

[rigaku.com](https://www.rigaku.com)で見る

B-XRD1132 - DD法によるガラスの定量分析

はじめに

粉末X線回折では、多重ピーク分離法やリートベルト法により非晶質の重量分率（濃度）を求めることができますが、多重ピーク分離法は誤差が大きく、リートベルト法では被検試料への標準試料の添加が必要です。当社が開発したDirect Derivation (DD)法[®]では、単相と混合相の測定データから非晶質の量を直接算出することができます。ここでは、2種類の結晶粉末とガラスとを混合し、濃度を算出した例を示します。

測定・解析例

SiO₂ガラス（非晶質）粉末、 α -SiO₂結晶粉末、 α -Al₂O₃結晶粉末を50:20:30の比率で混合してX線回折プロファイルを測定し、全パターンフィッティングにより重量分率を算出しました。図1には、SiO₂ガラス粉末、 α -SiO₂結晶粉末、 α -Al₂O₃結晶粉末の単相のX線回折パターンを示します。結晶粉末からはシャープなピークが得られ、ガラス粉末からはブロードなハローパターンが得られることがわかります。図2には、混合物のデータに対する、DD法[®]による全パターンフィッティング（WPPF）の結果を示します。測定データと計算データがよくフィットしていることがわかります。表1には解析結果の R_{wp} 、 S 、混合物の濃度の調製値および定量値を示します。この結果から、単相と混合相の測定データから非晶質の濃度を直接算出できることがわかります。

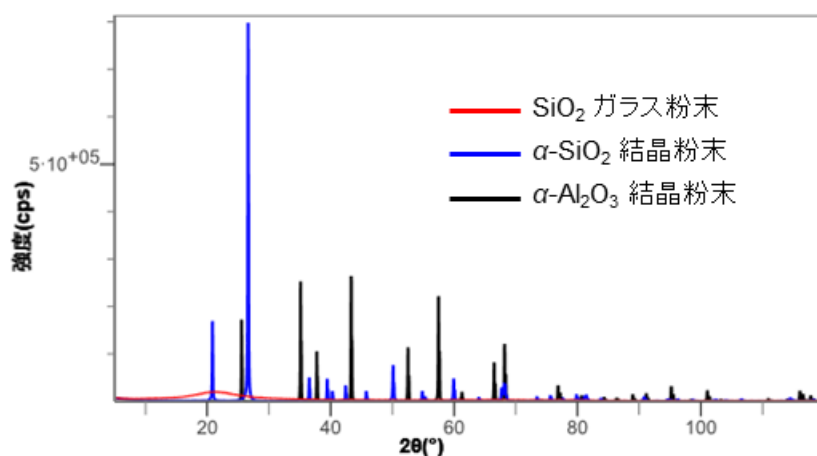


図1 各成分単相のX線回折パターン

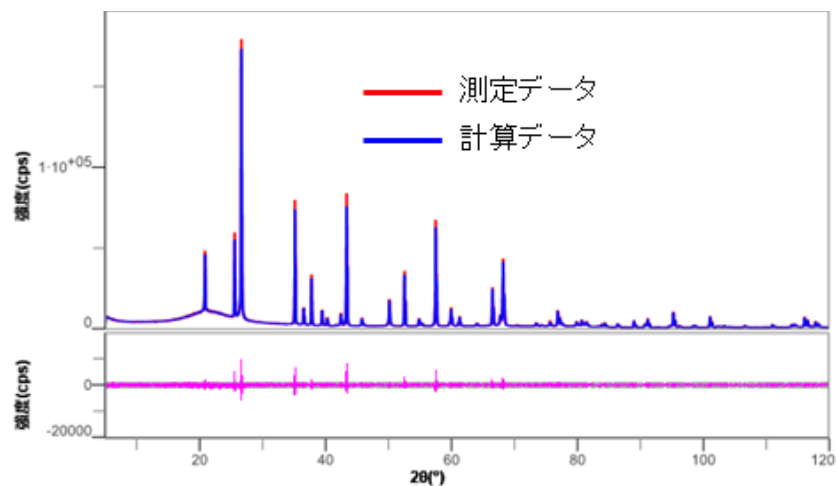


図2 混合物のDD法®WPPF結果

表1 解析の R_{wp} 、 S 値、混合物の調製値および定量値

	SiO ₂ ガラス（非晶質）	α-SiO ₂ 結晶粉末	α-α-Al ₂ O ₃ 結晶粉末
R_{wp} (%)		7.32	
S		1.1741	
Prepared value (mass%)	49.91	20.06	30.02
Quantitative value (mass%)	50.18(5)	20.46(4)	29.36(5)

参考文献： (1) H. Toraya: *J. Appl. Cryst.*, **49** (2016) 1508-1516.

(2) H. Toraya: *J. Appl. Cryst.*, **50** (2017) 820-829.

推奨装置・ソフトウェア

- 全自動多目的X線回折装置 SmartLab + ASC-10アタッチメント
+ 高分解能・高速1次元X線検出器 D/teX Ultra250
- X線分析統合ソフトウェア SmartLab Studio II (Powder XRDプラグイン)

※「DD法」「Direct Derivation Method」「DD Method」は、株式会社リガクの商標または登録商標です。

おすすめの製品



SmartLab

全自動多目的X線回折装置 *SmartLab*

装置が最適条件を教えてくれるガイダンス機能を実現。



SmartLab SE

全自動多目的X線回折装置 *SmartLab SE*

リガクの分析ノウハウを凝縮した「ガイダンス」機能を搭載。



SmartLab Studio II

X線分析統合ソフトウェア *SmartLab Studio II*

測定から解析まで、X線分析のすべてをこなす統合ソフトウェア