

X線回折法による結晶化度測定

1. 原理

結晶質と非晶質が混在している試料の**結晶質割合(結晶化度)**は、X線回折法により求めることが可能です。図1に示すように結晶質による回折線はピークとなり、非晶質による散乱光はハローとして検出されます(図2)。このハローと結晶性ピークのフィッティングを行い、各強度を解析することで結晶化度を算出することができます。

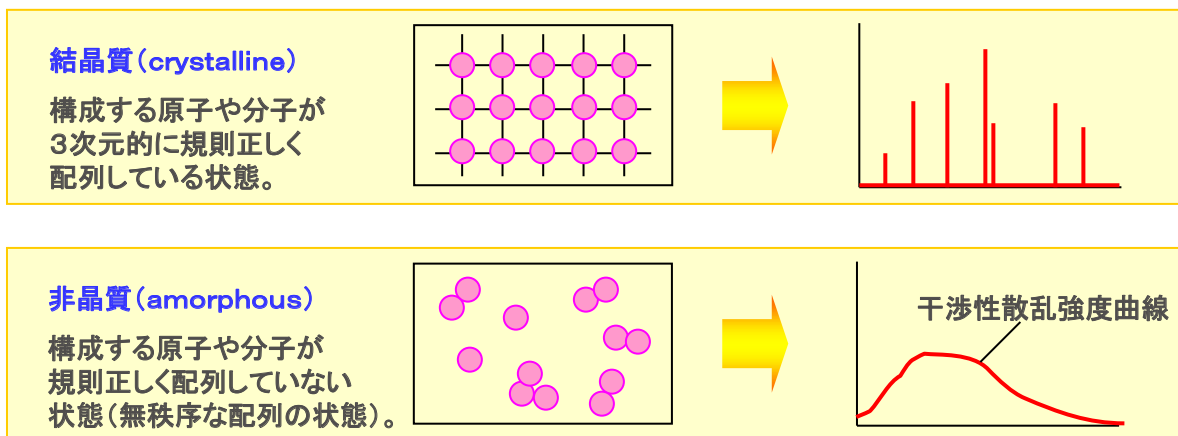


図1. 結晶質と非晶質回折線比較

《測定》

- ①試料を乳鉢で10μm程度にまで粉砕し、試料ホルダーに充填します。
- ②回転させながら測定します。
試料を回転させることにより、配向の影響を軽減でき、再現性の良い結果が得られます。

《解析》

結晶質部分(ピーク)と非晶質部分(ハロー)のフィッティングを行い、各積分強度を以下の式に当てはめて結晶化度 X を算出します。

$$X = \frac{I_c}{I_c + I_a} \times 100$$

I_c : 結晶性散乱積分強度
 I_a : 非晶性散乱積分強度

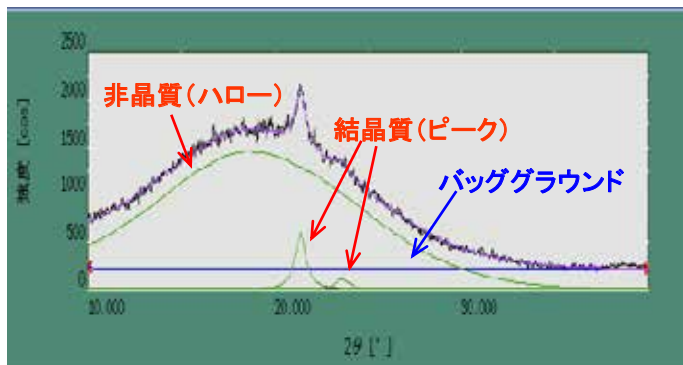


図2. 測定結果

2.測定試料条件

- ・回転測定のため試料は**粉末で1g以上**必要
- ・測定対象物質 : 無機材料一般 (例)非晶質SiO₂中の結晶質SiO₂含有量等
- ・結晶成分と非晶成分を構成する化学組成は同一であること
- ・配向していないこと
- ・非晶成分による干渉性散乱強度曲線の形状が確定できること

※測定精度は試料条件によって異なりますので、お気軽に相談下さい