

X線回折装置について

中央研究所 評価技術課 主任研究員 丹保 浩行

1. はじめに

X線回折法は、物体にX線を照射し、各原子によって散乱されるX線の回折パターンを解析して、原子の配列を調べる手法です。無機化合物、金属、合金、生体材料、有機化合物などを測定でき、原子の並びを決定することで物体の構造を特定することができます。粉末状、繊維状、板状の試料についても測定できます。X線回折装置は、非破壊で内部構造や物性を調べることができるため、古くから産業分野で利用されています。X線回折法を用いることにより、研究開発においては、重要な知見が得られますが、測定や解析において、知識と経験が必要となる場合も少なくないです。また、品質管理においては、安全な評価が必要とされていますが、最近の装置は自動化が進み、数十分での測定が可能となっています。

測定試料のサイズは、 $1 \times 2 \text{ cm}^2$ 程度の平板状の試料面を必要とします。X線回折で有効な試料の厚さは 0.2 mm 以下とされています。粉末試料の1次粒径は $0.1\text{--}10 \mu\text{m}$ であることが望ましいです。¹⁾

X線回折法には、次のような特長があります。

- ①標準物質のデータファイルと比較して、物質の同定を行うことができます。化合物の多形も同定することができます。
- ②結晶性を評価できます。非晶質材料でも測定可能で、ポリマーの結晶化度も測定することもできます。
- ③結晶の配向性を調べることができます。繊維やナノワイヤなどの一次元配向した材料、薄膜や厚膜、圧延した材料などの二次元配向した材料の組織を研究するのに用いられます。
- ④混合物の回折パターンは試料を構成している各化合物の回折パターンを重ね合わせたものとなるため、各化合物を同定することができます。
- ⑤装置の操作が容易なため、初心者でも簡単に回折パターンを得ることができます。

2. 当センターのX線回折装置について

当センターには、機械電子研究所に試料の結晶方位・結晶構造の解析に特長をもつ極点図形測定装置が設置されていますが、中央研究所に微量な成分でも測定ができる高出力のX線回折装置を導入しました(図1)。主な仕様は次のとおりです。

- ・メーカー：株式会社リガク
- ・型式：Smart Lab 9 kW
- ・最大管電圧：45 kV
- ・最大管電流：200 mA
- ・試料ステージ：試料水平配置型



図1 装置の外観

3. 主な用途

物体の結晶構造の特定、作製条件を変化させた試料の結晶化度の評価等に用いられます。

X線回折装置では、X線回折パターンを取得し、専用ソフトウェアを用いて解析を行います(図2)。

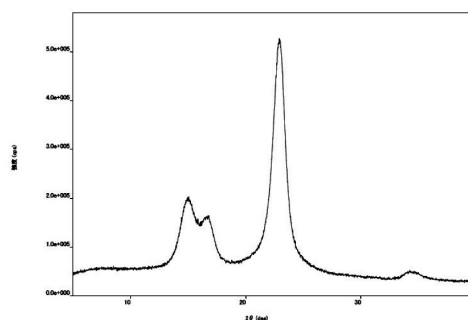


図2 X線回折パターンの例

4. 装置の利用について

依頼試験及び施設利用が可能です。ただし、施設利用の場合、法令の規定により、フィルムバッジの装着等が必要です。

X線回折装置を用いて、回折パターンを得るための操作は簡単ですが、測定条件設定や解析には経験が必要となりますので、お気軽にご相談ください。

参考文献

- 1) 加藤誠軌: X線回折分析, 内田老鶴圃, (1990).