

X線回折法による結晶子サイズの測定 (Scherrer法)

1. 概要

物質にX線を照射すると、物質を構成する結晶により回折現象が起こります。回折図形は結晶構造ごとに異なるため、それを利用し分析を行うのがX線回折 (XRD)法です。

結晶子とは、単結晶とみなせる最大の集まりをいい、一個の粒は複数の結晶子によって構成されています。(図1)結晶子サイズが小さくなるということは、結晶子の数が増え、結晶子一つ当たりの回折格子の数は少なくなり、回折線は広がります。

X線回折法ではピークの幅を評価して結晶子サイズを算出することができます。
(結晶子サイズ測定可能範囲 : 数nm~100nm程度)

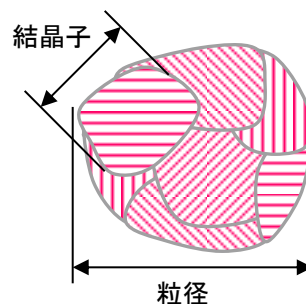


図1 粒と結晶子

2. 分析装置

X線回折装置 : SmartLab (RIGAKU製)

管球 : Cu、Co

対象サンプル : 粉末試料、板状試料

標準試料 : 被検試料と同一組成のものが好ましい
結晶子の大きさが十分に大きく、格子歪みが無視できる試料



図2 X線回折装置外観

3. 結晶子サイズの算出

X線回折法による結晶子サイズの算出は、被検試料と標準試料を測定し、そのピーク幅の差からScherrerの式を用いて算出します。

Scherrer の式

$$D = K \times \lambda / (\beta \times \cos \theta)$$

$$\beta = (B_{\text{被検}}^2 - B_{\text{標準}}^2)^{1/2}$$

- D : 結晶子サイズ(結晶子径)
- K : Scherrer定数
- λ : 使用X線の波長
- β : 結晶子の回折X線の広がり<半値幅>
- $B_{\text{被検}}$: 被検試料の回折X線の広がり
- $B_{\text{標準}}$: 標準試料の回折X線の広がり
- θ : ブラッグ角(回折角 2θ の半分)

4. 関連JIS規格

- JIS H 7805 X線回折法による金属触媒の結晶子径測定方法
- JIS R 7651 炭素材料の格子定数及び結晶子の大きさ測定方法