アプリケーションノート　B-XRD1115

rigaku.comで見る

B-XRD1115 - DD法によるγ-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®では、単一成分の測定プロファイルを元に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α-Al2O3とγ-Al2O3の混合物を定量しました。

測定・解析例

Al2O3には結晶性の高いα型（高温型）と結晶性の低いγ型（低温型）の結晶多形が存在します。ここではα-Al2O3が1、10、30 mass%になるようにγ-Al2O3と混合し、2θ = 5~120°を10 °/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。

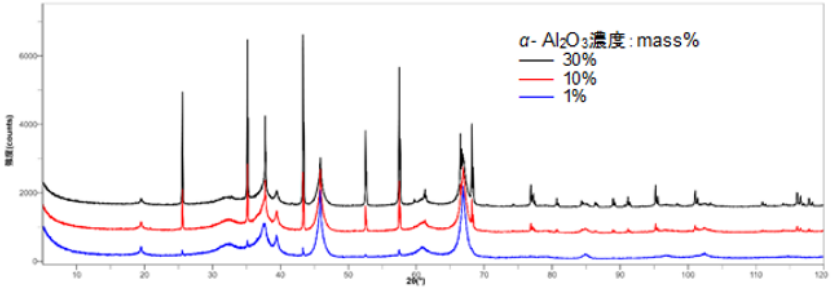

図1　α-Al2O3とγ-Al2O3の混合物から得られたX線回折プロファイルの重ね描き

表1　Rwp、S値、α-Al2O3の調製値および定量値

	1%	10%	30%
R_{wp} (%)	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 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