4)$$

ここで P_0 は 0 K における圧力, k はボルツマン定数であり, $D_E(\Theta/T)$ は h をプランク定数, ν_0 を Debye 振動数として,

$$D_E(x_D) = \frac{3}{x_D^3} \int_0^{x_D} \frac{x^3 dx}{e^x - 1}, \quad x_D \equiv \frac{h\nu_D}{kT}$$

で定義される Debye 関数である. γ_0 には常温常圧の実験値 2.34 を⁽⁵⁾, Debye 温度 Θ には最近の Al の弾性定数の測定値⁽⁶⁾ から計算した値 410 K を使用し,

Decker⁽¹⁾ による NaCl の PvT 計算と同様に,

$$\gamma = \gamma_0 (V/V_0)^a \dots\dots\dots (5)$$

$$\Theta = \Theta_0 \exp\{(\gamma_0 - \gamma)/a\} \dots\dots\dots (6)$$

としてこれらの容積依存性を評価した. a は通常 1 に近い定数であるが, ここでは最も良く使用される $a = 1$ として γ および Θ の容積依存性を求めた.

2.3 計算結果 2.2 節による 100 GPa, 1000°C までの Al の PvT 関係の計算結果を表 1 に示す. 常温で 27 GPa で 20% 程の容積減少がみられるが, 圧縮率は圧力とともに減少し, 100 GPa になっても 38% 程度の容積減少にとどまる. 図 1 は常圧における Al の熱膨張の測定値⁽⁷⁾⁽⁸⁾ と本計算結果を比較したものであるが, 両者は非常に良い一致を示し, 理論および計

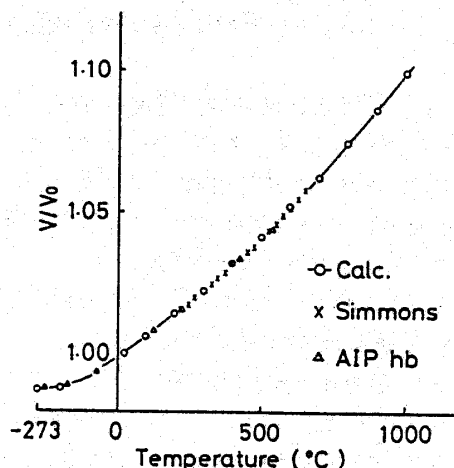


図 1 常圧における熱膨張の計算値と実験値の比較

表 1 アルミニウムの比容積 (V/V_0), 温度 (°C), 圧力 (GPa) の計算値

V/V_0	0K	25°C	200°C	400°C	600°C	800°C	1000°C
1.06	-4.84	-3.75	-2.77	-1.63	-0.47	0.69	1.85
1.04	-3.69	-2.63	-1.66	-0.51	0.64	1.80	2.96
1.02	-2.42	-1.39	-0.42	0.72	1.88	3.04	4.20
1.00	-1.01	0.00	0.96	2.10	3.26	4.41	5.58
0.98	0.57	1.54	2.50	3.64	4.79	5.95	7.11
0.96	2.31	3.27	4.22	5.35	6.50	7.66	8.82
0.94	4.26	5.18	6.13	7.26	8.41	9.56	10.72
0.92	6.43	7.32	8.26	9.39	10.53	11.69	12.85
0.90	8.85	9.71	10.64	11.77	12.91	14.06	15.22
0.88	11.55	12.38	13.31	14.42	15.56	16.71	17.87
0.86	14.57	15.37	16.28	17.39	18.53	19.68	20.84
0.84	17.94	18.71	19.61	20.72	21.86	23.00	24.16
0.82	21.72	22.46	23.35	24.45	25.58	26.73	27.88
0.80	25.96	26.66	27.55	28.64	29.77	30.91	32.06
0.78	30.72	31.39	32.27	33.35	34.48	35.62	36.77
0.76	36.08	36.72	37.58	38.66	39.78	40.92	42.06
0.74	42.12	42.73	43.58	44.65	45.76	46.90	48.04
0.72	48.95	49.53	50.36	51.42	52.53	53.66	54.81
0.70	56.68	57.23	58.05	59.10	60.20	61.33	62.47
0.68	65.47	65.98	66.78	67.82	68.92	70.04	71.18
0.66	75.46	75.95	76.73	77.76	78.85	79.97	81.10
0.64	86.88	87.33	88.09	89.11	90.20	91.31	92.44
0.62	99.95	100.38	101.12	102.12	103.20	104.31	105.44
0.60	114.98	115.37	116.09	117.09	118.15	119.26	120.38

算に使用した数値の妥当性を示している。

3. 実験

この計算の妥当性を検討するため、現在最も信頼されるスケールとして認められている NaCl と Al を同じ圧力セル中に隣接して置き、高圧力・高温状態で X 線回折により格子定数の測定をおこない両スケールを比較した。

3・1 実験方法 高圧力高温の発生には既報⁽⁹⁾の DIA 6 立方形高圧力高温発生装置と回転対陰極形 X 線源 (60 kV, 200 mA) を使用した。高圧力高温下での X 線回折は高圧力常温のそれに比べて次のような困難さがある。

(1) 高温発生のための加熱器部分が X 線通路を避けたいよう圧力セルの幾何学的構成を考慮すること。

(2) 圧力媒体は X 線透過度が高く、非晶質材であり、かつ高温に耐える良い熱絶縁材であること。

(3) 試料および圧力媒体の再結晶、結晶成長を防ぐ必要がある。また集合組織による X 線回折中心の移動による誤差を除くことが必要である。

これらの問題を解決するため、あらたに圧力セルおよび X 線回折方式に次の改良を加えた。

3・2 圧力セルおよび試料 圧力セルには非晶質ボロンに 67 重量%のポリエステル樹脂を混合し、硬化させたのち真空中 250°C で 5 h 焼成した A セルと、高温に強いシリコン樹脂中にボロンを 50 重量%混合し、硬化させたものを真空中 300°C 2 h 焼成した B セルを用いた。図 2 にこれらの高温用圧力セルの構成図を示す。電流リードは厚さ 0.06 mm 幅 0.6 mm の Ag リボン、加熱器は厚さ 0.04 mm、幅 2 mm のカンタルリボンを、熱電対には直径 0.3 mm の Pt-Pt 13% Rh を用いた。熱電対接点は Al と NaCl の間 (加熱器の中心) および NaCl と絶縁用雲母の間 (加熱器近傍) に置いた。

Al (99.999%) と NaCl (99.99%) の試料は結晶粒方位の均一分布と結晶粒成長の防止のため次の方法で作成した。Al は鋳物からやすりで削り出し、# 1200 メッシュに通したのち耐熱性バインダ (Sauereisen # 14) を混合し、円板状に加圧成形したものを真空中で 200°C, 3 h 焼なまししたのち $0.8 \times 0.8 \times 1.5 \text{ mm}^3$ に切り出した。NaCl はめのう乳ばちで粉碎し約 0.5 GPa の圧力まで加圧成形したものを真空中で 250°C 3 h 焼なまししたのち所定の寸法に切り出した。

3・3 受光側モノクロメータ この実験で用いた X 線光学系を図 3 に示す。モノクロメータは 10×15

mm^2 厚さ 5 mm の平板状 LiF 結晶からなり、NaIX 線検出器とともにゴニオメータの 2θ 回転板上に取り付けられている。この角度 $2\theta_2$ を調節することにより、所定の波長でゴニオメータの中心 O から回折された X 線に対してのみモノクロメータの反射条件を満足するようにすることができる。加圧や昇温によって試料の位置ずれが起こると回折線強度が減少するので、各回折線ごとに反射強度が最大になるようにゴニオメータの位置を前後に微調節することにより、試料の位置ずれによる誤差を除くことができる。また多結晶性試料を融点近くまで温度上昇させる場合、再結晶や結晶粒生長を完全にさけることは困難で、そのため実質的回折中心が移動することになる。このことによる誤差が高圧力高温 X 線回折では非常に大きい。本方法はこの種の誤差を減少させるのに役立ち、総合的誤差は別報⁽⁹⁾の常温高圧力 X 線の誤差と同程度で、格子定数測定標準誤差は $\pm 0.02\%$ であった。

図 4 は試料位置を X 線入射光軸方向に移動させたときの回折線強度の様子を示したものである。これは Al を試料として、3 GPa 200°C で (111)_h 回折線を観測したものである。図 3 から明らかなように、試料による X 線の反射とモノクロメータによる反射との分光学的関係は上側回折線 (+ で示す) で反平行配置、下

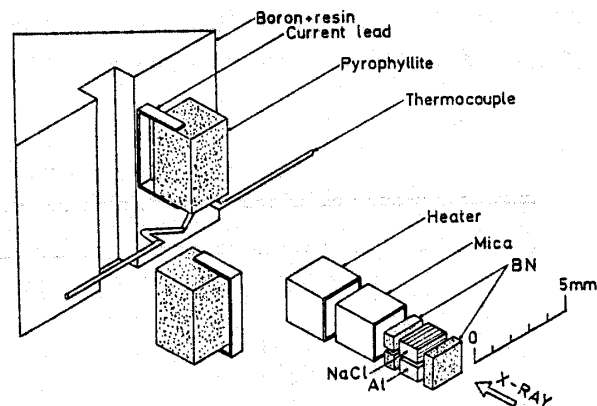


図 2 高温高圧力 X 線回折用圧力セル分解図

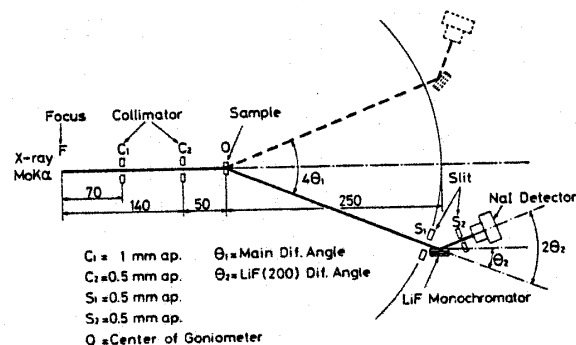


図 3 X 線光学系の配置図

側回折線で平行配置となるので、上側回折線の方が分解能は優れている。この方法による場合、検出器に入る X 線はモノクロメータを通るため線量が減少するが、試料その他の部分から出る蛍光 X 線や白色 X 線を完全にカットできるので、背景雑音は消え $S-N$ 比は著しく改善され、温度上昇による回折線の劣化を防ぎシャープな回折線を得ることができる。図 5 に 20°C および 200°C における Al のラインプロファイルの一例を示す。これは一点 20 s, $5/100^\circ$ ごとのステップ走査によるものである。

4. 実験結果および考察

ここでは、Al の Pv 関係の計算の信頼性を調べるため、まず NaCl スケールを用いた常温高圧力 X 線回折による Al の Pv 関係の実験値をパルク圧縮率測定、衝撃波実験などの結果と比較した。つぎに、 600°C までの高圧力高温 X 線回折により Al スケールと NaCl

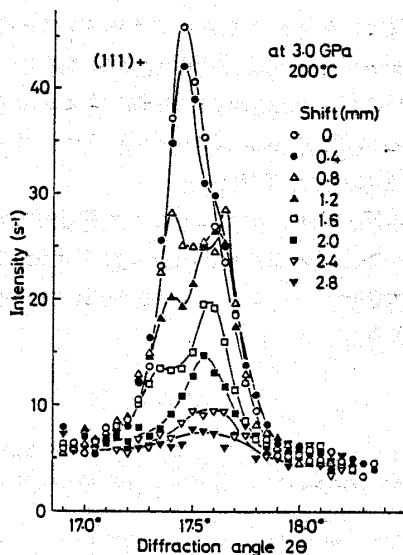


図 4 試料の位置ずれによる回折線プロファイルの変化

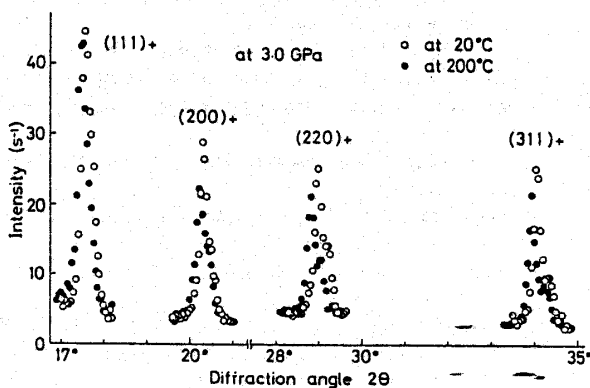


図 5 室温および高温における回折線測定例

スケールの適合性を調べた。

図 6 はこの実験で求めた Al スケールと NaCl スケールとの差、Vaidya-Kennedy⁽¹⁰⁾のピストンシリンダによる Al の圧縮率測定、Bridgman による Al の圧縮率測定⁽¹¹⁾、衝撃波実験による Al の Pv 関係により得られた圧力と Al スケールとの圧力差を示したものである。図にみられるように X 線回折による格子定数測定から求めた Al スケールと NaCl スケールの差は $\pm 0.2\text{ GPa}$ 以下で有意の差は見られない。なお Bridgman のデータは最近の資料にもとづいて修正を加えたものである。Vaidya らおよび衝撃波による Al の圧縮率測定と本実験結果を比較すると、前者の圧力スケールの方が約 5% 高いことがわかる。さらに高い圧力まで衝撃波の値と本計算結果を比較すると、両圧力差は 50 GPa で +5%, 80 GPa で +4% となり圧力が高くなるとその差は減少する。

7 GPa 付近における昇温時の Al スケールと NaCl スケールの比較を示したものが図 7 である。縦軸は各温度における Al の X 線回折による格子定数測定値から表 1 を用いて算出した圧力と NaCl から算出した圧力の差をプロットしたものである。両スケールの差は全温度範囲にわたって 0.2 GPa 以内にあり、測定誤差の範囲で両スケールは完全に一致していると考えてよい。

つぎに、Al の PvT 関係から求めた昇降温時のセル内の圧力変化を図 8 に示す。セル A による結果は白丸で、セル B のそれは黒丸で示したが、圧力媒体の種類により温度を変えたときのセル内圧力の挙動には若干の差がみられることがわかる。これは圧力媒体の熱特性の差によるものであるが、いずれのセルにも共通していえることは、(1) 1 回目の加熱と 2 回目の加熱は異なる経路をとる。(2) 1 回目の冷却と 2 回目の加熱はほぼ同一の経路をとる、といった事である。

セル A (ポリエステル) の場合、1 回目の加熱で

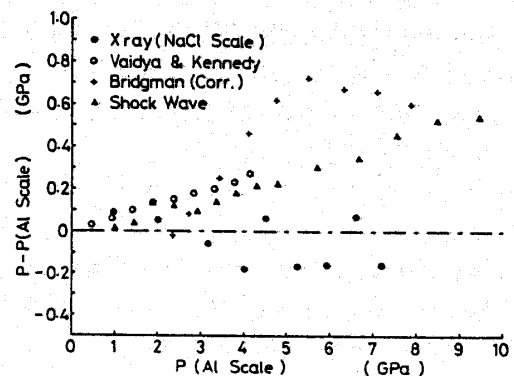


図 6 室温における Al スケールと他の測定値との比較

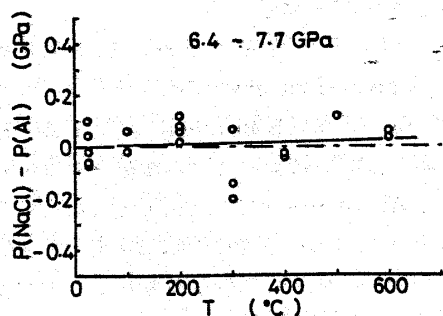


図7 高温におけるAlスケールとNaClスケールの比較

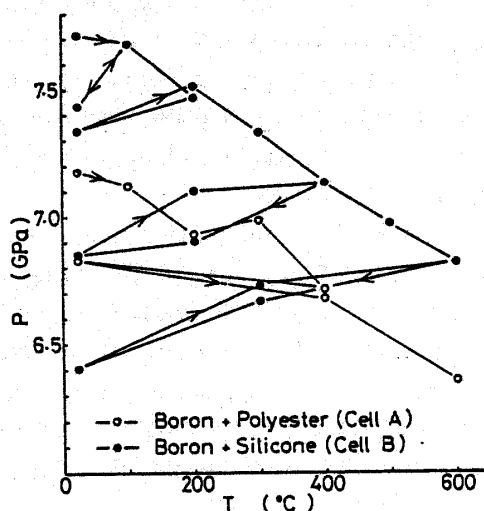


図8 昇温に伴う発生圧力の変化

-0.13 GPa/100°Cの割合で圧力が低下するが、1回目の冷却と2回目の加熱では、圧力は測定誤差以内の変化しかないと考えてよい。

これに対して、セルB(シリコン)では1回目の加熱では-0.15 GPa/100°Cであるが、1回目の冷却、および2回目の加熱では変化の符号が変わり0.07 GPa/100°Cの割合で圧力が上昇する。両セルとも1回目の加熱で圧力が低下する傾向を示すが、これは試料および圧力媒体の熱膨張による圧力上昇より、圧力媒体の昇温による内部応力の緩和や圧力媒体の流動性向上による減圧の効果の方が大きいことを示している。これらの減圧要因は2回目以降には作用しないため(2)の現象が見られたものと考えられる。

以上NaClスケールとAlスケールの間には有意の差は見られないことがわかったが、前述のように両固体の結合様式および両スケールの計算の基礎となる理論が全く異なっているにもかかわらず良い一致を示した事は、両スケールの圧力目盛としての信頼性を高めるものと考えられる。

5. 結 論

さきに著者らにより提案されたモデルポテンシャルを用いて擬ポテンシャル法によりAlの圧力・容積関係を計算し、Mie-Grüneisenの関係によってその温度効果を補正し、Alの PvT 関係を100 GPa, 1000°Cの範囲にわたって計算しNaClに代わるAlスケールを提示した。次に高圧力高温X線回折実験により、NaClスケールとAlスケールの比較をおこなった。得られた結果を要約すると次のようなものとなる。

(1) Alは圧力による構造相転移がなく、その PvT 関係を利用して格子定数から圧力あるいは温度を決定することに利用できる。

(2) 高圧力高温X線回折装置でAlとNaClの格子定数を7 GPa, 600°Cの範囲で測定した結果、測定誤差の範囲で両者に良い一致がみられ、超高压力高温下で良い標準物質となり得ることが実験的に示された。

(3) 受光側にモノクロメータを置く新しい方式のX線光学系は超高压力高温実験に起こりがちな試料の位置ずれによる誤差、結晶粒生長による回折中心の変化による誤差を効果的におさえることができ、S-N比の向上にも有効である。

最後に本研究をおこなうにあたり計算を手伝っていただいた平野元久君に感謝する。また本研究の計算には名古屋大学計算センタ FACOM M-200 を用いたことを付記する。

文 献

- (1) Decker, D. L., *J. Appl. Phys.*, 42-8 (1971), 3239.
- (2) Decker, D. L., ほか4名, *Phys. Chem. Ref. Data*, 1(1972), 810.
- (3) Senoo, M., ほか2名, *J. Phys. Soc. Jpn.*, 41-5 (1976), 1562.
- (4) Harrison, W. A., *Pseudopotentials in the Theory of Metals*, (1966), Benjamin Inc.
- (5) Girifalco, L. A., *Statistical Physics of Materials*, (1973), 83, John-Wiley & Sons.
- (6) Read, D. T., *Trans. ASME*, Ser. H, 99-2 (1977), 181.
- (7) Kirby, R. K., ほか2名 (Gray, D. E. 編), *American Institute of Physics Handbook*, (4th ed.), (1972), 4-119, McGraw-Hill.
- (8) Simons, R. O. and Balluffi, R. W., *Phys. Rev.*, 117 (1960), 52.
- (9) Senoo, M., ほか3名, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 15-5 (1976), 871; 15-8 (1976), 1617.
- (10) Vaidya, S. N. and Kennedy, G. C., *J. Phys. Chem. Solids*, 31-10 (1970), 2329.
- (11) Kennedy, G. C. and Keeler, R. N. (Gray, D. E. 編), *American Institute of Physics Handbook*, (4th ed.), (1972) 4-38, McGraw-Hill.

討 論

【質問】 若 槻 雅 男 [筑波大学物質工学系]

(1) 特に 30 GPa 以上で Al スケールの重要性が高まる (序論) が, 計算は常圧下の圧縮率, 熱膨張率を用い理論によって超高压高温下に外挿するため, 圧力が高くなる程精度上の確信が持てないように思われる。この点の見通しはどうか。

(2) NaCl と比較して, 回折強度上の優劣はどうか。

(3) 結合機構の異なる物質では Pv 及び Tv 関係にもかなり大きな差異が現れる可能性はないか。極力, 差異の大きな 2 物質を選びそれらの格子定数測定によって圧力と温度を同時決定する可能性が考えられるので, その方向への発展をも望みたい。

【回答】 (1) 計算には常圧下, 0 K における格子定数と分光学的データを使用しているが, Decker による NaCl の PvT 関係の計算のように常圧下の圧縮率は使用していない。それにもかかわらず, 現在ほぼ圧力目盛が確立されている圧力範囲では Pv 関係に良い一致がみられる。また全く異なる原理的基礎に立つ衝撃波の結果ともほぼ一致している。標準の問題は種々の異なる理論的基礎に立つ結果が互いに一致することにより, その値の確からしさが高められるという点からも本計算の結果には十分な意味があるものと考えている。

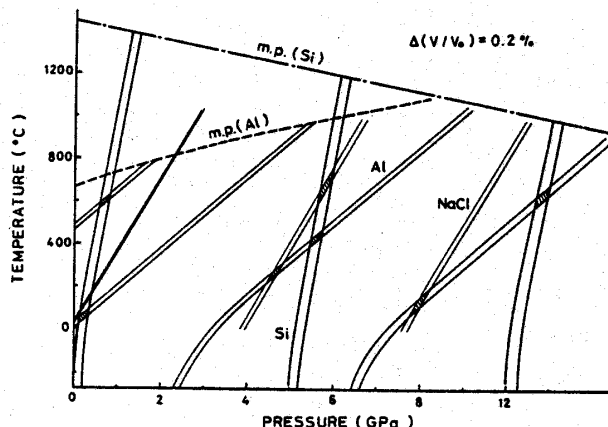
(2) NaCl と比較して Al の回折線強度上の優劣はほとんど認められない。しかし NaCl に比べて集合組織や結晶粒の粗大化が起りやすく本文 (3・2 節) に書いた様な結晶粒分布の均一化と粒生長防止の対策が不可欠である。

(3) ご指摘のように結合機構の異なる物質では Pv 及び Tv 関係に大きな差異があらわれる可能性があり, 適当な 2 物質を選び格子定数測定することにより圧力と温度の同時決定が可能である。付図 1 は著者らの Al および Si の計算値と Decker の NaCl の PvT 関係をもとにした定容積線を示したものである。図中のハッチ部分は $\Delta(V/V_0)$ の測定誤差を 0.2% としたときの Al, NaCl および Si の格子定数測定から決められる圧力および温度の誤差範囲を示す。この結果 Si と Al の組合せでは, 12 GPa, 1000°C の範囲で約 0.3 GPa, 40°C の精度で圧力および温度を決定することができる。計算や測定の信頼性に起因する精度などについては今後検討していきたい。

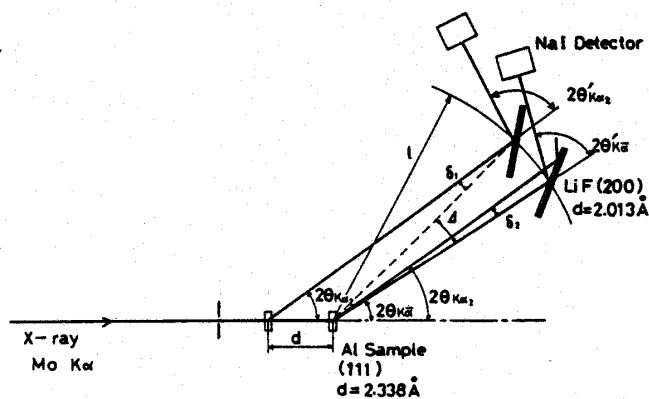
【質問】 小 野 陽 [東北大学工学部]

図 4 で, 試料の位置ずれによって回折線プロファイルに二重ピークがあらわれているがどのような理由によるのか。受光側モノクロメータを発散角の小さなコリメータとパルスハイトアナライザを兼ねたものと考えると, それらを備えた通常の X 線回折装置ではこのような現象はあらわれないと思う。

【回答】 受光側にモノクロメータを用いた X 線光学系は入射角の違う X 線に対しては異なる波長の X 線に回折条件が合うので, ご指摘のように発散角の小さなコリメータとパルスハイトアナライザの組合せとは必ずしも考えることができない。図 4 で二重ピークのできる理由は次のように考えられる。最初 Al 試料がゴニオメータ中心に正しく置かれた場合, $MoK_{\alpha 1}$ と $K_{\alpha 2}$ の付重心 K_{α} に合うよう LiF (200) 面の角が調整されており, 図 4 ○印の様なピークが観測される。ここで付図 2 に示すように試料位置が d だけ X 線光源側にずれると Al (111) 面の K_{α} による回折線



付図 1 Al, Si, NaCl の容積測定による圧力・温度決定時の誤差



付図 2 2 試料位置ずれ時の X 線光学系

は LiF (2 0 0) 面の回折条件からはずれ K_{α_2} に対して回折条件を満たすようになる。ここで、 $2\theta_{K_{\alpha_2}} \approx 17.697^\circ$, $2\theta_{K_{\alpha_1}} = 17.771^\circ$, $2\theta'_{K_{\alpha_2}} = 20.674^\circ$, $2\theta'_{K_{\alpha_1}} = 20.763^\circ$ および $l = 250 \text{ mm}$ であり、

$$d \sin 2\theta_{K_{\alpha_2}} = l \sin \delta_1,$$

$$\delta_1 = 2\theta'_{K_{\alpha_2}} - 2\theta_{K_{\alpha_2}} = 0.089^\circ$$

のとき MoK_{α_2} 線に LiF モノクロメータの回折条件が

ちょうど合う。この時の試料位置ずれ d は 1.27 mm となり実験でピークがはっきり現れる条件とほぼ一致する。またこの時のピーク位置のずれ角 Δ は $\delta_1 + \delta_2 = 0.163^\circ$ となり、図 4 の Δ の右側ピーク的位置とほぼ一致する。さらに試料位置がずれると K_{α_2} にも回折条件が合わなくなり両ピークとも減少する。