

## X線回折の効果的活用のための検討

志田賢二

熊本大学工学部技術部 k-shida@tech.eng.kuamoto-u.ac.jp

### 1. 緒言

X線回折法(XRD)は金属、セラミックスといった無機材料から医薬品、エンジニアリングプラスチックといった有機材料など幅広い分野で利用されている分析方法である。従来、X線回折装置は研究を目的とした機器分析として利用されることが多かったが、装置の低価格化や小型化が進み、品質管理にも使用されることが多くなった[1,2]。一般的に広く利用されている分析装置ゆえに装置の操作、原理原則はもちろんのこと、測定データを正しく解析する能力を習得することは非常に重要であると考えられる。

熊本大学工学部においては粉末X線回折装置、微小領域・薄膜X線回折装置、単結晶X線回折装置が工学研究機器センターにて共通機器として配置されている。一方で各学科、研究室単位で装置を導入運用し学生の研究教育に供されている。これらX線回折装置をより効果的に活用するためのいくつかの検討について報告する。

### 2. X線回折で得られる情報と事例

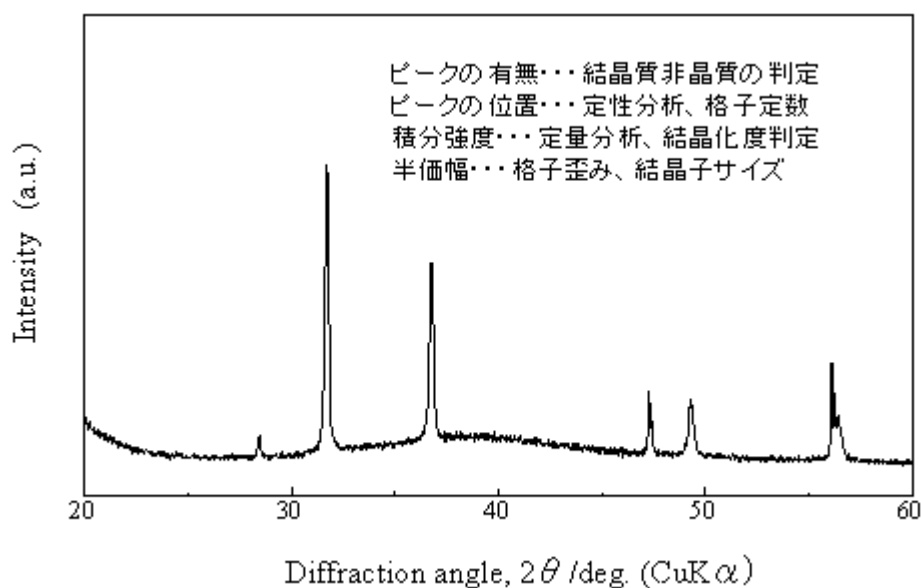


図1 X線回折パターン

X線回折では図1に示すようなスペクトルが得られる。一般的にピークの有無により結晶質か非晶質かを判別し、ピーク位置より定性分析や結晶パラメーターを知ることができる。また、物質の結晶構造に基づいた分析原理であることから、例えば二酸化チタンのルチル型(正方晶)、アナターゼ型(正方晶)、ブルッカイト型(斜方晶)といった同質多形を簡便に判別できる数少ない分析手段である。これらの分析は非破壊で行うことが可能で、粉末、塊、繊維、薄膜と試料の形状は問わない。しかしながら、近年の研究課題の高度化により薄膜試料や高配向性材料、極微量物質の構造解析など、より高度な知識と技術が必要となっている。

### 事例 1 特殊形状や微量試料の測定

一般的に X 線回折測定に供される試料の形状は粉末が多いが、それ以外の形状の試料も多い。例えば、金属やセラミックス基板上に堆積した酸化物、バルク状の合金、セラミックスファイバーなどが挙げられる。これらの試料を再現良くデータが取れない。

装置の選択（例えば薄膜 X 線回折装置、微小領域 X 線回折装置）測定条件の最適化（スキャン速度、測定角度など）、試料のマウント方法の検討。

### 事例 2 不安定サンプルの測定

吸湿性や潮解性を有するサンプルでは測定中のプロファイルの変化、金属水素化物や金属微粒子などにおいては発火する恐れがある 不活性ガス中でのサンプル調製、粘着テープを用いた密閉。

### 事例 3 測定データの解析

現在、市販されている X 線回折装置には X 線回折図形の各種解析機能および ICDD データベース（PDF）が付属していることが多い。測定データからピークサーチ、同定といった一連の操作を自動で行うことが可能である。しかし、試料が複数の相から成る時、複数のピークが重なった時、薄膜試料で結晶の配向が生じている時は測定データのピーク位置や強度が変化しているため、PDF データベースとのマッチングが上手くできず、目的である「同定」ができない。 X 線回折図形の示す意味の理解。手動での解析方法の指導。

## 3. X 線回折講習会の実施

習熟したユーザーには当然と思われるような事例もユーザーの大半を占める学生には理解し難い部分が多い。そこで初めて X 線回折装置を利用するユーザーを対象に講習会を実施した。講習会では「XRD で何が分かる？」というタイトルのスライドを用いて、X 線回折の原理、結晶とは、実際の測定と解析方法について 30 分程度説明した。スライドはできる限り数式や文字を排除し、図表を多用し実例を紹介するような構成とした。また、X 線回折解析結果から得られた結晶構造図の描画ソフトウェアや、最近のトピックスとして小惑星探査機「はやぶさ」の持ち帰った微粒子の Spring-8 やフォトンファクトリーでの分析にも触れ X 線回折への興味を深めた。講習後は学生、教官からいくつかの質問を受けた。「X 線回折で何がわかるか？」という初歩のイメージは十分に感じて頂けたものと思われる。

## 4. おわりに

X 線回折をより有効に活用するためのいくつかの取り組みについて報告した。研究テーマの高度化に伴い、今後も様々な事例が出てくることが予想される。教官、学生と連携しより効果的に X 線回折を利用してもらえるような検討を重ねていきたい。

また X 線回折講習会が初歩ユーザーの X 線回折への理解を助ける良いきっかけとなることがわかった。内容を推敲し今後も継続的に開催したいと考える。

## 参考文献

- [1] (社)日本セラミックス協会編：セラミックスのキャラクタリゼーション技術 (1987)
- [2] 中井 泉、泉 富士夫編：粉末 X 線回折の実際 第 2 版 (2009)