



Title	氷の結晶軸方向決定用X線ラウエ写真表の製作
Author(s)	東, 晃; HIGASHI, Akira; 福田, 明治 他
Citation	低温科学. 物理篇, 30, 35-46
Issue Date	1973-03-05
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/18196
Type	departmental bulletin paper
File Information	30_p35-46.pdf



氷の結晶軸方向決定用 X 線ラウエ写真表の製作*

東 晃**・福田明治・山中洋示

(北海道大学工学部)

(昭和 47 年 10 月受理)

I. ま え が き

氷の結晶の物性研究に当っては、大抵その実験試料の結晶軸方向を決定する必要がある。大きな単結晶を使う場合には、エッチ・ピットの方法¹⁾や霜を蒸着させて、その晶癖を利用する方法²⁾が最も簡単である。また交叉偏光板とユニバーサル・ステージによって *c* 軸の方向を測ること³⁾は多結晶における軸方向優先性をきめるためによく使われる方法である。以上の方法は簡単ではあるが、精度の点で劣っており、通常 5° 以内の精度は望めないし、小さな単結晶試料や結晶粒の小さい多結晶試料には使い難いという欠点がある。

近年、X 線回折顕微法によって氷結晶中の転位を観察すること⁴⁾が行われるようになり、その試料の軸方向や X 線の反射面を精確に知る必要性が増加した。また多結晶氷に関する研究や結晶成長の研究⁵⁾などにおいても、*c* 軸方向分布だけでなく、*a* 軸を決定したい場合や、変形などの過程の途中で軸方向の変化を測りたい場合などがある。X 線透過ラウエ法は、精度が高く、また試料を動かさずに多結晶の結晶粒の軸方向が決定できるという利点をもっているので、上記のような要求にかなうものとして最近よく使われるようになった。

ところで、軸方向が全く未知の氷の結晶に任意の方向から X 線を入射して得られる回折写真(ラウエ斑点)を見て、その結晶軸をきめることはそう簡単ではない。しかし氷は *c* 軸のまわりに 6 回対称であり、*c* 軸に平行な面による鏡面对称となっている。又 *c* 軸に垂直な面(つまり C 面)を鏡面とする対称性があることを考えると、割合限られた数の回折写真によって、あらゆる場合に近似的に対応するラウエ斑点のパターンを得ることができる。この論文はそのような写真 40 枚を撮影し、そのラウエ斑点の指数付けを行なって、X 線回折による氷結晶の軸方向決定を簡便ならしめることを目的としたものである。それは、図版 I~IV にしてあるが、これを使って、軸方向の角度決定の精度を上げるためには、レオンハート・チャートとウルフ・ネットの使い方を知る必要がある。この使い方は X 線結晶学の教科書⁶⁾から学ぶことも出来るが、氷の結晶の軸方向決定に必要なことだけを解説的に述べることにした。そしてそれに必要な精度の高いレオンハート・チャートを製作して利用の便に供することとした。

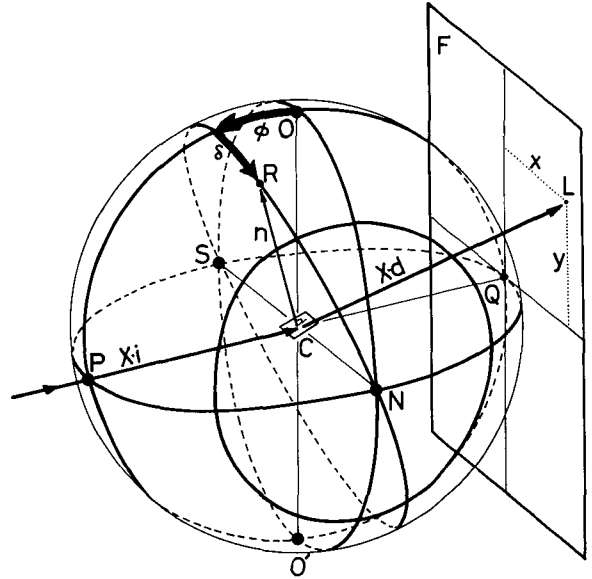
* 北海道大学低温科学研究所業績 第 1234 号

** 低温科学研究所併任所員

II. X線透過ラウエ法におけるレオンハート・ チャートおよびウルフ・ネット

白色 X 線ビームを結晶に当てて、ブラッグ条件を満足する回折ビームを写真フィルムに受けて得られる斑点のパターンから結晶の対称性や配向を決定する方法がラウエ法である。ラウエ法には透過ラウエ法と背面反射法の二通りの方法がある。金属などでは、主として背面反射法が用いられるが、氷では結晶の X 線吸収率が小さいせいもあって、透過ラウエ法の方が良い結果が得られる。この透過ラウエ写真の結果から結晶軸方向を図的に決定するための図表がレオンハート・チャートであるが、このチャートの構成原理を知っておくことは、本論文の目的であるラウエ写真表の使用の精度を高めるためにも必要であるので、初めに多少教科書的な説明を行なうことにする。またこのチャートそのものの精度のよいもの（角度目盛りの細かいもの）が実際には入手困難なため、2°目盛りのそれを実際に製作した。

第 1 図に示すように、結晶 C を中心とした半径 D の球を描き、これに地球儀の南北極 N・S を水平にしたように方位をきめる。赤道は、結晶 C の垂直上下の点 O, O' を通り NS に垂直な大円 OPO'QO' である。こうすれば、球上の点はすべて地球の経緯度と同じに角度で表わされる。今、緯度 0°, 東経 90° の点 P を通り結晶 C に向かって白色 X 線ビーム X_i が入射したとすると、結晶内の多くの反射面から、



第 1 図 透過ラウエ法における面法線の方向と回折斑点の位置の関係

X_i : 入射 X 線ビーム, X_d : 回折 X 線ビーム, C: 結晶, F: フィルム, R: 反射結晶面の法線 n の極, L: 法線の極が R である結晶面に対応するラウエ斑点

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

なるブラッグ条件を満足する方向に回折ビームが放射される。(1) 式で d は反射面の間隔, λ は波長, θ は入射角 (反射角), n は正の整数であるから、この回折ビームは各反射面によって夫々異なった波長を白色 X 線から選んでいることになる。透過ラウエ法の写真フィルムは入射 X 線に対して垂直におかれるので、それが今考えている球に西経 90° の点 Q で接しておかれていることになる。

結晶 C 内の一つの反射面から出た回折ビーム X_d がフィルム F と交わる点、すなわちラウエ斑点の一つ L のフィルム上の座標を (x, y) とする。一方、この回折ビームを生じた反射面

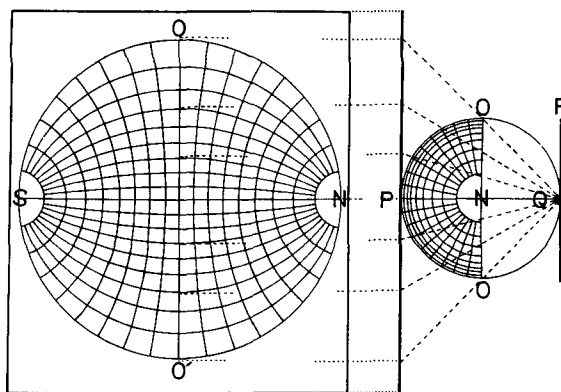
の法線 n が地球儀の表面と交わる点 R を経緯度で表わして ($E\phi^\circ, N\delta^\circ$) とする。そうすると、 x, y は、結晶とフィルムの距離が D であるから、次式のように表わされる。

$$\left. \begin{aligned} x &= D \cdot \frac{\sin \phi \cdot \sin 2\delta}{1 - (1 + \cos 2\delta) \sin^2 \phi} \\ y &= D \cdot \frac{(1 + \cos 2\delta) \sin \phi \cdot \cos \phi}{1 - (1 + \cos 2\delta) \sin^2 \phi} \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

これは、一つの反射面を媒介として地球儀上の点 R に対応するフィルム上の点 L の座標である。今もし、 ϕ を一定にして δ を連続的に変化させると、(2) 式で与えられる座標点 L はフィルム上にある軌跡を描くことになる。この軌跡は、地球儀上での経度 ϕ° の経線上をある結晶面の法線が動くように結晶を回転させたとき、この面を反射面とするラウエ斑点のフィルム上の動きを示すものである。 ϕ の大きさをかえて作ったこの軌跡の曲線群を等 ϕ 線と呼ぶことにする。

次に、地球儀上で δ を一定にして ϕ を連続的に変化させると、フィルム上には等 δ 線の軌跡が得られる。これは、緯度 δ の緯線に沿う小円 (δ が 0° のときは赤道の大円) 上を面法線が動いてゆくように結晶を回転したときのラウエ斑点の動きを示すことになる。この等 ϕ 線と等 δ 線の曲線群を描いて作られる網目図形がレオンハート・チャートと呼ばれるものである。

結晶とフィルムの距離 D がわかっていれば、それに相当するレオンハート・チャート上に回折写真を重ねて、あるラウエ斑点に相当する結晶面の法線方向を知ることができる。それは第1図の地球儀上の経緯度で測られることになるが、これを図的に表現するには、球面を平面に投影した図を用いる。投影の方法には、地球の地図を描くときのように何種類もあるが、X線結晶学で用いられるのは、角度の関係が忠実に保たれる等角ステレオ投影である。



第2図 等角ステレオ投影とウルフ・ネット

第1図において、Q 点に点光源を置いて、P 点で \overline{PQ} に垂直に地球儀に接している平面スクリーン上へ、東半球の経線と緯線を射影してやると、第2図のようになる。この投影図は点光源 Q に対してスクリーンの反対側から見た図であり、その網目図はウルフ・ネットと呼ばれる。

III. レオンハート・チャートとウルフ・ネットの使い方

ウルフ・ネットとレオンハート・チャートを対応させて、結晶面の（従って結晶自体の）回転が、この両図の上でどう描かれるかを一例をあげてみよう。第1図の結晶面の法線 n が初め経緯度共に 0° の O 点にあって、これが結晶の回転により、赤道上を東に ϕ 度動き、そこから

北へ δ 度動いたとすると、その様子はウルフ・ネット上では第3図(b)のようになる。そして、この結晶面によるラウエ斑点の動きはレオンハート・チャート上では等 δ 線(この場合 $\delta=0^\circ$)の上で ϕ 度、次いで等 ϕ 線上で δ 度動くことになり、第3図(a)のようになる。従って、透過ラウエ法回折写真の斑点の表わす結晶面間の角は、斑点の座標をレオンハート・チャート上の網目で読みとり、これをウルフ・ネットに移すことによって容易に求めることが出来る。しかし、斑点の何れもが如何なる結晶面に対応するか全くわからない場合は、このことだけでは結晶の配向はきまらない。勿論、多数の斑点の示す多くの結晶面間の角がわかり、これを既知の面間の角度の表と照し合わせて推定してゆくことは出来るが、それは非常に労力の要る仕事である。

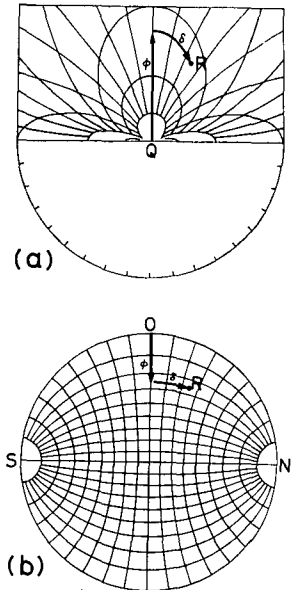
しかし、若しも二つ以上の斑点に対応する面指数がわかっていれば、結晶中の任意の軸方向、或いは面の法線方向は、次のような手続きによって決定できる。これは、例えば板状や針状の形をした軸方向の未知な氷単結晶試料がX線回折装置のゴニオメーター上につけられているとき、とられたラウエ写真から、その板の面や針の長軸方向と結晶内の c 軸や a 軸の方向が如何なる関係にあるか、X線回折顕微法に使うべき反射面が試料内に於いてどう傾いているかなどを精確に決定するのに役立つ。その手続きは第4図に順を追って示してあるようにするのである。

i) ラウエ写真とレオンハート・チャート(但しその中に示されている D の長さが写真をとるときの結晶とフィルムの間の距離に等しいもの)を中心を重ね、上下をそろえて、指数の知られている二つの斑点 P 、 Q の ϕ 値と δ 値を読みとる。第4図aの例は、この操作によって P 点は(ϕ : E 30° , δ : N 20°)、 Q 点は(ϕ : E 40° , δ : S 50°)であることを示している。

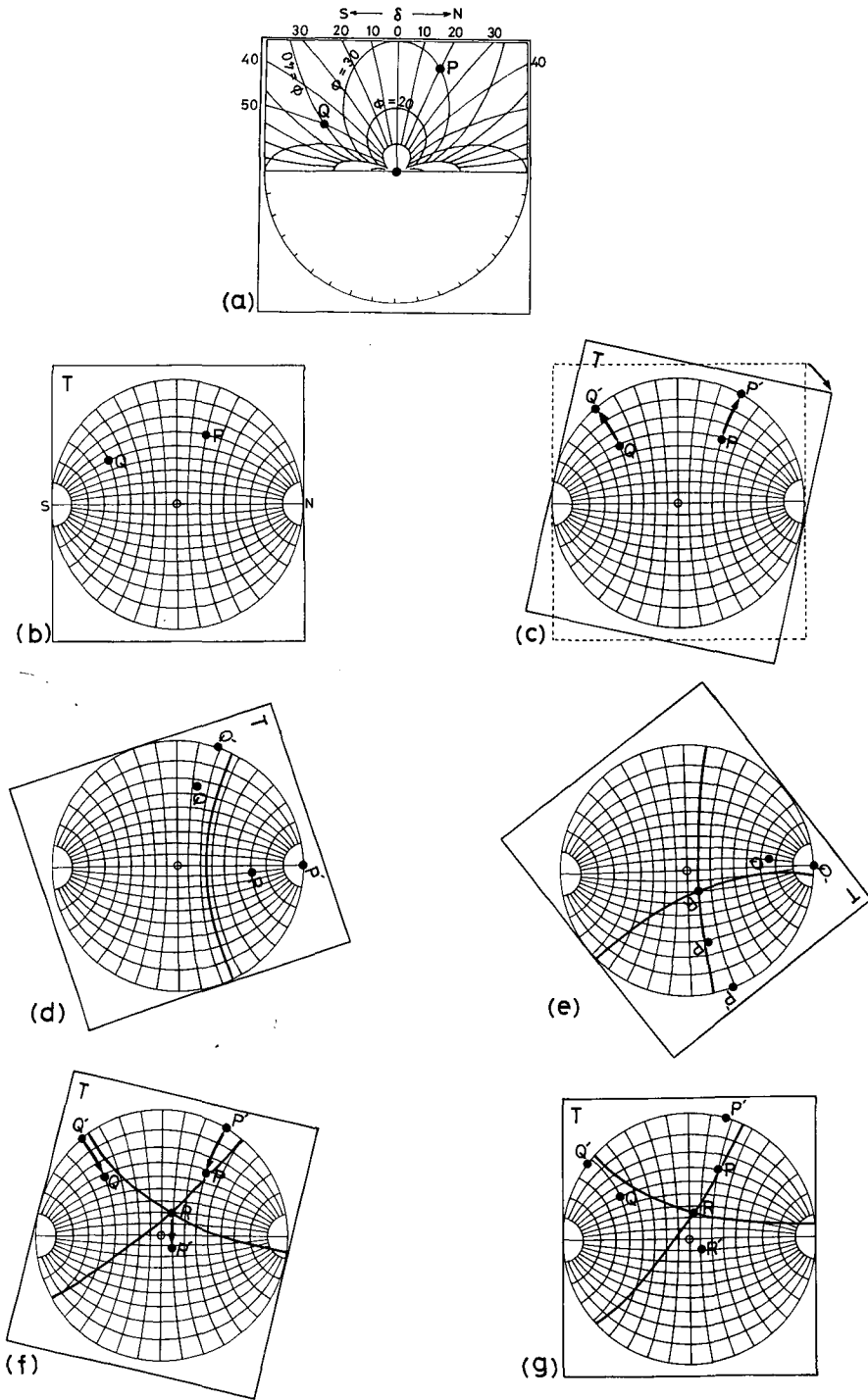
ii) ウルフ・ネットの円と同一半径の円周を描いた透明又は半透明の紙片、例えばトレーシング・ペーパー P を用意する。これをウルフ・ネットに重ねて、いまレオンハート・チャートで読みとった P 、 Q 両点の座標をかきこむ(第4図b)。

iii) 次にこのトレーシング・ペーパーをウルフ・ネットの中心を軸として回転し、いま記入した P 、 Q 両点が同一経線上にくるようにする。そうなったところで、両点がそれぞれ乗っている緯線上を外円周のところまで移動させ、その外円周上の点を P' 、 Q' とする(第4図c)。

iv) 更にトレーシング・ペーパーを回転して P' 点をウルフ・ネットの北極点 N に重ねる。いま法線方向をきめようとしている面と P のラウエ斑点を生じた結晶面との間の角度を表から引いて、この角度に等しく北極の方から測った緯線をトレーシング・ペーパーにかきこむ。第4図dでは、この角度が 65° にとられている。この結晶面間の角度は六方晶結晶では軸比をきわめてやれば幾何学的に計算される。氷の場合の主要面に関するものを第1表に示してある。



第3図 ウルフ・ネット上の座標点の移動(a)に対応するレオンハート・チャート上の座標点の移動(b)



第4図 透過ラウエ写真上で二つの斑点 P, Q の面指数が既知である場合、この二つの面と一定の角度関係にある方向 (面法線又は軸方向) をきめるためのレオンハート・チャートとウルフ・ネットの使用法 (a) から (g) に至る操作は本文参照

第1表 氷の結晶における主要な結晶面間の角 (度)

	{0001}	{11 $\bar{2}$ 0}			{1 $\bar{1}$ 00}		
{1 $\bar{1}$ 00}	90	30	90		0	60	
{2 $\bar{2}$ 01}	75	33	90		15	61	
{1 $\bar{1}$ 01}	62	40	90		28	64	
{2 $\bar{2}$ 03}	51	48	90		39	67	
{1 $\bar{1}$ 02}	43	54	90		47	70	
{1 $\bar{1}$ 03}	32	63	90		58	75	
{11 $\bar{2}$ 0}	90	60	0		30	90	
{11 $\bar{2}$ 2}	58	32	65		43	90	
{12 $\bar{3}$ 0}	90	11	49	71	19	41	79
{12 $\bar{3}$ 1}	79	16	50	71	22	42	79

v) Q' 点についても iv) と同じ操作をするが、面の間角度はこの場合 80° である。このようにして得られた2本の曲線 (iv と v で緯線として描いた) の交点を R とする (第4図 e)。

vi) P, Q 点が同じ経線上にのった位置 (すなわち第4図 c の位置) へトレーシング・ペーパーを戻す。そして Q' を Q に、 P' を P に戻すのと同じ角度だけ、R 点をそれが乗っている緯線に沿って動かした位置をトレーシング・ペーパーにかきこみ、これを R' とする (第4図 f)。

vii) トレーシング・ペーパーを最初の位置に戻し、P, Q 両点はウルフ・ネット上で正しく元の座標点の上にあるようにしたとき、 R' 点のウルフ・ネット上の座標が、求める面の法線方向を示す (第4図 g)。

以上の手続きの原理を直観的に述べると次のようになる。斑点 P に対応する結晶面の法線とある角度をなす別の法線は、第1図のような空間座標を表わす球の中心と、この場合の P (第1図の P とは違う) 点を結ぶ半径の周りに中心に於いてその角度を張る円錐面上にある。同様にもう一つの斑点 Q に対応する結晶面とある角度をなす法線の乗る円錐面を描けば、この両者の交線の方向が求める面の法線又は軸方向になる。ウルフ・ネット上でこのような任意の方向の軸をもつ円錐を作図することは出来ないが、若しこの軸の先端 P, Q をウルフ・ネットの北極にもってくれば、その円錐面と球面の交線は、北極を中心にして面間角の角度を張る緯線になり、ウルフ・ネット上の作図が可能になる。操作 iii) はこの作図を行なう前に二つの面の極の間角度関係を不変に保つためのものであり、iv), v) が上記の作図により交線を求めることで、vi) 以下はその逆操作である。

一つ晶帯に属する斑点群が明らかな場合は、操作はもっと簡単であって、次のようにすればよい。後述するように氷の結晶では c 軸や a 軸を晶帯軸とするような斑点群は比較的に見出される。例えばある斑点群の属する晶帯軸をきめる場合の手続きは第5図に示されている。

i) 回折写真フィルム F の中心とレオンハート・チャートの中心を重ねておき、フィルム上

のある晶帯に属するラウエ斑点群がチャート等 ϕ 線上にのるようにフィルムを中心を軸として回転する(第5図a)。

ii) ウルフ・ネット上のトレーシング・ペーパーTも予め、フィルムと同方向に同じ角度回転しておき(第5図b)、この上にレオンハート・チャート上の斑点の座標をかきこむ。このとき、これらの点はすべて一つ経線上に並ぶ筈である。この経線から赤道上に 90° はなれた点を求めてRとする。

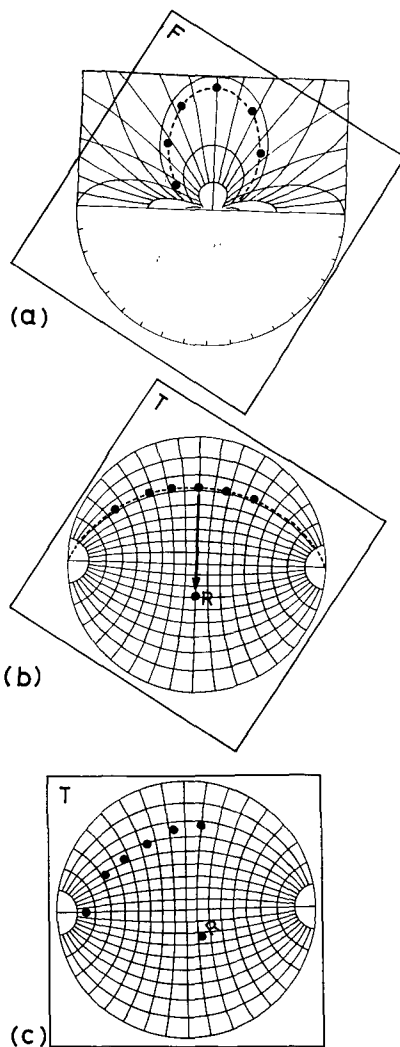
iii) トレーシング・ペーパーを逆に回転して上下の正しい位置に戻したときのR点のウルフ・ネット上の座標が晶帯軸の極である(第5図c)。

以上の手続きは、一つの晶帯に属する面の法線は、晶帯軸に垂直な面内に分布し、その極は、この面が地球儀の中心を通過して作る大円上に分布すべきであることを考え、角 ϕ を 90° 回転する操作は赤道上行なうことになることと考え合わせれば理解できる。

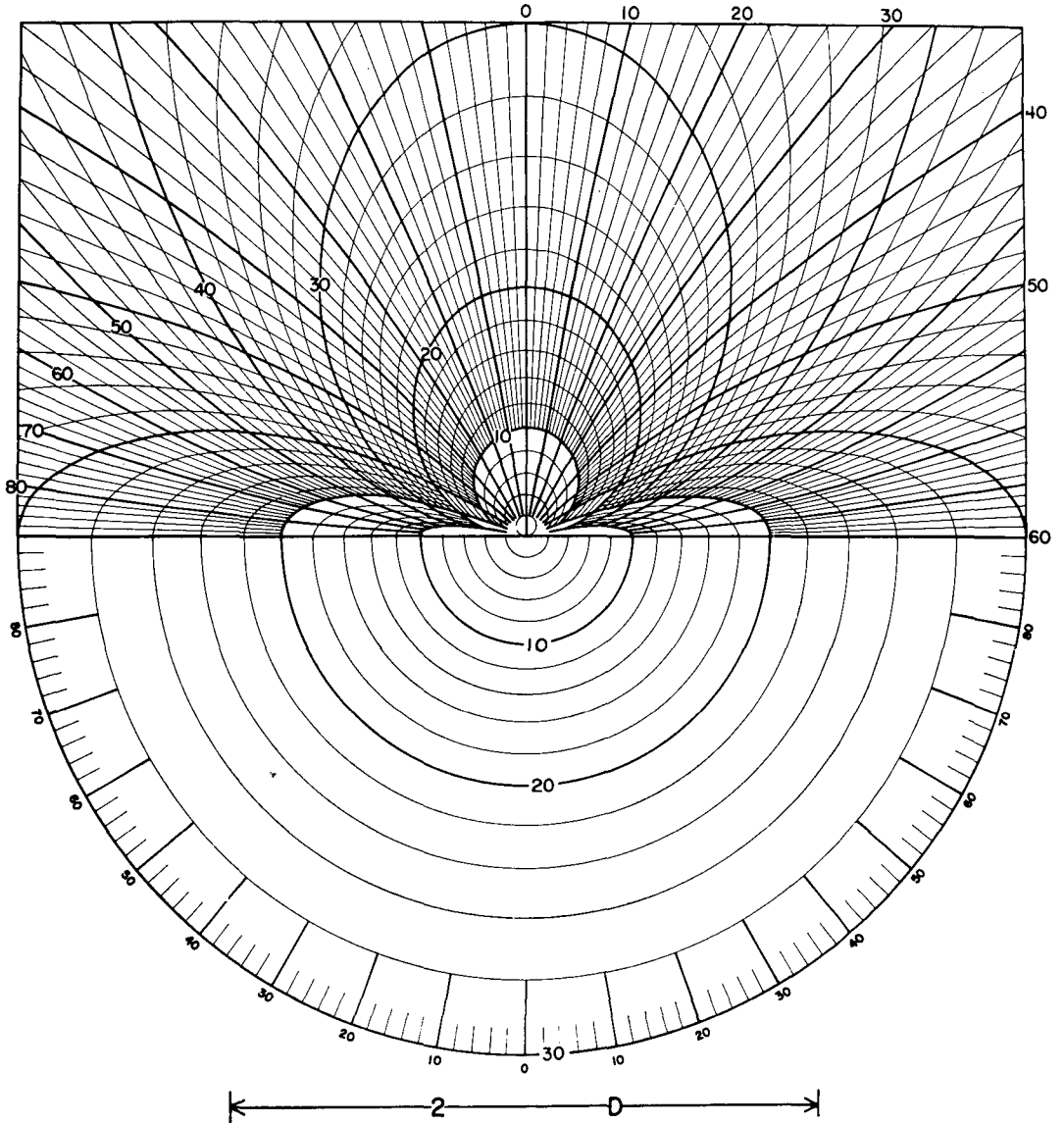
IV. レオンハート・チャートの製作

前章に述べたようなレオンハート・チャートとウルフ・ネットによって結晶の配向を調べることは、両者の精度のよいものが必要であり、とくに前者については、ラウエ・カメラの試料とフィルムの距離に合った大きさのものを用意せねばならない。ウルフ・ネットは通常のX線結晶学の教科書に 2° 目盛りだけのものが掲載されているが、レオンハート・チャートはこれほどの精度ものは見当たらない。そこで我々は自らこれを製作することとした。

製作の原理は簡単で、前述の(2)式の中の ϕ および δ に 2° 間隔で夫々 0° から 180° 、 0° から $\pm 90^\circ$ の値を入れて、その組み合わせに対応する (x, y) の組の値を得て等 ϕ 線と等 δ 線を引けば、 2° 目盛りのレオンハート・チャートが得られる。(2)式による (x, y) の計算は本学の大型計算機(FACOM-230-60)により、フォートランによるプログラムを組んで行なった。チャートの製図をやり易くするために $D=30\text{ cm}$ で計算し、約 1 m 四方の大きさの方眼紙に計算結果を記入し曲線定規を用いて等 ϕ 線と等 δ 線を引いた。これを墨入れした原図を写真にとり、縮小したのが第6図でこれは $D=4\text{ cm}$ に相当する。製作の手順は以上のように書けば全く簡単であるが、計算や製図はこの仕事において最も時間を要したところである。



第5図 透過ラウエ写真上で、ある晶帯に属する斑点群が知れている場合に、その晶帯軸の方向を決定するためのレオン・ハートチャートとウルフ・ネットの使用法



第6図 2°目盛で製作したレオンハート・チャート, $D=4\text{ cm}$

レオンハート・チャートを利用したい読者はこの図を適当に伸縮して自分の実験条件に合う D のものを作ればよい。また逆に自分の持っているレオンハート・チャートの D に合わせてラウエ・カメラの D を調節して写真をとればよい。著者の手元に D の大きさを 2.5 cm から 10 cm の間に 0.5 cm 間隔でかえた 6 種類のチャートの密着ネガを作ったものが用意してあるので、密着印画を提供することができる。

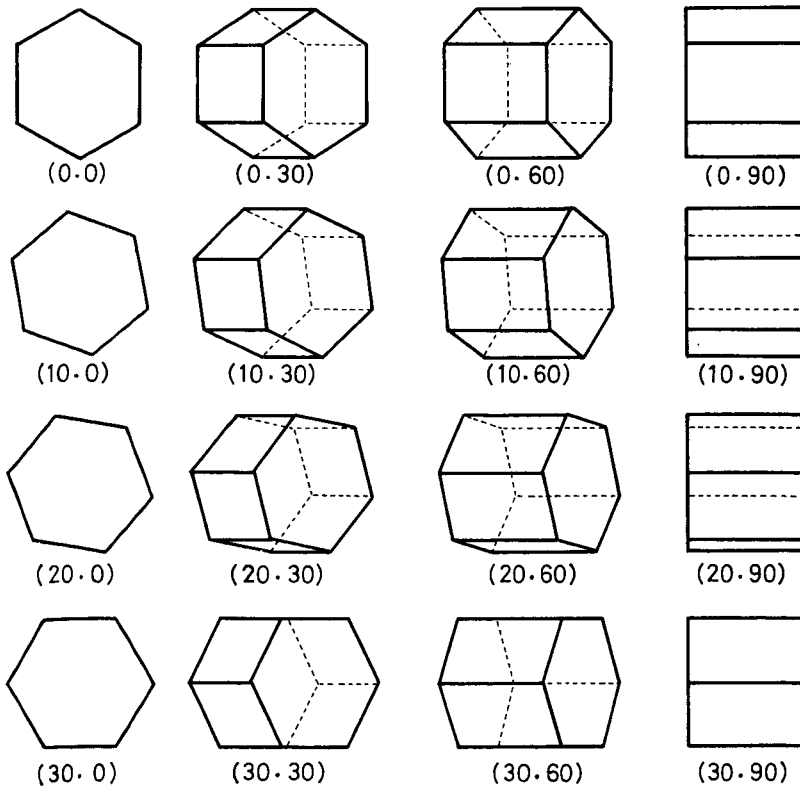
V. ラウエ写真表の製作

精度のよいレオンハート・チャートを使って結晶の配向を決定するに当っては、ラウエ写

真の斑点の二つ以上に対応する面指数が既知である場合は、仕事が簡単であることはIII章に述べた。従って、氷の結晶に種々の方向からX線を入射してとった透過ラウエ写真の斑点に指数づけをしたものを多数あらかじめ用意しておけば、未知の配向の氷結晶のラウエ写真と見くらべて上述の便宜が得られる。そこで我々は結晶軸配向を系統的に変化させた40枚の透過ラウエ写真をとって一覧表を作り、その各々の中の数個の斑点に対する指数づけを行なった。

写真表を40枚の写真にしたのは次のような理由からである。氷結晶では c 軸と a 軸の周りの回転を行なえば、あらゆる配向が得られるが、その回転角度間隔を小さくして写真の枚数を増やせば増やすほど、配向を求めたい結晶のラウエ写真が写真表の中の一つと一致する確率が増加する。一致しなくても近似的に非常に近い斑点パターンのものを見つけることができる。しかし、それをこの写真表の中から探し出す労力も大きくなり、表そのものも大きくなり過ぎて使い難いであろう。従って斑点パターンの連続的変化が追える程度でありさえすれば写真の枚数は少ない方が使用の能率はよいのである。

今、第7図のように氷の単結晶を c 軸の周りに 10° 間隔で 30° 回転し、それを更に c 軸に垂直な軸の周りに 10° 間隔で 90° 回転すると、40個の場合が生ずる。この図では簡単のため後者の回転については 30° ずつの間隔で描いてある。結晶の対称性から言って氷の場合は、これだけの場合をとり上げておけば、結晶を経緯線に沿って夫々 10° ずつ回転させたあらゆる場合



第7図 ラウエ写真表を作るための結晶の配向を示す図、括弧内の数字は図版上のそれらと対応している

を覆うことができる。若しこの角度間隔を 5° にすれば、写真の枚数は一挙に120枚に増加し、一覧表は歴大なものになる。

第7図の紙面に垂直の方向に結晶のこちら側から白色X線を入射し、結晶の後方に平行においたフィルムに現われるラウエ斑点の40個のパターンが本文末尾の図版I~IVに示されている。このIからIVまでを、Iを左側上に、IIをその右側に、IIIをIの下に、IVをIIの下にして1枚の図にまとめれば、第7図の配置に相当する写真表になる。各写真の下に示されている数字は c 軸の周りの回転角度数とこれに垂直な軸の周りの回転角度数の組である。写真の結果は、となり合う写真に同じ指数や晶帯の斑点が重複して見出され、 10° 間隔が適切であったことを示している。

実際のラウエ写真撮影は、メンデンホール氷河産単結晶を直径約2mmの丸棒にしたものを使用して行なった。丸棒はその長軸が c 軸に対し垂直、 a 軸に対し 0° , 10° , 20° , 30° に夫々傾いているように作られ、この4本の丸棒をゴニオメーター上に垂直に立て、ゴニオメーターの回転目盛によってその長軸の周りに 10° ずつ 90° まで回転して、丸棒の横から長軸に垂直にX線を当ててラウエ写真をとったわけである。使用したX線は銅対陰極から出る白色X線で、電圧30kV、電流13mAで富士X線フィルム200番で約30分の露出を行なった。

この40枚の写真の各々の主要な斑点の指数づけ、すなわち対応する結晶面の指数をきめたものが各写真に重ねた半透明紙上の図版である。指数づけは各写真をレオンハート・チャート(この場合 $D=2.7$ cm)にのせ、そこから各斑点の角 ϕ と δ を読みとって、ウルフ・ネットにのせたトレーシング・ペーパーに記入する。これを標準投影図と比較することによって、主要な低指数の結晶面に対応する斑点を見出すことが出来た。標準投影図は、指数の低い重要な結晶面、例えば氷の場合(0001), $(11\bar{2}0)$, $(10\bar{1}0)$ などを投影面にしたとき、他の主要な面との間の角を第1表のような表から引いて、予め、これらの面の法線の極をウルフ・ネットにかき込んだものである。その形は上記の例の場合、夫々この半透明図版の(0, 0), (30, 90), (0, 90)のパターンに相当するものになるはずである。(0001)投影図は既に樋口¹⁾によって作られたものがある。なお図版の写真は $D=2.7$ cmでとった写真を印刷の都合で約5/8に縮小してあることを断っておく。

VI. ラウエ写真表の使い方

未知の結晶配向をもつ氷の透過ラウエ写真をとった場合、そのラウエ斑点のパターンに近い写真を図版I~IVの40枚の写真の中から見つけ出すことができるはずである。但し我々は結晶の対称性を利用して、ウルフ・ネットの全象限或いは球面全体を、 $\phi=30^\circ$, $\delta=90^\circ$ の象限内の写真に限ったのであるから、このように近い写真を見つけるためには、未知の写真フィルムを回転したり裏返したりする必要がある。

このようなパターン的一致を探す目安としては、同じ晶帯に属する斑点群は楕円又は双曲線の形の等 ϕ 線上にのっているので、その形の特徴を使えばよい。この写真表を見慣れれば、これらの斑点群が ϕ や δ の変化に従って楕円から双曲線へ、又はその逆に移り変っていることがわかるであろう。また指数の低い面に対応する強度の強いスポット、散漫散乱を伴うものな

ども一種の目安となろう。

このようにして似たパターンをもつ写真を発見したならば、もとの写真をレオンハート・チャートに重ね、図版の写真と対比して指数のわかる二つ以上の斑点の (ϕ, δ) を決定する。これをもとにしてこの結晶内の任意の結晶面又は軸方向を求めることは、第III章に述べた通りである。

若し $2, 3^\circ$ 程度の精度でよければ、レオンハート・チャートを使わなくても、未知の写真のパターンが最も似た図版の写真の中で、隣接のいずれの方に偏っているかを検討すればよい。そしていくつかの斑点について対照の写真の位置からどのくらいずれているかを目算する。この角度の目算に当っては、その斑点がレオンハート・チャートの等 ϕ 線、等 δ 線上で動く軌跡を頭に入れおいて測らなくてはならない。この方法は、レオンハート・チャートを見ることに慣れてくれば、結晶とフィルムの距離が知られないときでも有効であり、習熟によって $2, 3^\circ$ の精度を得ることができる。

初めに、似た斑点パターンを得るために未知の写真フィルムを回転した場合は、結晶中の結晶面はあたかも第7図全体がその回転角だけ回転したように配置することになる。また裏返した場合は、この図を裏返したような配置になっているわけである。

我々はこの写真表を使うことによって、氷多結晶の歪焼鈍による結晶成長の研究⁷⁾に於いて個々の結晶粒子の軸方向の変化を測定するのに能率を上げることができた。その他X線回折顕微鏡法による氷結晶中の転位の観察の場合など日常的に使っている。写真表の用途については将来いろいろ考えることができると思われるが、多くの研究者に役立てられることを切に希望する次第である。

VII. 要 約

図版I, II, III, IVに示された氷結晶の40枚のX線透過ラウエ写真およびその斑点の指数づけの透明図版は、氷結晶の軸方向をX線的に精度高く且つ短時間で決定するために有用である。この写真と共に使用されるべきレオンハート・チャートの精度の高いものの一例は第6図に示されている。レオンハート・チャートとウルフ・ネットを使って結晶軸方向をきめる方法の解説も本論文に与えている。

この写真表等の製作に当っては、吉川孝三、菅原恒彦の両氏に多くの助言や援助をいただいた。また第1表の数字は六車二郎助教授の詳細な計算結果の一部を使わせていただいた。これらの方々の御厚情に謝意を表する。

文 献

- 1) Higuchi, K. 1958 The etching of ice crystals, *Acta Metal.*, **6**, 636-642.
- 2) 板垣和彦, 未発表.
- 3) Rigsby, G. P. 1951 Crystal fabric studies on Emmons Glacier, Mount Rainier, Washington. *J. Geol.*, **59**, 590-598.
- 4) Fukuda, A. and Higashi, A. 1969 X-ray diffraction topographic studies of dislocations in natural large ice single crystals. *Jap. J. Appl. Phys.*, **8**, 993-999.

- 5) 水野悠紀子 1971 霜の結晶方位. 低温科学, 物理篇, **29**, 29-36.
- 6) Cullity, B. D. 1956 *Elements of X-ray diffraction*. Addison-Wesley Publ. Co. Inc. Reading, Mass. U.S.A. 松村源太郎訳, 1961 X線回折要論, アグネ, 東京.
- 7) 東 晃・福田明治・庄子 仁・木曾直吉, 未発表.

Summary

To meet the convenience of quick and exact determination of the crystal axes of ice by the X-ray Laue method, a table of the front reflection Laue photographs was prepared (Plate I~IV). These photographs were taken systematically in such an order of orientating the single crystal of ice as shown in Fig. 7 with respect to the incident beam of white X-ray which was directed perpendicular to the page. Due to the crystallographic symmetry, whole possible orientations of the ice crystal can be converted to the orientations shown in Fig. 7 by operations of rotation, mirror reflection and inversion.

Each of the numerals of a pair in parentheses under the photographs is the angle (expressed by degrees) of rotation around the c -axis which is always lying horizontal or the angle between the a -axis and the vertical direction, and the angle of rotation around the vertical axis respectively. Practically, four thin rods of ice (diameter 2 mm) of different angles (10° intervals) of rotation around the c -axis were set on the goniometer head of a Laue camera and ten photographs of different angles of rotation around the vertical axis (10° intervals between 0° and 90°) were taken for each rod.

Forty photographs thus obtained show considerable overlapping of the similar patterns of the dispositions of Laue spots. This fact enables us to identify the pattern of spots of any unidentified Laue photograph by comparing them with these photographs. Visual interpolation between two adjacent photographs may achieve the determination of crystallographic axes in an accuracy of 2 or 3 degrees.

Exact determinations of the crystallographic axes or planes require the use of the Leonhardt's chart as well as the Wulff's net. Methods of determination of such directions from a Laue photograph with a help of two identified Laue spots or of a group of spots lying along the zone traces are described (Figs. 4 and 5). For this purpose, an accurate Leonhardt's chart of 2-degree contours was drawn (Fig. 6) by the computer-calculated data of the coordinates of Laue spots expressed by equation (2). Further, the principal spots on the photographs of the Plates were correlated to the crystallographic planes of low indices as illustrated on a thin paper attached to each Plate.

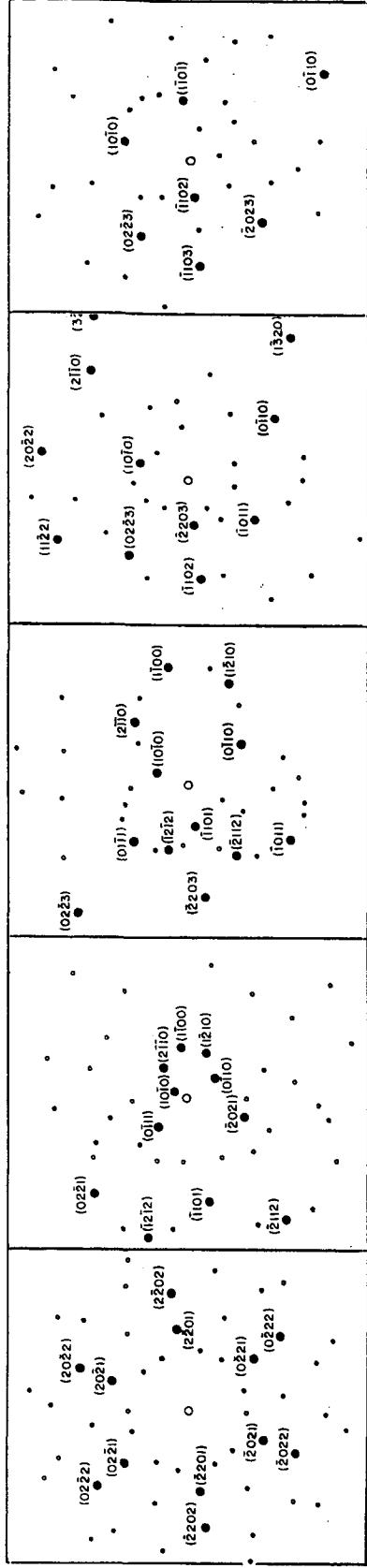
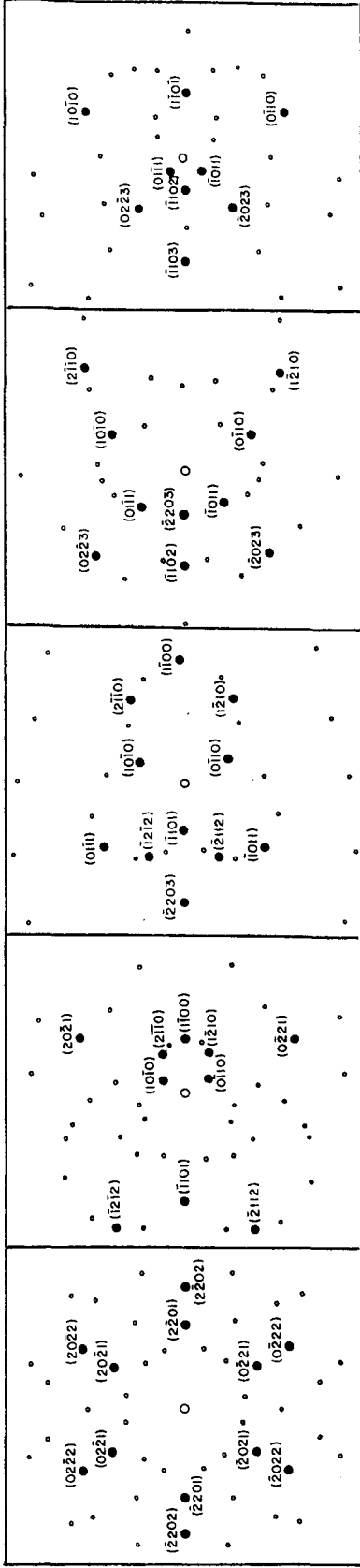
図 版 説 明

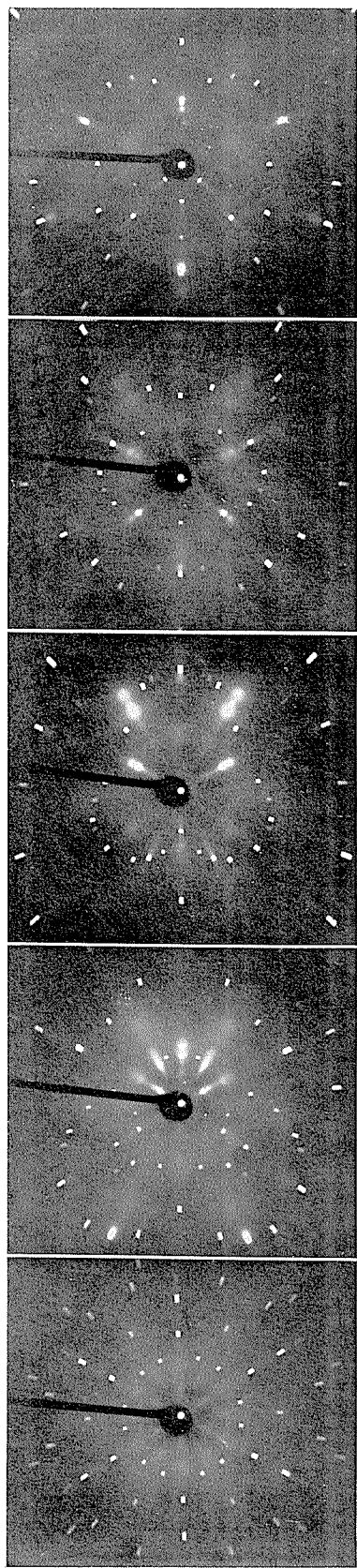
図 版 I, II, III, IV

氷の結晶軸方向決定用 X 線ラウエ写真表, 括弧内の数字は c 軸の周りの回転角 ϕ と c 軸に垂直な軸の周りの回転角 θ を表わす。

図 版 I', II', III', IV'

上記図版の写真上の主要な斑点に対応する面指数。





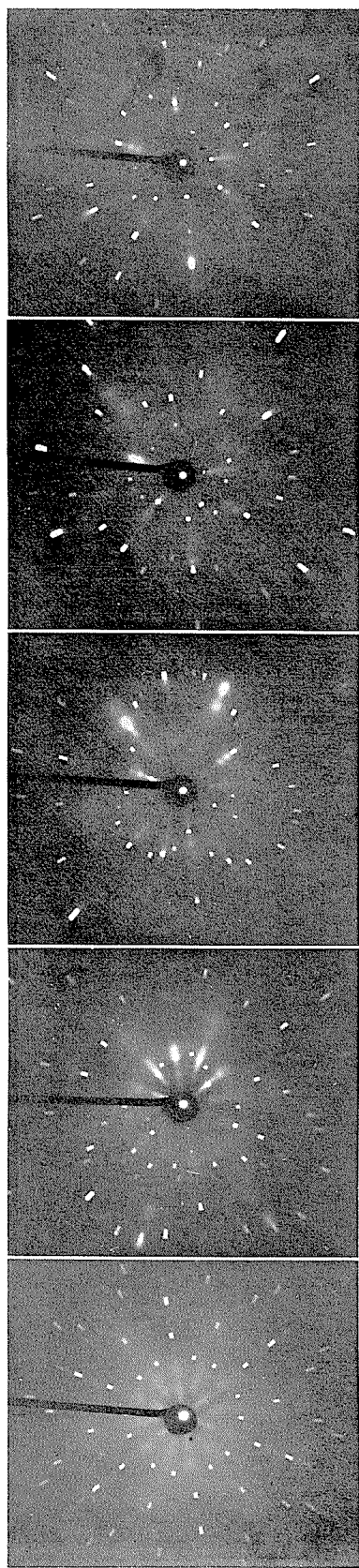
(0, 0)

(0, 10)

(0, 20)

(0, 30)

(0, 40)



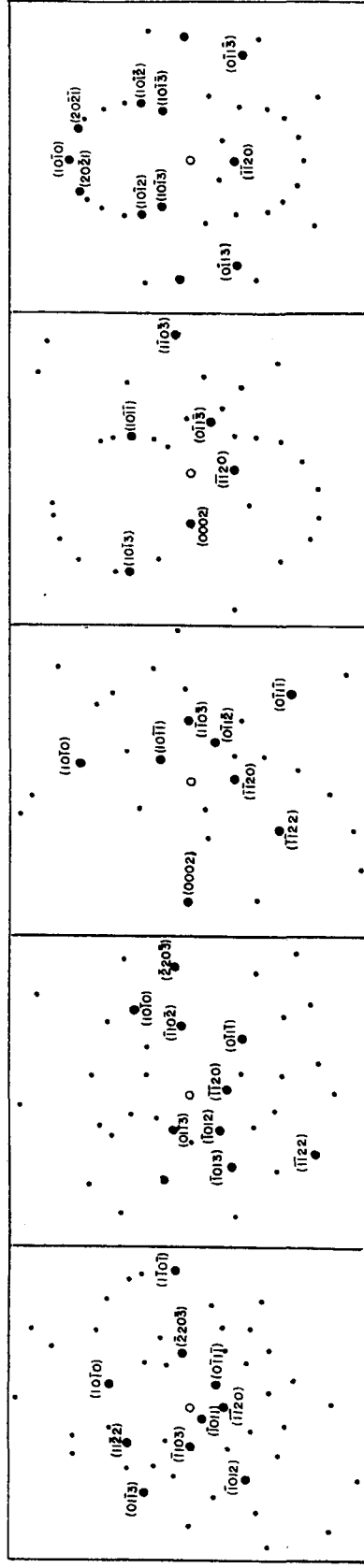
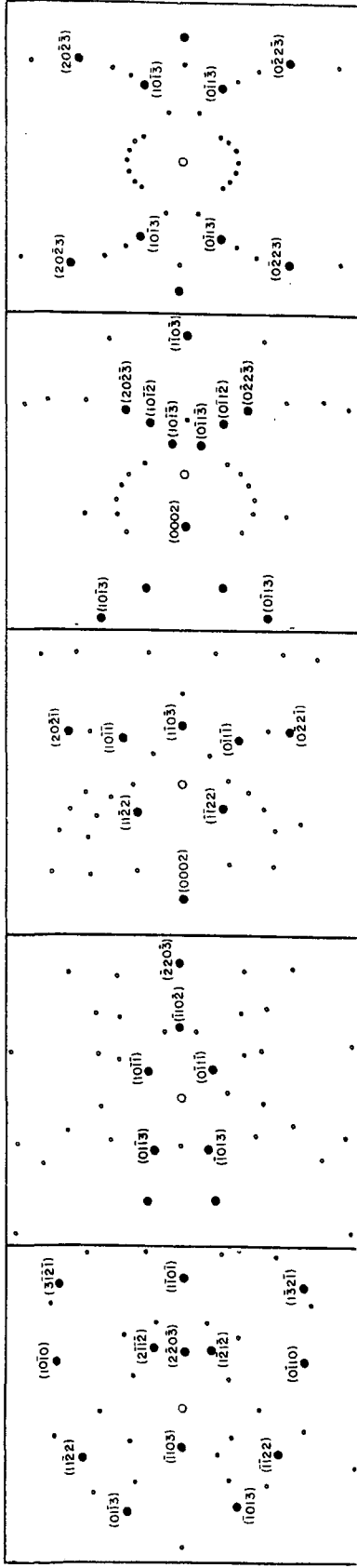
(10, 0)

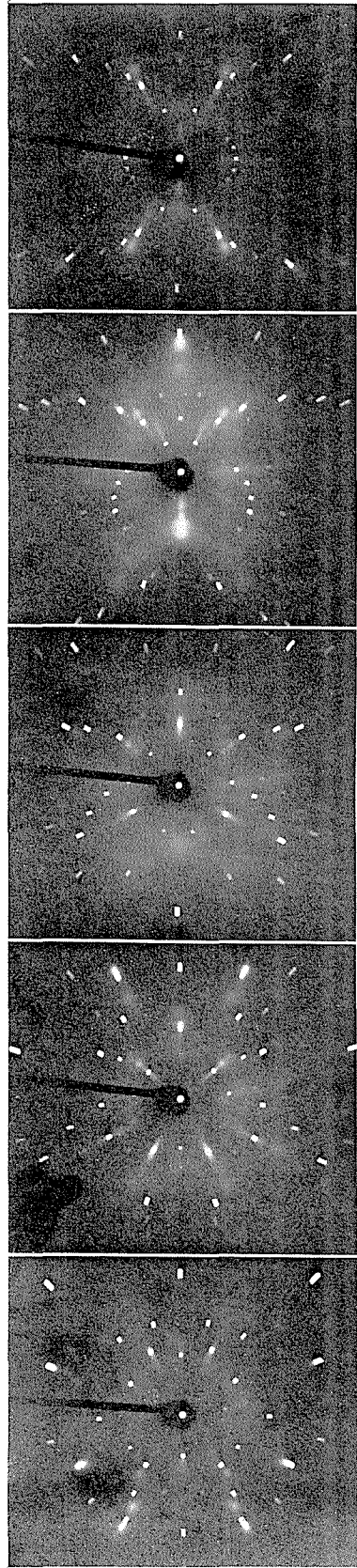
(10, 10)

(10, 20)

(10, 30)

(10, 40)





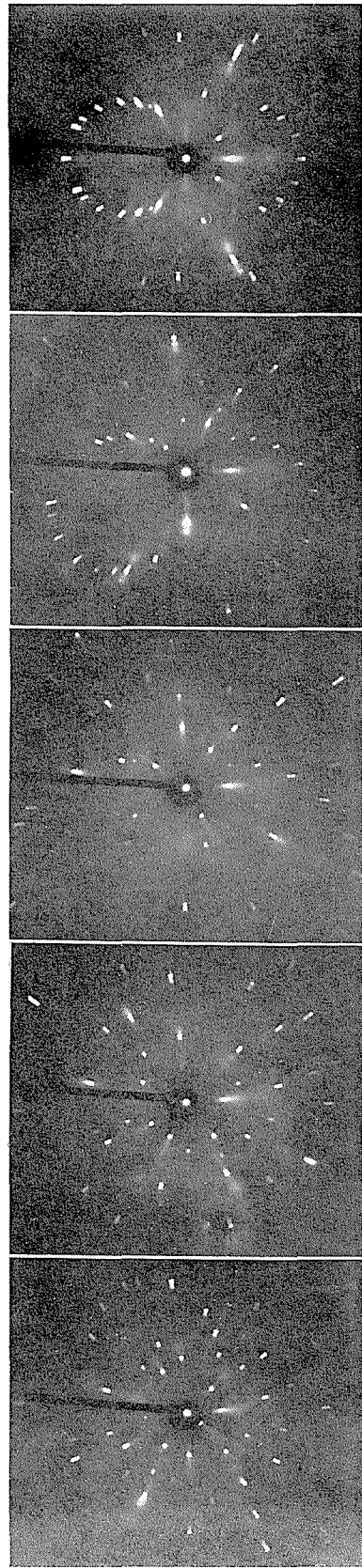
(0, 50)

(0, 60)

(0, 70)

(0, 80)

(0, 90)



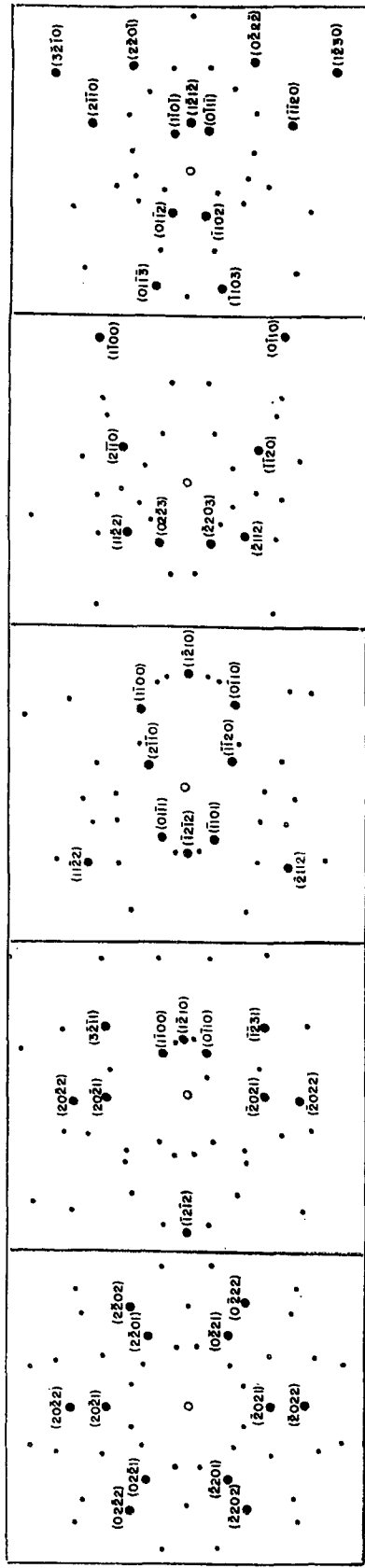
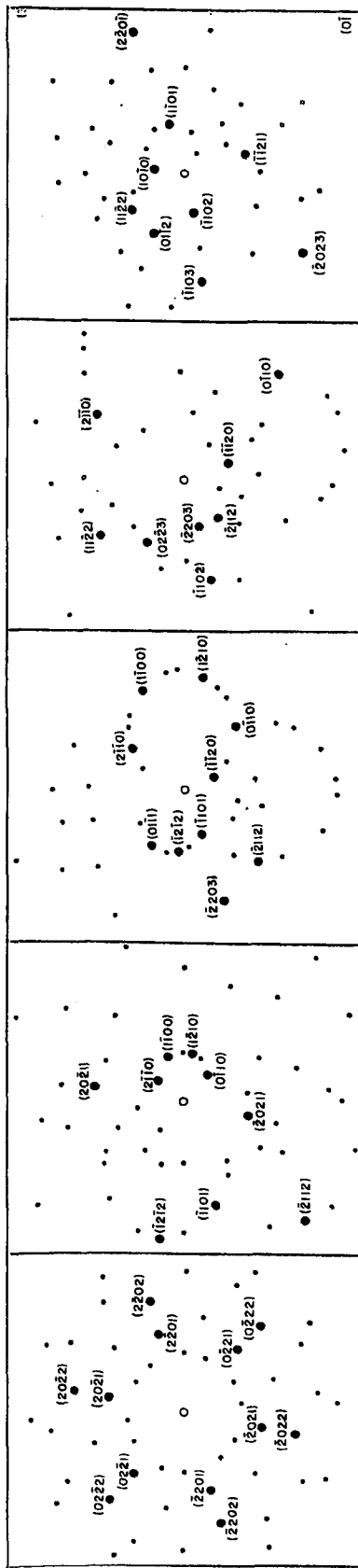
(10, 50)

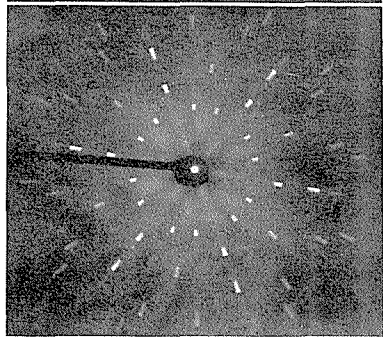
(10, 60)

(10, 70)

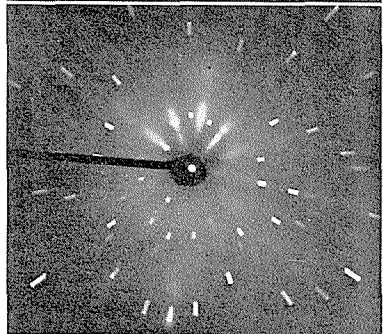
(10, 80)

(10, 90)

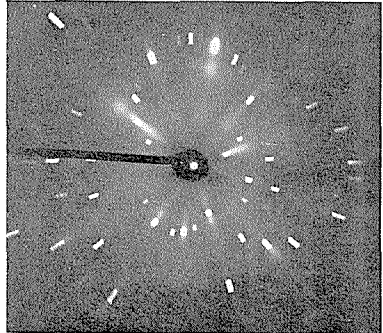




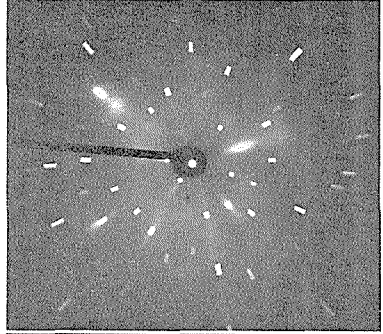
(20, 0)



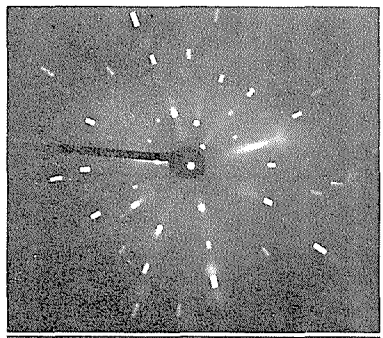
(20, 10)



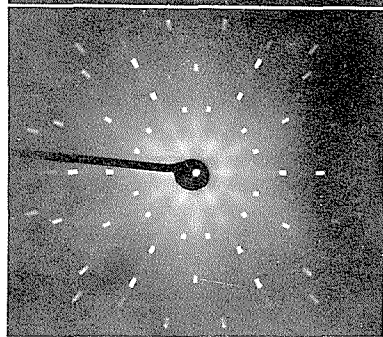
(20, 20)



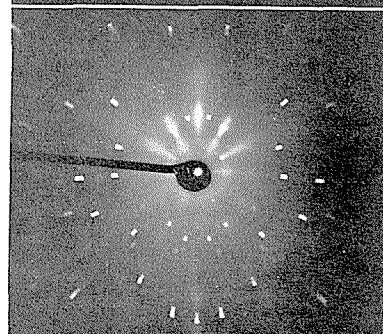
(20, 30)



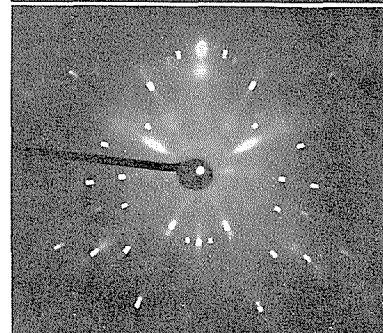
(20, 40)



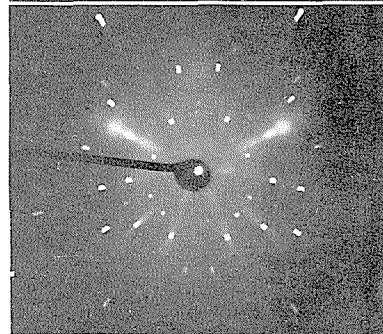
(30, 0)



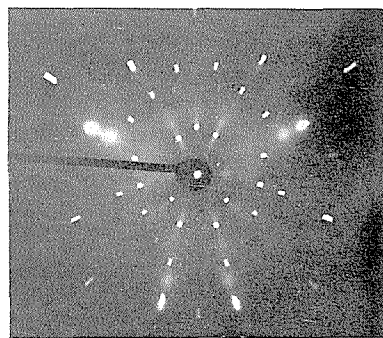
(30, 10)



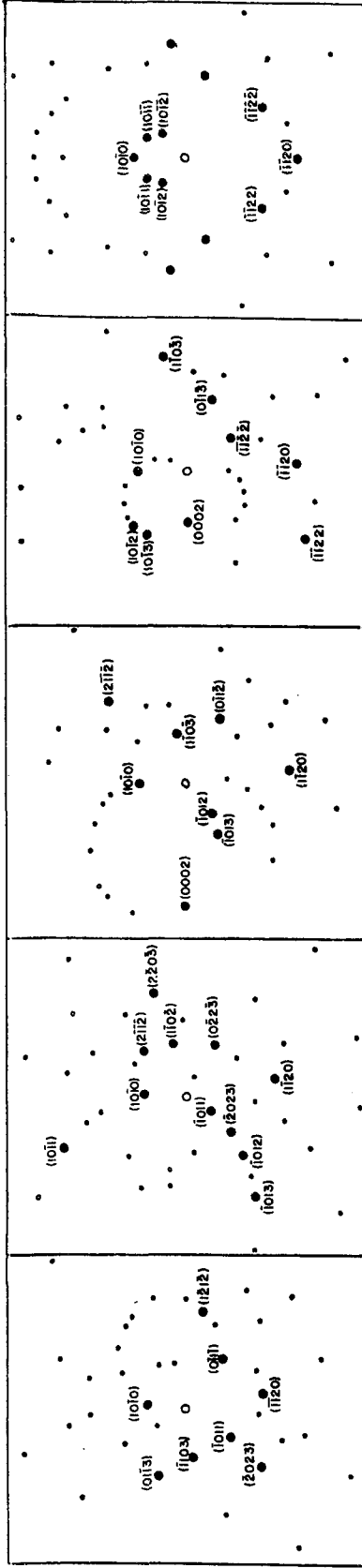
(30, 20)



(30, 30)



(30, 40)



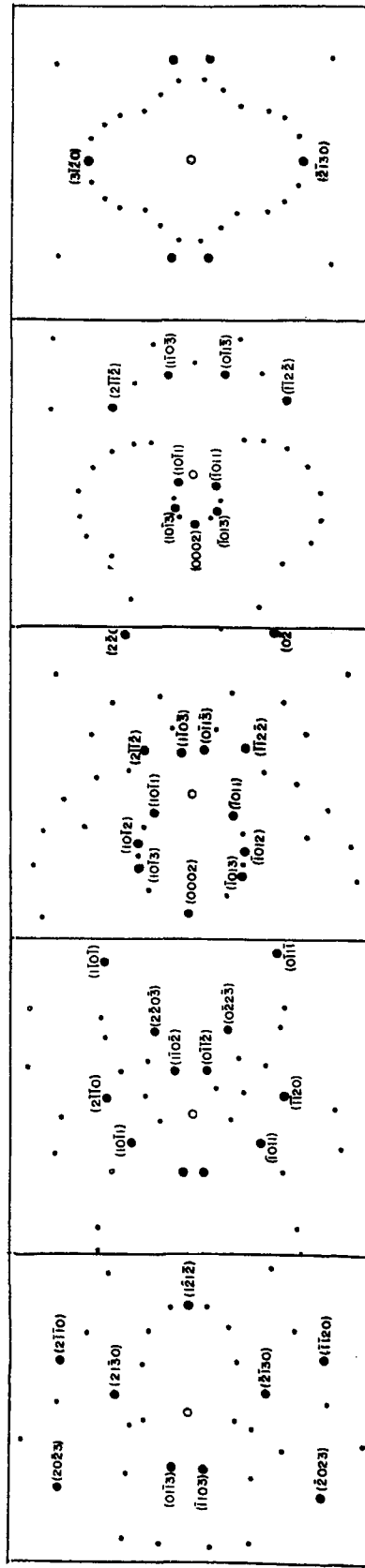
(20, 50)

(20, 60)

(20, 70)

(20, 80)

(20, 90)



(30, 50)

(30, 60)

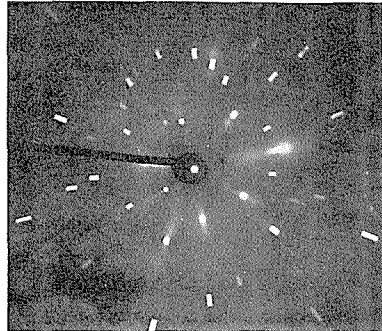
(30, 70)

(30, 80)

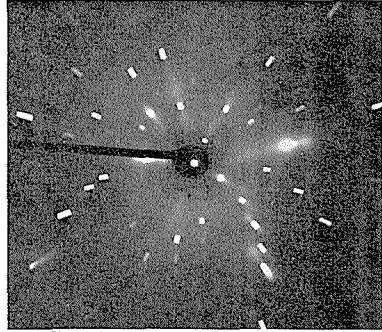
(30, 90)

図版 IV

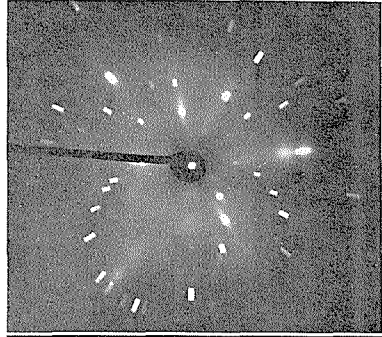
東・他



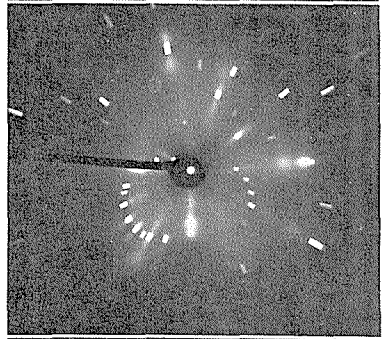
(20, 50)



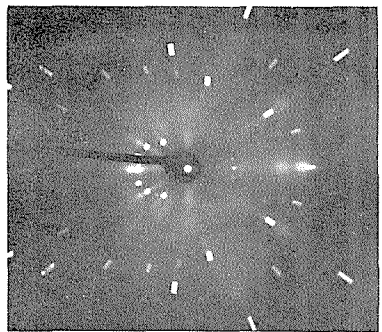
(20, 60)



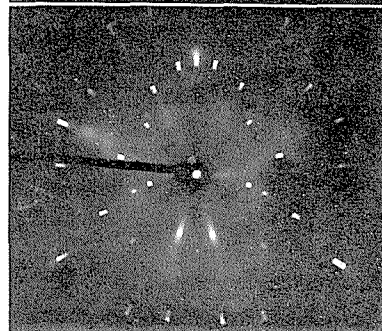
(20, 70)



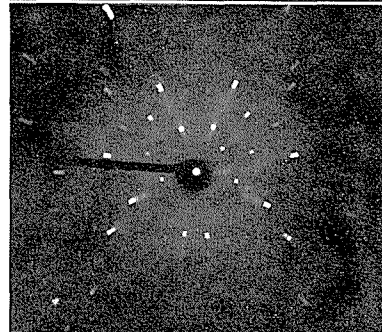
(20, 80)



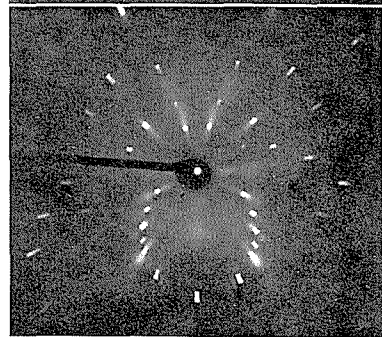
(20, 90)



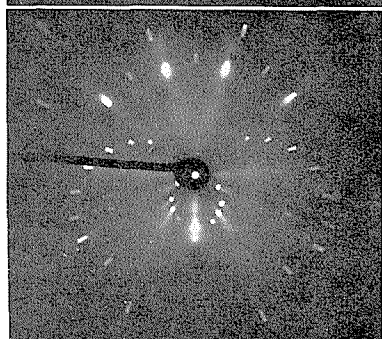
(30, 50)



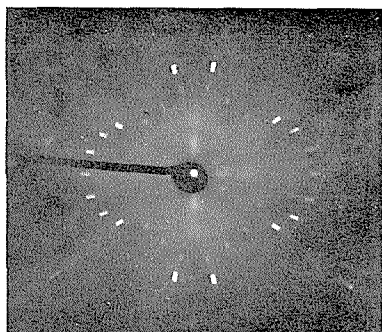
(30, 60)



(30, 70)



(30, 80)



(30, 90)