

オンラインセミナー「XRD による無機材料の構造解析事例」  
ご質問に関する回答

株式会社東ソー分析センター 明神 崇士

No.	質問	回答
1	定性分析は顕微 IR 等ほかの手法もありますが XRD で定性するメリット、XRD だからできる定性はありますか。	IR は化合物中の官能基情報が得られる有力な方法ですが、多成分の試料ではピークの重複等で同定が難しい場合があります。特に無機系の結晶成分であれば、XRD の回折パターンから同定の方が容易なことが多いです。
2	ペットボトルの結晶化度の%は何を基準にしてもとめたのでしょうか。	解析範囲の全散乱強度に対する回折線強度の比から求めました。 $(\text{結晶性回折線の積分強度} / (\text{結晶性回折線の積分強度} + \text{非晶性ハローパターンの積分強度})) \times 100$
3	結晶性評価は DSC やラマン分光でも可能ですが XRD で実施する利点はあるか？ DSC やラマンでは評価できなくて XRD だからこそ評価できる例はありますか。	目的に応じて、各種分析法の使い分けが重要と考えております。例えば、局所的な評価を行いたいが、何らかの理由(熱劣化、蛍光発生等)でラマン測定が困難な場合、XRD が有力な候補となります。また、ご紹介させて頂いた各種アタッチメントを活用して in situ 測定が出来ることも XRD の大きな利点です。
4	非晶材料の解析(PDF 解析)は PMMA などの非晶性高分子材料の解析にも有効でしょうか？有効であれば、解析結果からどのような情報を得ることが可能でしょうか。	非晶性高分子材料にも適用は可能です。(弊社で対応出来るのは粉末の場合となります) 得られる情報としては、ご紹介したような PDF(二体分布関数)で、主に C-C 結合や近接する C 同士の距離情報等です。例えば、第二近接以降の C-C 相関のピーク幅に着目し、構造の乱れについて試料間比較されている高分子の解析例も御座います。 ただし、得られるのは平均情報のため、僅かな構造差異は反映され難いというデメリットがあります。
5	結晶質シリカ測定のステップ幅が知りたいです。	ステップ幅は 0.01[deg]で測定致しました。

No.	質問	回答
6	半導体ウエハの評価事例を紹介頂ければ幸甚です。	<p>半導体材料の XRD 評価事例として、弊社より 2 点技術資料を展開しております。また、XRD に限らず半導体関連の技術資料を弊社ホームページに多数掲載しておりますので、御覧頂けると幸いです。</p> <p><a href="https://www.tosoh-arc.co.jp/technique/detail/a1702/">https://www.tosoh-arc.co.jp/technique/detail/a1702/</a>  <a href="https://www.tosoh-arc.co.jp/technique/detail/t1701/">https://www.tosoh-arc.co.jp/technique/detail/t1701/</a></p>
7	粉末金属触媒(貴金属が無機担体に担持されたもの)中の微量成分(塩基残分、被毒物、副反応物)の同定も出来るのか。	<p>結晶性の成分であれば、0.1wt%程度であっても検出、同定出来る見込みは御座います。ただし、ご質問頂いた成分については、恐らく低結晶性若しくは非晶質の可能性が高いのではないのでしょうか。その場合、XRD で同定に至る可能性は低いと思われれます。触媒の表面分析(ESCA)等、他の手法をご提案させていただきます。</p>
8	微小部 XRD は定性以外の分析でどのようなことに活用できるのでしょうか？	<p>長時間積算し、高 S/N のパターンを得る必要がありますが、パターンフィッティングやリートベルト解析を適用し、局所領域の結晶構造変化を定量的に評価出来ます。</p> <p>また、X 線照射位置をずらしながら測定し、回折線強度のマッピング像を得ることも出来ます。</p>