

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

B-XRD1130 - DD 法によるでんぷんの定量分析

はじめに

粉末X線回折には、RIR法やリートベルト法と呼ばれる定量分析方法がありますが、一般的な解析対象は結晶性が高く、シャープなピークを示す物質です。一方粉末X線回折法による定性分析の対象には、高分子や食品など、結晶性が低くブロードなピークを示す物質も含まれます。このような結晶性が低い物質は、（1）データベースに参照強度比（RIR値）や構造情報が登録されていない場合が多いこと、（2）測定データから各成分の強度を抽出することが難しいことから、RIR法やリートベルト法による定量分析は行えませんでした。当社が開発したDirect Derivation (DD)法[®]では、RIR値も結晶構造情報も必要とせず、ブロードなピークの強度抽出にも対応しています。ここでは、2種類のでんぷんの重量分率（濃度）を算出した例を示します。

測定・解析例

「とうもろこしでんぷん」濃度が5、30、50、70、95 mass%になるように、「とうもろこしでんぷん」と「ばれいしょでんぷん」とを混合しました。X線回折プロファイルを約6分で測定し、DD法[®]による全パターンフィッティング（WPPF）により重量分率を算出しました。図1には、二つのでんぷんのX線回折パターンを示します。いずれもブロードなピークを与えますが、二つの物質を区別することができるのがわかります。図2には、とうもろこしでんぷん50 mass%のデータに対するWPPFの結果を示します。測定データと計算データが良くフィットしていることがわかります。表1には5つの混合物の解析結果のRwp、S値、調製値および定量値を示します。この結果から、RIR値も結晶構造情報も入手できない低結晶性物質に対しても、定量分析ができることがわかります。

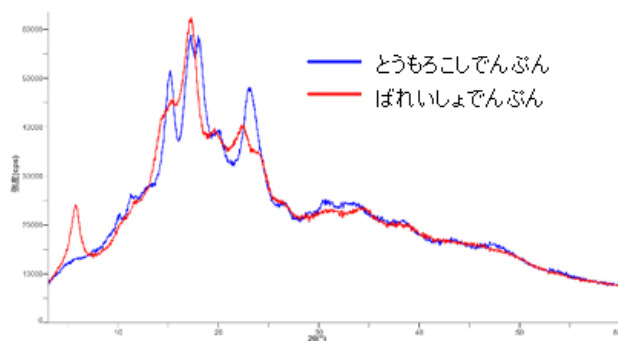


図1 2つのでんぷんのX線回折パターン

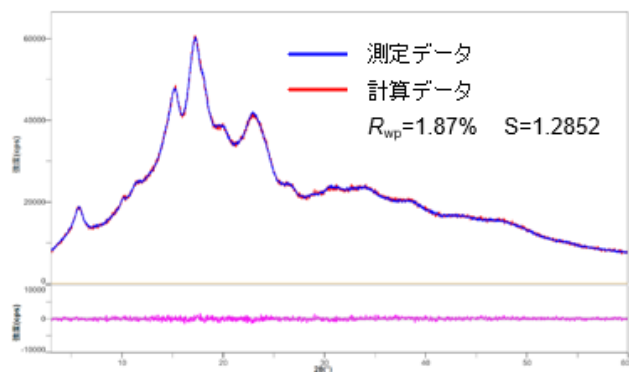


図2 とうもろこしでんぷん50 wt%のWPPF結果

表1 Rwp、S値、とうもろこしでんぷん濃度の調製値および定量値 (mass%)

	5%	30%	50%	70%	95%
Rwp (%)	1.92	1.81	1.87	1.84	1.96
S	1.3792	1.3014	1.2852	1.2652	1.4229
調製値	5.0	30.0	50.0	70.0	95.0
定量値	5.5(4)	30.8(3)	47.8(3)	68.1(3)	94.5(4)

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



MiniFlex

デスクトップX線回折装置 *MiniFlex*

卓上タイプの高性能多目的粉末回折分析装置。



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