

粉末X線回折法のご紹介

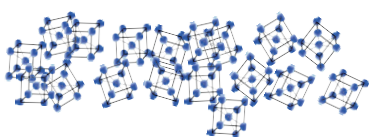
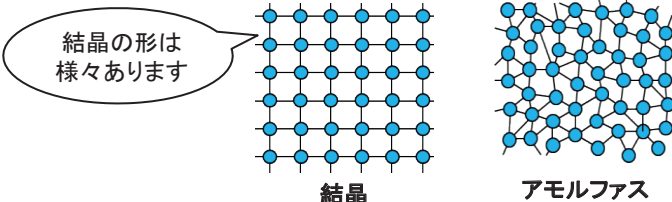
1. X線回折法(XRD)とは

固体には原子が規則正しく並んでいる「結晶」とランダムに並んでいる「アモルファス」があります。結晶性物質の多くは、宝石のように一つの結晶(単結晶)ではなく、小さな結晶の集合体です。

結晶に電磁波の一種であるX線を照射すると、結晶格子でX線が回折されます。

この現象を利用した分析法がX線回折法であり、結晶内で原子がどの様に配列しているかがわかります。

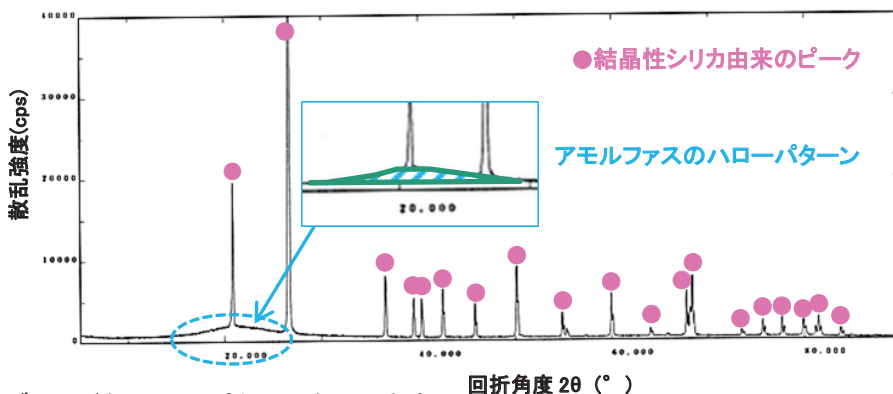
粉末※X線回折法の対象試料は、鉱物、金属など小さな結晶の集合体であり、結晶がバラバラな方向を向いていることが前提条件です。



※粉末とは小さな結晶の集合体のことを指す

X線回折法により得られるデータを回折パターンと呼び、縦軸を散乱強度(countsまたはcps (counts/second))、横軸を回折角度(2θ)で表示します。

結晶成分はピーク、アモルファス成分はブロードなハローパターンを示します。



構成元素および結晶構造によってピーク位置が異なるため、ライブラリデータとの比較を行い結晶相の同定を行うことができます。

ピーク位置は格子定数や残留応力の情報を含み、ピーク形状は結晶子の大きさや格子歪みの情報を含むため、結晶構造に関する、様々な評価を行うことができます。

2. 試料形状と測定方法

試料形状	測定方法
粉状試料	<ul style="list-style-type: none"> メノウ乳鉢等で均一に粉砕し、ガラス試料板に平面になるように充填。 試料が少量の場合は、シリコン単結晶性の無反射試料板を使用。 高温下における粉末試料の測定も可能。 理想試料量・・・1g程度
固体試料	<ul style="list-style-type: none"> 板状試料はそのまま測定。 試料に厚みがある場合は、L型ブロック試料板に粘土で固定。 微小領域(1mm未満)の測定も可能。 測定面が平面でない場合、平行ビーム法により試料面の凹凸による影響を除去。 斜入射測定により薄膜も分析可能。 理想形状・・・30mm×30mmの板状

試料の切断等の加工も承ります。ご相談ください！

粉末X線回折法のご紹介

3. 装置紹介

型式	①RINT1500 (リガク製)	②RINT2500 (リガク製)	③X'PERT PRO MPD (パナリティカル製)
最大出力	18 kW	18 kW	1.6 kW
管球	Cu 回転対陰極型	Mo, Cu, Co 回転対陰極型	Cu 封入管
検出器	シンチレーションカウン ター	シンチレーションカウン ター	シンチレーションカウンター、 一次元検出器
アタッチメント	—	標準アタッチメント 多目的(集合組織)アタ ッチメント	標準アタッチメント、高温測定アタッチメント 残留応力アタッチメント モノキャピラリ(ϕ 100 μ m)、多層膜ミラー 多目的ステージ、CCDカメラ



①RINT1500(リガク製)



②RINT2500 (リガク製)



③X'PERT PRO MPD (パナリティカル製)

4. X線回折法による様々な分析

相組成分析(定性分析)

- 多成分系の相組成分析 [HRM-1617 X線回折法による相組成分析](#)
- 微量試料、異物、析出物等の相組成分析 [HRM-1207 微小部X線回折測定](#)
- 高温下での形態変化 [HRM-1307 粉末材料の高温X線回折測定](#)
- 凸凹面、湾曲面の測定 [HRM-1303 平行ビーム法を用いたX線回折測定](#)

斜入射X線分析

- X線を低角度で入射し、数 μ mの皮膜成分特定

定量分析

- 結晶化度分析 [HRM-1012 XRDを用いた結晶化度測定](#)