

未知試料の結晶構造解析について

1. はじめに

原子の周期的な構造である結晶構造は、試料の硬さ等の物性、反応性等の化学的性質を決めているため、未知試料の結晶構造を調べることは大変重要です。その結晶構造を決定する装置として代表的なものがX線回折計です。今回は、共同研究支援部に導入されたX線回折装置SmartLab[®]を用いた結晶構造の解析について紹介します。

2. 結晶構造解析とは

X線を材料に入射すると、結晶の周期的構造を反映して、試料によって異なったある一定角度に強い散乱が見られます。散乱が起こる角度を精密に調べることで周期構造の間隔を調べることができます。また、散乱角度に対する強度のパターンを見ることで、材料の同定を行うことができます。図1はSmartLabでの測定例です。

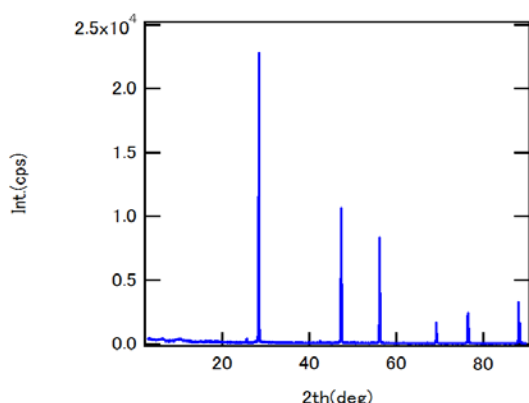


図1 散乱パターンの例

3. 実際の構造解析

SmartLabに付属する解析ソフトウェアにおいては、データを読み込むだけでピークの自動検出が行われ、各ピークの位置、幅、強度から、周期構造間隔であるd値、結晶子サイズなどの情報が算出されます(図2)。

2θ (°)	d (Å)	高さ (cps)	FWHM (deg)	積分強度 (cps・deg)	積分幅 (deg)	非対称性 因子	表面因子 力/㎡	結晶子サイズ (Å)	
6.11(9)	14.46(19)	96(19)	0.74(9)	96(9)	1.0(3)	0.0(4)	1.1(4)	0.0(5)	110(14)
10.13(14)	8.73(12)	66(15)	1.76(13)	122(11)	1.9(6)	0.40(16)	0.0(7)	0.0(3)	47(3)
25.617(13)	3.4746(17)	194(25)	0.096(19)	23(2)	0.12(3)	2.11(15)	0.8(5)	0.0(9)	966(212)
28.42(3)	3.139(3)	1999(238)	0.061(3)	2011(88)	0.101(3)	2.2(4)	0.29(3)	0.511(12)	105(39)
42.48(2)	2.1203(11)	85(17)	0.08(2)	7.51(19)	0.05(4)	4(7)	0.0(3)	0(3)	1048(247)
47.275(14)	1.9218(5)	10744(180)	0.0730(10)	999(9)	0.09(2)	1.37(11)	0.48(3)	0.54(5)	1241(18)
55.059(17)	1.63011(4)	9204(195)	0.0675(14)	720(9)	0.09(3)	1.31(13)	0.52(5)	0.61(7)	1393(29)
59.106(3)	1.52814(5)	1036(74)	0.078(2)	169(3)	0.101(6)	0.96(12)	0.50(8)	0.54(9)	1285(40)
76.381(19)	1.24614(9)	2414(93)	0.0776(17)	241(5)	0.102(5)	1.25(12)	0.60(5)	0.60(7)	1381(30)
88.014(2)	1.10675(2)	3296(105)	0.0837(19)	373(4)	0.113(5)	0.82(8)	0.75(7)	0.59(5)	1379(31)

図2 ピーク検出結果

さらに、付属のデータベースを検索することで、未知試料の同定が可能です。ピークデータを元に、データベース(ICDD PDF2)の検索を行います。データ登録件数は243,991と膨大ですので、検索を効率よくするための工夫が必要です。例えば、予想される名前、含まれる元素、含まれない元素などを指定することができます(図3)。

全く未知の物質の場合、結晶構造を調べる前に、エネルギー分散型蛍光X線分析を行い、含まれる元素などを調べておくことが望ましいです。

こうして得られた情報を元に検索を実行すると、もっとも確率の高い物質名が表示されます。その際、複数の物質が含まれていても可能性のある物質名がリストアップされます。



図3 元素指定の例

4. おわりに

SmartLabでは、このように簡単な手法で結晶構造の解析ができます。さらに、薄膜測定用の軸、二次元検出器等も装備しており、試料の多様な測定が可能です。また、当センターのエネルギー分散型蛍光X線分析装置EDX720[®]においては、真空中やヘリウム雰囲気中でも測定可能ですので、アルミニウムやケイ素などの軽元素でも効率よく検出することができます。測定に興味がある方は、是非、お気軽に問い合わせください。

※ H23 年度 JKA 機械工業振興事業 購入機



共同研究支援部 杉山 信之 (0561-76-8315)
研究テーマ：ナノ膜評価
担当分野：表面分析、X線分析