

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

# B-XRD1115 - DD法による $\gamma$ -アルミナの定量分析

## はじめに

X線回折法による定量分析では、各成分に由来するピークの積分強度を正確に求めることが必要ですが、結晶性が低くブロードなピークを示す化合物の場合、積分強度の算出そのものが困難です。当社が開発した新しい定量分析法、Direct Derivation (DD)法<sup>®</sup>では、単一成分の測定プロファイルを用いて全パターンフィッティングを行います。この結果、結晶構造からプロファイル関数を計算することが難しいような、複雑なパターンを示す化合物に対しても、簡単に全パターンフィッティングができます。ここでは $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の混合物を定量しました。

## 測定・解析例

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>には結晶性の高い $\alpha$ 型（高温型）と結晶性の低い $\gamma$ 型（低温型）の結晶多形が存在します。ここでは $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が1、10、30 mass%になるように $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と混合し、 $2\theta = 5\sim 120^\circ$ を $10^\circ/\text{min}$ で測定しました。得られたX線回折プロファイルの重ね描きを図1に、3つの混合物の解析結果のRwp、S値、調製値および定量値を表1に示します。この結果から、結晶性が低い物質に対しても、正確な定量値を算出できることがわかりました。

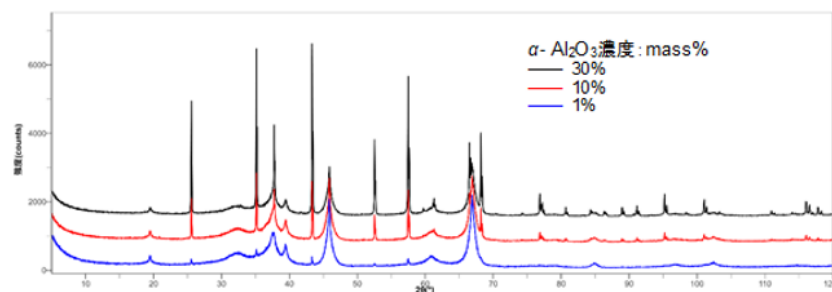


図1  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の混合物から得られたX線回折プロファイルの重ね描き

表1 Rwp、S値、 $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の調製値および定量値

	1%	10%	30%
R <sub>wp</sub> (%)	8.58	7.70	7.69
S	1.3188	1.1698	1.1527
調製値 (mass%)	1.01	10.01	30.04
定量値 (mass%)	1.01(3)	9.96(4)	29.67(4)

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

(2) H. Toraya: J. Appl. Cryst., 52 (2019) 520-531.

#### 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 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