技術のお問合せ先:瀬戸内事業所　材料営業部　TEL:079-236-0041　FAX:079-236-1501

X線回折法による相組成分析

X線回折法（XRD）を用いた相組成分析は、結晶成分の評価において極めて重要な手法です！

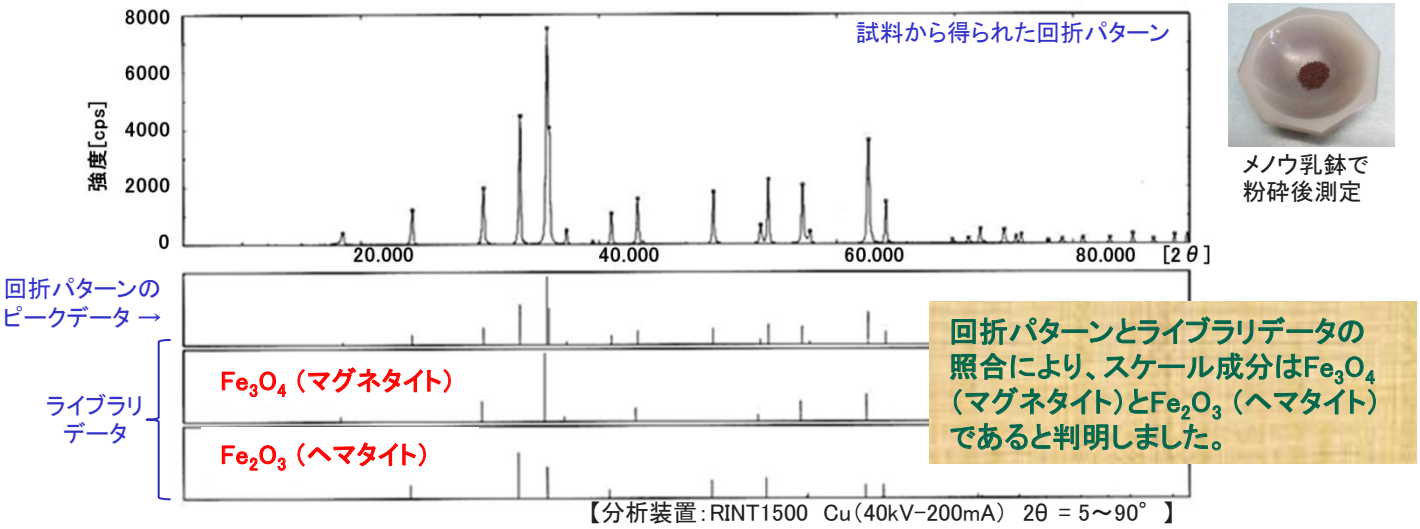
X線回折法（XRD)とは、結晶性試料における結晶相の同定/定性分析を主な目的として広く用いられる非破壊分析手法です。試料のXRD測定より得られた回折パターンとデータベースのパターンを照合することにより、**単成分や多成分系結晶成分の相同定/定性分析、定量分析、結晶構造解析**を行うことが可能であり、**XRDによる相組成分析**といいます。結晶成分の評価、解析を行う上で、元素の定性分析、定量分析に加え相組成分析を行うことは極めて重要な意味を持ちます。

試料量や試料形状に合わせ、様々な試料ホルダを用意しています。ぜひご相談ください！

1. XRDを用いた相組成分析の特徴

特徴1　XRDでは構成元素が同じ化合物でも、形態の違いを見分けることが可能です。

スケール成分を鋼材から採取し、メノウ乳鉢で粉砕後測定しました。



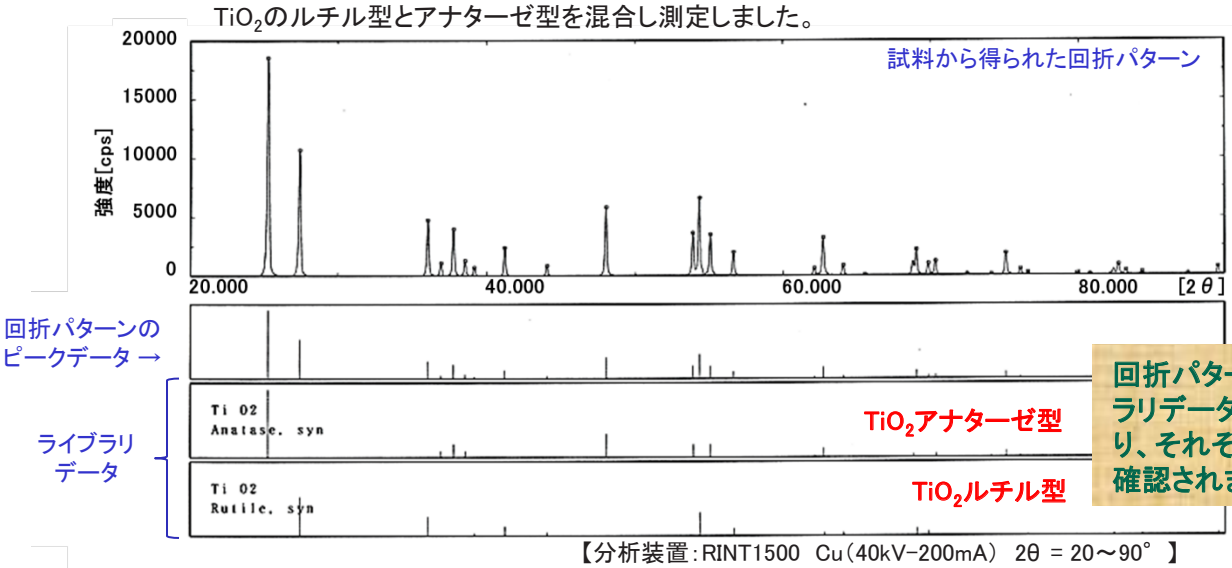
メノウ乳鉢で粉砕後測定

回折パターンとライブラリデータの照合により、スケール成分はFe_3O_4（マグネタイト）とFe_2O_3（ヘマタイト）であると判明しました。

【分析装置：RINT1500　Cu（40kV-200mA）　2θ = 5～90°】

特徴2　化学組成が同じで、結晶構造が異なる結晶多形の分析もXRDなら可能です！

TiO_2のルチル型とアナターゼ型を混合し測定しました。



ガラス試料板に充填し測定

回折パターンとライブラリデータの照合により、それぞれの存在が確認されました。

【分析装置：RINT1500　Cu（40kV-200mA）　2θ = 20～90°】

技術のお問合せ先:瀬戸内事業所　材料営業部　TEL:079-236-0041　FAX:079-236-1501

X線回折法による相組成分析

2. 分析事例（灰の相組成分析）

分析の流れ

未知試料

↓

①元素分析（EDX、XRF、ICP-AES等）

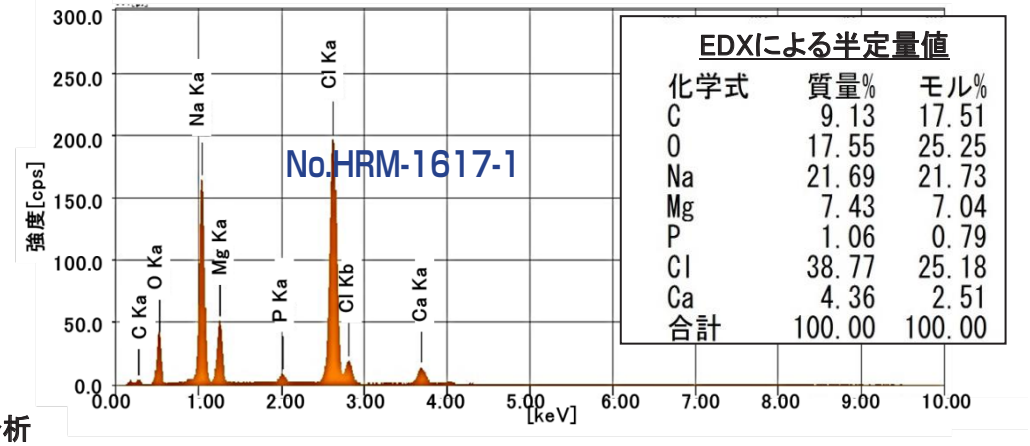
↓

②XRDによる相組成分析

成分が未知である灰の相組成分析事例を紹介します。

まず、未知成分試料の場合は元素情報が必要となります。(2.①参照)。XRD回折パターンは結晶構造を反映しているデータであり、元素が異なる物質でも結晶構造が似ていると回折パターンが類似し正確な同定ができません。従ってEDX等による元素分析と組み合わせて行います。

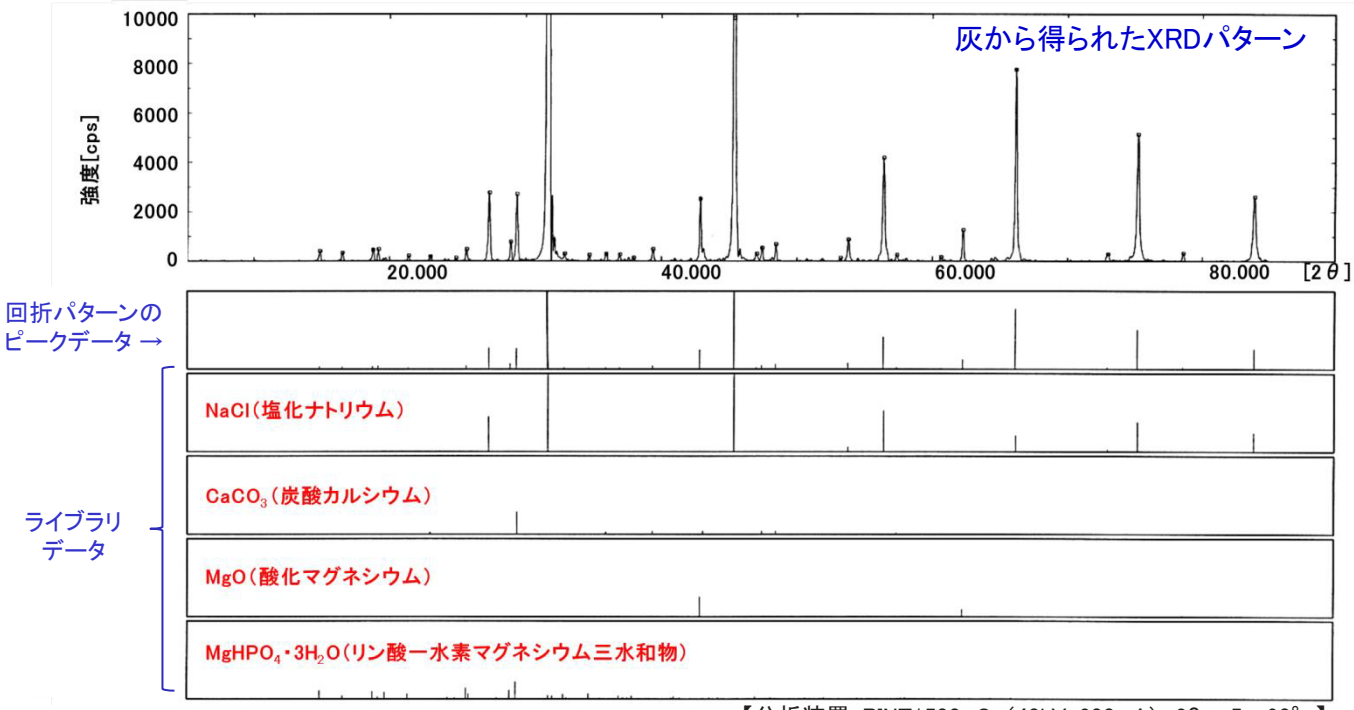
①EDX(エネルギー分散型蛍光X線分析)による元素分析



EDXによる半定量値

化学式	質量%	モル%
C	9.13	17.51
O	17.55	25.25
Na	21.69	21.73
Mg	7.43	7.04
P	1.06	0.79
Cl	38.77	25.18
Ca	4.36	2.51
合計	100.00	100.00

②XRDによる相組成分析



【分析装置:RINT1500　Cu(40kV-200mA)　2θ = 5～90°】

①EDXの元素分析結果をもとに、XRD回折パターンをライブラリデータと照合すると、灰の主成分はNaCl(塩化ナトリウム)であり、その他に$CaCO_3$(炭酸カルシウム)、MgO(酸化マグネシウム)、$MgHPO_4 \cdot 3H_2O$(リン酸一水素マグネシウム三水和物)が含まれていることがわかりました。

X線回折法のご紹介についてはこちらへ　HRM-1616　粉末X線回折法のご紹介