

X線回折分析について ～原理と分析事例～

精密・電子技術部門

X線回折分析は物質の結晶構造を調べることのできる数少ない分析方法の1つです。結晶構造を調べることで、元素分析よりも踏み込んで、結晶質物質の同定をすることができます。さらに、結晶構造データを解析することで、物質の結晶状態（結晶性、結晶配向性、結晶子サイズ、格子定数等）をより精密に理解することができます。センターでも、粉末、薄膜、バルク試料の分析が可能で、依頼試験にて1件 6,500円に対応しております。

■ X線回折分析の原理

X線回折法は、結晶構造、つまり物質の中で原子がどのように配列しているかを調べる方法です。簡単な原理を図1に示します。X線源には銅から発生する特性X線(K α 線： $\lambda=0.15418\text{nm}$)を用い、入射角を変えながら試料に照射します。試料の結晶構造に対応して、回折角 2θ に対する回折X線強度のグラフが得られ、これが結晶構造固有の回折パターンとなります。参照用の標準データとしてライブラリに蓄積された様々なパターンとの照合により、試料の結晶構造を特定します。

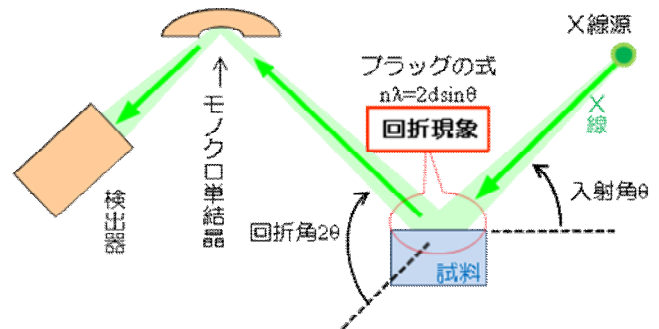


図1 X線回折の原理

■分析事例1

図2に銅の代表的な腐食物である緑青のパターンを2種類示します。緑青は金属銅上に生じる緑色の錆で、腐食環境によって、結晶構造の異なる腐食物を生成します。試料1は参照データの塩基性炭酸銅 ($\text{Cu}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_2$) のパターンとよく一致し、試料2は塩基性硫酸銅 ($\text{Cu}_4\text{SO}_4(\text{OH})_6$) のパターンと一部が一致しています。結晶構造を特定し、物質を同定することで、その腐食環境が推測できます。

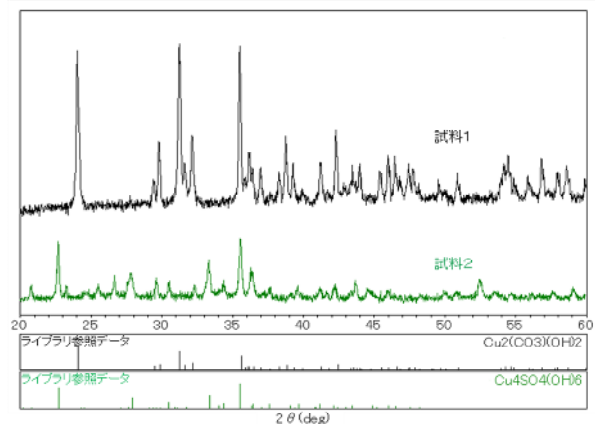


図2 銅腐食物のX線回折パターン

■分析事例2

図3に2種類のアナターゼ (TiO_2) 粉末試料のパターンとアナターゼの参照データを示します。アナターゼは光触媒や太陽電池用セラミックス材料として研究開発が盛んに行われています。2試料のパターンを比べると、1つ1つのピークの鋭さが大きく異なっています。これは粉末の粒子径や結晶性の違いなど、結晶状態の違いを反映したもので、物質の機能性に大きく影響します。

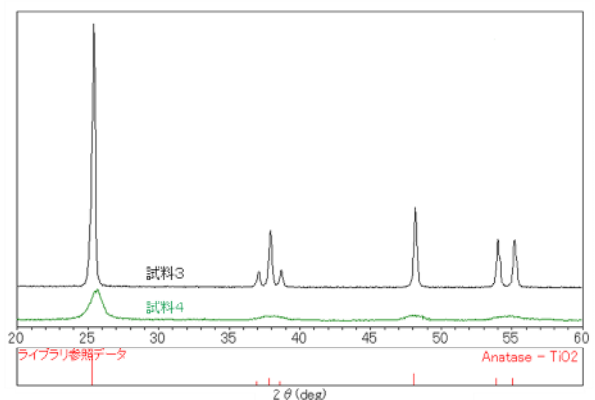


図3 アナターゼのX線回折パターン

長野県工業技術総合センター
精密・電子技術部門 化学部 成田 博
TEL:0266-23-4054、FAX:0266-23-9081
E-Mail: seimitsushiken@pref.nagano.lg.jp