

TECHNORIDGE

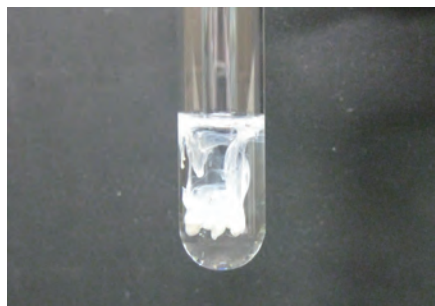
2012 297



はかる —無機物質・無機化合物編— 定性分析

TECHNORIDGE

2012 297

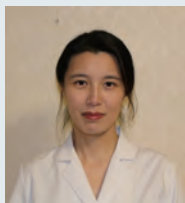


臭化物イオンを含む水溶液に硝酸銀水溶液を添加したときの様子
(p. 3 コラム参照)

- 2 巻頭言
- 4 電子線をプローブとした分析について
- 5 蛍光X線分析の定性分析について
- 7 光電子分光測定による化学分析について
- 8 結晶状態をみる粉末X線回折分析

「これは何か？」に答える必要な情報を

ご提供できるように分析を進めます。



編集担当

たなかよしえ
多中良栄

「これは一体何でしょう？」クイズの質問のようですが、当センターで日頃我々がよくいただくご相談でもあります。クイズのようにはっきりとした答えが用意されていれば良いのですが、実際はどこまで厳密に「何」に近づく分析を行い、答えをみつけるか、非常に難しい質問です。今回から2号連続で、無機化合物あるいは試料中の無機成分について「これは何か」、「どのくらい含まれるものなのか」に迫るための分析の一例をご紹介しますと思います。本号(297)では、「これは何か」を調べる定性分析を中心に紹介します。次号(298)では、主に試料中に含まれる成分の量を調べる定量分析を特集します。

未知の試料が何であるかを分析する第一歩として、どうすれば無機物か有機物かの確認ができるかを考えます。確認の方法としては、目視や拡大観察による金属光沢の有無や、燃焼の様子を観察することで大まかな推測をすることもあります。また、炎色反応や沈殿の生成などから、特定の成分の有無を確認することもあります。(p. 3 コラム参照) 当センターでは通常、対象試料が全くの未知である場合や無機物と考えられる場合、無機成分分析として次のページの図に示すような手順で分析を進めていきます。

まず、試料を構成する元素を調べるために行うのが成分分析です。試料の形態や目的によっていくつかある装置の中から適したものを選択し、測定を行います。試料が水溶液である場合、有機物が含まれないことが確認できれば、誘導結合プラズマ分析(ICP)を行うと、どのような元素がだいたいどれくらいの量あるのかを一度で知ることができます(*ICP分析については、次号の定量分析で詳しくご紹介する予定です)。固体試料の場合には、エネルギー分散型X線分析装置付き走査型電子顕微鏡(SEM-EDX)(p. 4)による測定や、蛍光X線分析(XRF-WDX, XRF-EDX)(p. 5-6)を行います。試料の大きさや形状、測定したい範囲などにより装置の選択を行います。例えば、試料全体の状態が見たいときには、測定面全体の成分構成が分析できるXRF-WDXやXRF-EDXを用いて測定し、試料中の特定の微小部分の成分を知りたいときには、SEM-EDXで測定を行います。固体だけでなく、有機物が含まれる可能性のある液体試料の場合なども、最も簡便に行えるXRF-EDX測定をまず行い、元素組成の確認や主成分が有機物か無機物かの判断をすることもあります。

未知試料について、上記の成分分析によって構成している元素が分かれば、「これは何か」に対する答えとなることもあります。しかし、さらに別の分析を行うことによって、より詳細な情報を得ることができることもあります。例えば、X線光電子分光(XPS)(p. 7)では元素

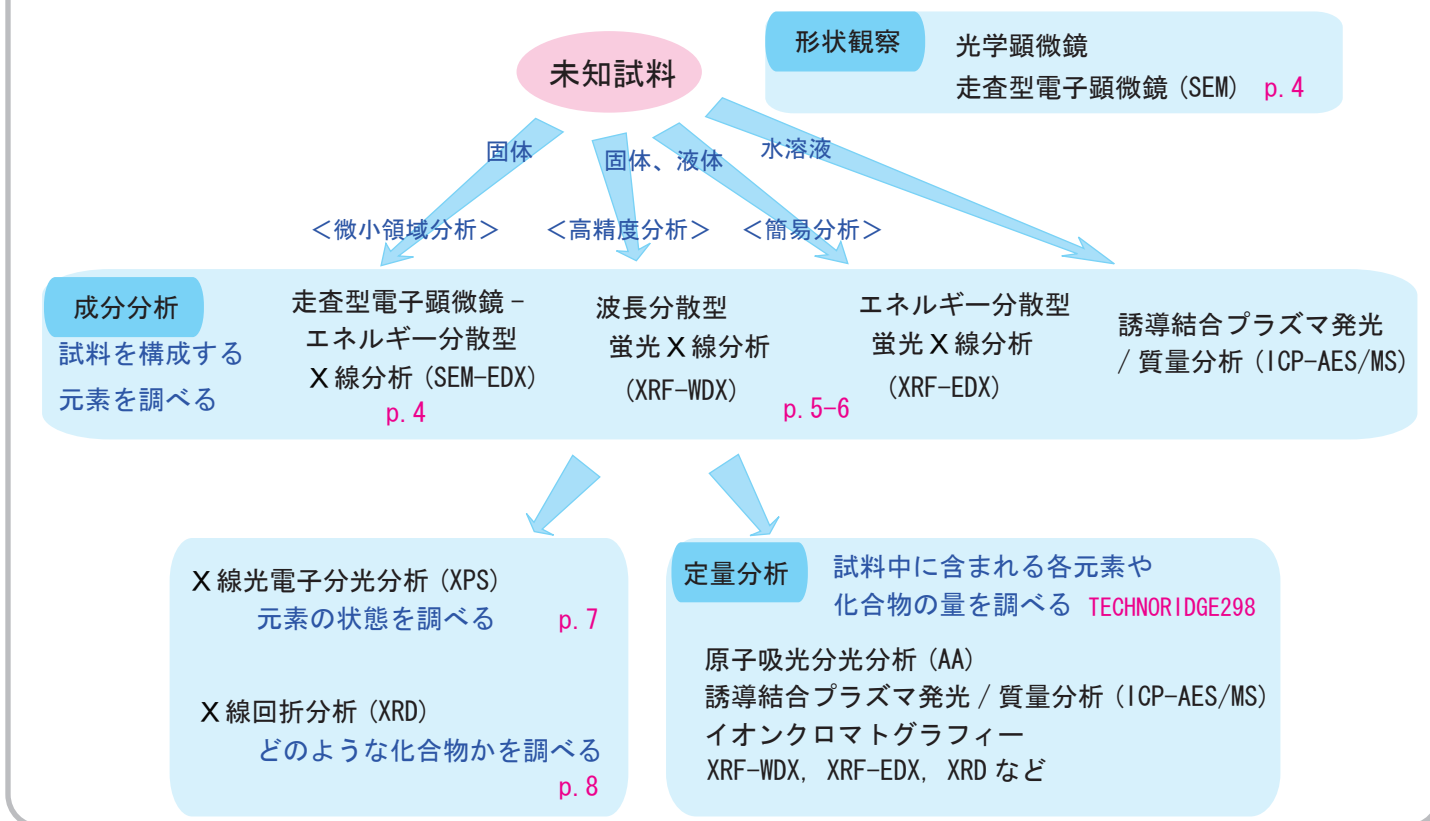
TECHNORIDGE へのご意見、ご質問、ご感想等をお寄せ下さい。

mail アドレス : technori@wakayama-kgo.jp

工業技術センター HP からはバックナンバーもご覧いただけます。

<http://www.wakayama-kgo.jp> HP ⇒ センターの刊行物

当センターにおける無機物質・無機成分分析の一般的な流れ



の状態（結合エネルギーや束縛エネルギー）を調べることができ、元素の価数を知ることができます。X線回折分析（XRD）（p. 8）ではどのような結晶構造かを知ることができます。

今回ご紹介する分析は、すべて試料に電子線やX線を照射し、発生する反射電子や特性X線、蛍光X線、光電子、回折線をそれぞれ分析するという仕組みになっています。それぞれの分析によって何が分かるのかは、各ページに解説しています。

実際の分析では、目的に応じてどこまでの情報がどの程度の正確さで必要なのかと、試料の形態や量、当センターの設備ではどこまで測定が可能なのかを考慮して進めていきます。また、試料が何であるかに如何に早くたどり着けるかは、その試料の発生状況や候補となる物質などについての詳しい情報がどれだけあるかに大きく左右されます。ご依頼の目的と共に試料に関する情報をお聞きしてから、分析方針を決定し、必要十分な測定結果をできるだけ短期間でご提供できるよう取り組んでいます。

今回、測定対象として「未知試料A」を用意しました。「未知試料A」は、金属光沢を持つ約1cm四方の薄い板状のものです。この「未知試料A」を今回はXRFおよびXPSで測定しました。各ページでは「未知試料A」の分析結果だけでなく、測定方法の選択や、分析のポイント、測定結果の見方なども合わせて記載いたしました。対象となる試料や目的により行う分析は異なりますが、どのような測定によって何が分かるのか、当センターにご依頼の際に、ご一読いただければと思います。

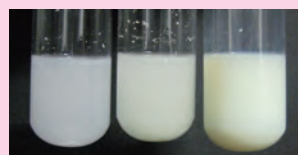
機器を使わない定性分析

無機物の定性には、必ずしも分析機器が必要なわけではありません。例えば、色鮮やかな花火の着色に利用される「炎色反応」。金属イオンを高温にすることでナトリウムは黄色、銅は青緑、カリウムは赤紫など特定の発色を示すことから、含有する金属の種類を推測することができます。水溶液中に塩化物イオンがあるかどうかは、硝酸銀水溶液を添加し、塩化銀の白色の沈殿を生じるかどうかで確認できます。沈殿の色が淡黄色なら臭化物イオンから生じた臭化銀、黄色ならヨウ化銀です。硫酸イオンがある場合には、塩化バリウムを加えれば白色の硫酸バリウムの沈殿が生じます。

多成分の分析や微量成分の検出など不向きなところもありますが、試薬さえあればその場ですぐに確認できるこれらの方法も有効な定性方法の一つです。



炎色反応



硝酸銀によるハロゲン化物の検出



硫酸バリウムの沈殿

電子線をプローブとした分析について

生活・環境産業部 高分子木材漆器グループ 山下 宗哲

はじめに

無機材料を分析するに当たり、電子顕微鏡がよく用いられます。しかしながら、電子顕微鏡は名前の通り顕微鏡です。では、なぜこの装置を定性分析に用いることが出来るのでしょうか？

拡大画像の観察

電子顕微鏡では、試料に電子線を照射します。試料が薄い場合には、大半の電子線は試料を透過して透かし絵のような像を写し出します（図1 (A)）。電子線が可視光の場合は光学顕微鏡の透過像となり、X線の場合ではレントゲンの写真となります。

試料が厚い場合は、図1 (B) のように電子の透過が起こらず、試料表面で反射されるか、試料内で散乱しながら吸収され、様々な形でエネルギーが放出されます。表面で跳ね返った反射電子は、試料の凹凸や元素の違いにより強度が異なります。そこで電子線をテレビのように走査することによって試料の電子顕微鏡の像を得ることが出来ます。また、放出されるエネルギーの一つである二次電子でも同様の機構で試料の拡大像を示すことが出来ます。

定性分析への利用

試料が薄い場合には、電子線の経路に絞りを置くことで電子の回折を見ることが出来ます（図1 (A)）。これは、X線回折 (p. 8 参照) と同様の現象で、試料の結晶構造に起因した情報が得られます。

一方、試料が厚い場合、試料に電子線を照射すると放出されるエネルギーは、二次電子の他に、オージェ電子や特性X線、光といった様々な形をとります（図1 (B)）。

このうちの放出される特性X線を分光することで、試料の構成元素を調べることが出来ます。この原理は、試料にX線を照射し発生する蛍光X線

(特性X線) から元素を特定する蛍光X線分析 (p. 5-6 参照) と類似しています。特性X線の検出器は波長分散型とエネルギー分散型の2種類があります。波長分散型検出器は、十分なSN比を得るためには多量のX線が必要なため、薄い試料の分析には向いていません。但し、エネルギーの分解能が優れているため複数の無機物が混合している場合の微小領域の分析に非常に向いています。

また、オージェ電子を分光することにより得られた情報は元素の結合の違いを示しています。この原理は、試料にX線を照射することにより飛び出してくる光電子から元素の結合状態をみる光電子分光測定 (p. 7 参照) と類似しています。オージェ電子分光では、特性X線とは異なり、試料の極表面から発生するオージェ電子しか検出できません。すなわち、試料の極表面の情報のみを得ることが出来ます。

測定例

当センターにある電子顕微鏡は、エネルギー分散型X線分析装置付き走査型電子顕微鏡であり、上記のうち反射電子・二次電子による拡大像の観察と、特性X線の分光による元素の検出が出来ます。

この装置を用いて綿の着色部分を観察しました。電子顕微鏡画像より綿繊維に微小な粒が付着している様子が観察できました（図2）。さらにこの微小な粉末部分に測定領域を絞って元素分析を行ったところ、鉄のピークが検出されました（図3）。

おわりに

電子線をプローブとした分析の最大の特徴は、微小領域を分析できることです。これが後述のX線をプローブとした蛍光X線分析や光電子分光分析、X線回折分析と大きく異なる点です。ただし、電子線をプローブとした分析はX線をプローブとした分析に比べて、分解能や感度では劣っていますので、この点を注意する必要があります。

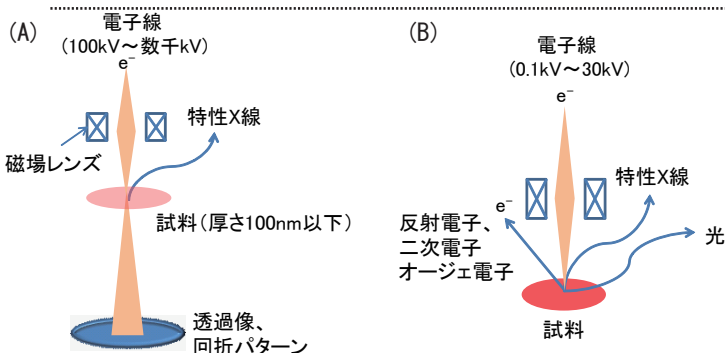


図1 電子線照射時のイメージ

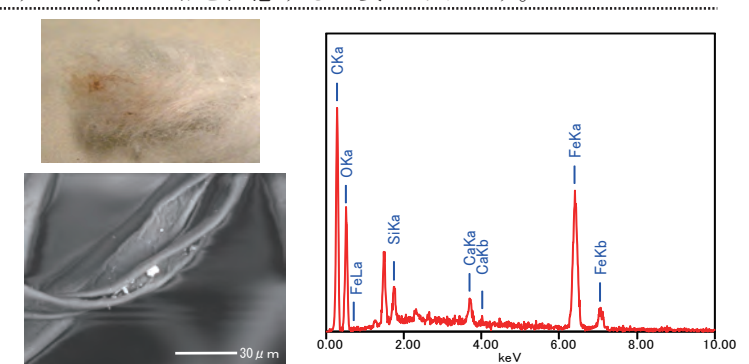


図2 試料の外観と拡大画像

図3 SEM-EDX チャート

蛍光X線分析の定性分析について

化学産業部 分析評価グループ 三宅 靖仁

はじめに

蛍光X線分析装置は、目の前にあるモノが「どういった成分（元素）からできているのか」を簡単に測定するための装置です（図1）。例えば、庭から金色に光る砂粒が出てきたら、「砂金」なのかどうか調べたくありませんか？「蛍光X線分析装置」を使えば、こうした疑問が解決できます。（大概は鉄と硫黄を主成分とする「黄鉄鉱」と分かり、がっかりするのですが…。）

本稿では、この蛍光X線分析装置でできることや、その特徴などについてご紹介いたします。

装置の測定原理と種類について

蛍光X線分析装置は、試料にX線を照射することで発生する「蛍光X線」を検出するための装置です。この蛍光X線は元素毎に固有のエネルギー（波長）を持っていますので、検出された蛍光X線の「エネルギー（波長）」や「強度」を調べることで、どんな元素がどの程度含まれているのかを調べることができます。

さらに、この分析法には、

- ・砂粒を溶かしたりせず、そのまま測定できる（非破壊分析のため、測定試料を回収可能）
 - ・炭素などの“軽い”元素からウランなどの“重い”元素までまとめて分析できる（図2）
 - ・粉体や様々な形の固体から、油や水溶液のような液体まで、多様な試料形態に対応できる
- などの特徴があり、非常に守備範囲の広い装置でもあります。具体的には、「金属や鉱物の材質・材料分析」、「プラスチックや食品、土壌中に含まれる有害物質や異物の分析」、「排水や河川などの環境分析」、さらには「文化財の分析」等にも利用されています。また、欧州連合（EU）による「RoHS/ELV 指令」のための受入検査に使用される

など、品質管理目的にも重宝される装置です。

なお、この蛍光X線分析装置には検出器の違いによって2つのタイプが市販されています。1つは、蛍光X線のエネルギーを直接測定する「エネルギー分散型（EDX）」と呼ばれるタイプで、もう1つは、蛍光X線を波長毎に分光してから検出するタイプの「波長分散型（WDX）」蛍光X線分析装置です。

EDXは装置がコンパクトで、数十cm程度の大きな試料も測定できるのが特徴です。それに対しWDXは、光学系が複雑なため装置は大きく、また真空中もしくはヘリウム中での分析が必要で、測定できる試料サイズは数cm程度までという制限があります。しかしながら、WDXは測定可能な元素の範囲が広く、かつ分解能が高いため、EDXでは困難な「原子番号の小さな“軽い”元素の測定も可能」であるという特徴を持っています。総合的に見ると、EDXは「簡易分析」に適しており、WDXは「高精度分析」に適していると言えるでしょう。

当センターでは、EDXおよびWDXを双方保有しており、それぞれの試料形態や目的に応じて使い分けています。

測定試料の前処理について

EDX、WDX共に、多様な形態の試料に対応できますが、装置に合わせて試料を調製すれば、さらに精度良く分析を行うことができます。

例えば、金属などの塊などの場合は、グラインダや旋盤などを用いて表面を削り、平坦な面を出すことがポイントとなります。

また、砂や化成品原料などの「粉体」の場合は、ダイスなどを用いて加圧成形を行い、やはり平坦な面を作成すると精度良く分析を行うことができます。このとき、試料を一旦粉碎して均一な大き

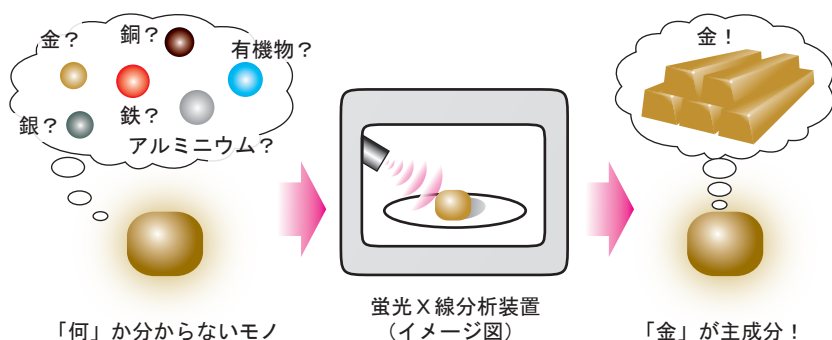


図1. 蛍光X線分析装置って？

H																	He																																
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne																																
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar																																
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr																																
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe																																
Cs	Ba	L	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn																																
<table border="1" style="width: 100%; text-align: center;"> <tr> <td>Y</td><td>La</td><td>Ce</td><td>Pr</td><td>Nd</td><td>Pm</td><td>Sm</td><td>Eu</td><td>Gd</td><td>Tb</td><td>Dy</td><td>Ho</td><td>Er</td><td>Tm</td><td>Yb</td><td>Lu</td> </tr> <tr> <td>L</td><td>Ac</td><td>Th</td><td>Pa</td><td>U</td><td>Np</td><td>Pu</td><td>Am</td><td>Cm</td><td>Bk</td><td>Cf</td><td>Es</td><td>Fm</td><td>Md</td><td>No</td><td>Lr</td> </tr> </table>																		Y	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	L	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr
Y	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu																																		
L	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr																																		

図2. 蛍光X線分析（WDX）で測定可能な元素例

さの粒子にしておくことで、さらなる精度の向上が見込めます。しかしながらいくら加圧しても固まらない試料もあります。そうした場合には、ラップのような薄い専用フィルムで覆うことで粉体のまま測定する方法もあります。試料が液体の場合などは、専用の濾紙に染み込ませて測定したり、溶液用容器に充填することで測定が可能となります。

その他、試料が数 mm 程度しかない場合や少量の粉末しかない場合でも、工夫次第で測定できる場合がありますので、その際には気軽にご相談ください。

「未知試料A」の測定について

実際の測定例として、今回準備された「未知試料A」を測定した結果をお示しします。この試料は、片面が褐色で、もう片面が金属様光沢を有する約 1cm 四方の薄い板状物質です。試料が 1cm 程度あるということと、平坦であるということから、高精度な元素情報が得られる WDX を用いて測定を行いました。その結果、金属様光沢を有する面からは「銅」および「鉄」が主成分として得られ、褐色面からは「銅」のみが主成分として検出されました（図3）。蛍光X線分析では、表面だけでなく試料内部からの元素情報も得られますので、この「未知試料A」は一方の面だけに鉄が蒸着された銅基板であろうと推察されます。

なおこの試料を、表面分析に特化した装置（XPS）で測定した結果を次のページに載せてあります。それぞれの測定結果の違いを比較いただければと思います。

データを見る際の注意点について

このように蛍光X線分析装置は非常に便利な装置なのですが、得られる分析データを鵜呑みにすると大きな間違いを引き起こすことがあります。例えば、純粋な「塩」、すなわち塩化ナトリウムを測定すると、「塩素」と「ナトリウム」だけでなく、「酸

素」と「ホウ素」の位置にもピークが現れます（図4）。これは、ナトリウム及び塩素「由来」のピークが酸素及びホウ素の位置にそれぞれ現れるからです。このことを知らないと、測定試料は「塩素、ナトリウム、酸素、ホウ素から構成される物質」と勘違いすることになりかねません。これが「製品中の異物」だったら、誤った結果を元にした「原因とその対策」を行うことにもつながってしまいます。

また同じように、EDX で平滑な表面を持つ金属の分析を行う際にも、注意が必要な場合があります。例えば、先ほどの「未知試料A」を EDX で測定すると、銅と鉄以外に「マンガン」が検出されることがあります。しかしながら、先ほどの WDX での測定結果からはマンガンは検出されていませんし、EDX でも「適切なフィルター」をかけて測定を行うとマンガンのピークは消滅します。実は、このマンガんだと認識されたピークは金属の回折線によるものであり、本当は存在しない元素なのです。こうしたことも覚えておかないと、やはり誤った解答を導き出しかねないので、注意が必要です。

これらの他にも、「知らない」と誤判定してしまうものはいくつかあります。簡便な装置である分、得られる結果を鵜呑みにせず、確認を行いながら測定結果を評価することが大切です。

おわりに

以上のように、いくつかの注意点はあっても、蛍光X線分析装置を用いることで非常に簡単に物質の構成元素を調べることができます。当センターでは「受託試験」として EDX および WDX の分析依頼をお受けしておりますが、これらの装置は「機器貸付」の対象機器となっておりますので、皆様自身でお使いいただけます。予め使用法などを覚えていただく必要はありますが、ご自身で測定をしていただき、その便利さを実感していただければと思います。



図3. 「未知試料A」の分析

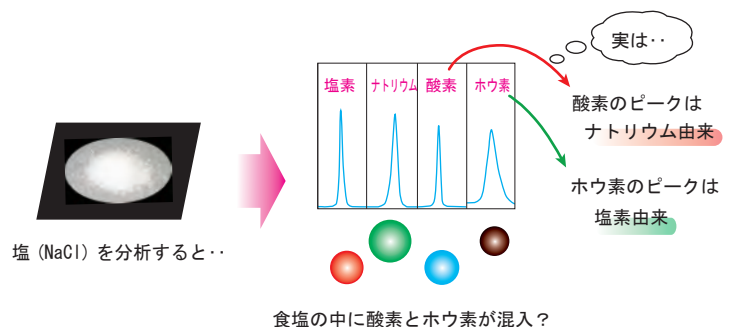


図4. 食塩の中に酸素とホウ素？

光電子分光測定による化学分析について

機械金属産業部 機械金属グループ 重本 明彦

はじめに

試料の腐食や、表面処理といった表面のみを観察・評価する場合には光電子分光が用いられています。その名称は用いる光源によって、XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) や UPS (Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy)、更に化学分析のための電子分光という意味から ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) と呼ばれています。その原理は、試料に光を当てるとそのエネルギーを受け取って試料表面の電子が外へ飛び出てきます(光電効果)。この外部に飛び出てきた電子の運動エネルギーを検出器で測定してやると、最初に与えた光エネルギーと運動エネルギーの差から「試料内部における結合エネルギー」という情報を得ることができます。この結合エネルギーを電子ボルト (eV) という単位で横軸に、その結合エネルギーで検出された光電子の数を縦軸に表記したものが光電子分光スペクトルとなります。また、表面から放出された電子を検出器まで到達させるために 10^{-8} Pa 程度の超高真空環境が必要になります (1 気圧はおおよそ 10^5 Pa)。

測定例

未知試料Aの金属光沢を有する面を測定してみました。得られたスペクトル(図1)を見ると蛍光X線のデータとは異なり、銅は検出されず表面の鉄のみが観測されています。これは固体内部で励起された電子は表面に出てくる過程で他の電子や原子殻と衝突してエネルギーを失うので、測定したい情報を保持した電子は相互作用の少ない表面近傍の電子となります。これが光電子分光が「表面分析」と呼ばれるゆえんです。

更に図1の鉄のスペクトルを良く見るとピークごとに名前がついているのが分かります。これはその光電子ピークの軌道名を表しており、このスペクトルの場合ですと、左から、Fe 2s, Fe 2p_{1/2}, Fe 2p_{3/2}, Fe3s, Fe3p_{1/2} と名前がついています。このように軌道ごとの情報を得ることができるのも光電子分光の特徴です。

この特徴を生かして、クロム酸化物の内殻スペクトルを測定したのが図2です。CrO₃ を室温から 230℃まで加熱しながら測定してみました。温度が上がるにつ

れて、Cr2p_{3/2} ピークが右向きに動いているように見えます。これは加熱によって CrO₃ から Cr₂O₃ へ変化、即ち Cr の価数が +6 から +3 に変化していることに起因しています。このように光電子分光では、単に元素の組成比のみならず、その価数まで判別することが可能です。

一般的な光電子分光においては、実験室光源にはX線が使われますが、真空紫外光と呼ばれる光を用いることもできます。この測定法は UPS と呼ばれ、スペクトルの分解能が高く、価電子帯におけるより詳細なスペクトルを測定することができます。また、励起エネルギーの違いを利用して XPS と異なるスペクトルを得ることができますが、更にスペクトルの立ち上がりとフェルミ準位(結合エネルギーが 0eV のところ)のエネルギーを同時に測定することによって試料表面の仕事関数を知ることができます。

実際に光エネルギー 21.2eV で測定した金表面の UPS スペクトル(図3)で説明します。このスペクトルでは横軸に電子の運動エネルギーをとってやるとスペクトルの立ち上がり部分が表面の仕事関数に相当します(図3における 5.3eV の部分)。一方、スペクトルの右端部分は光エネルギー 21.2eV になるはずですが、21.7eV となっているので、0.5eV のずれを修正してやると、仕事関数は $5.3 - (21.7 - 21.2) = 4.8$ eV であることが分かります。

おわりに

このように光電子分光測定を用いると単に表面上の組成比のみならず、電子軌道ごとの状態まで分かります。つまり、どのような元素が入っているかだけでなく、その原子のイオン価数を知ることができます。例えば、クロムめっきにおいてはクロムの価数が6価かそれとも3価かが問題になりますが、それらを判別することができます。また、「仕事関数」という言葉自体は一般にはなじみがありませんが、半導体材料などの特性評価に必要であったり、真空中で電子を放出させる材料の選定に必要であったりと、ハイテク産業の根幹部分に関連しています。光電子分光測定によって試料の表面状態や電子状態を知ることによりその情報を材料開発などに役立てることができます。

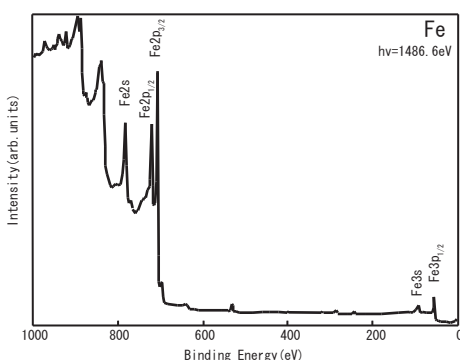


図1 鉄薄膜の光電子分光スペクトル

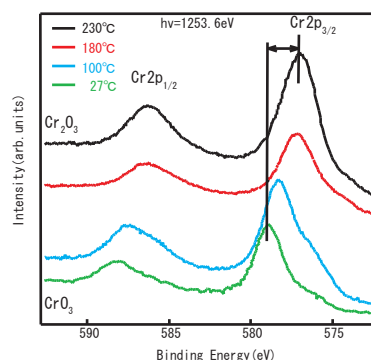


図2 クロム酸化物の Cr2p ピーク

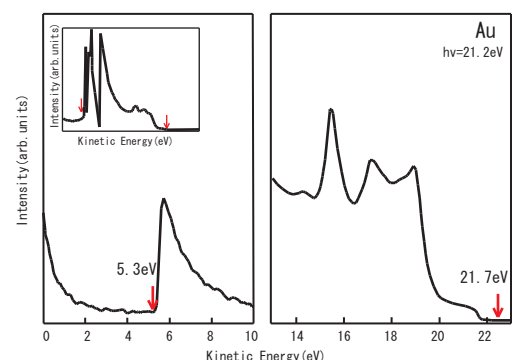


図3 UPS による表面の仕事関数測定

結晶状態をみる粉末 X 線回折分析 (XRD; X-ray Diffraction)

化学産業部 合成技術グループ 多中 良栄

はじめに

試料の成分を知ることは、それが何かを知る大きな手がかりとなります。しかし、XRF 等によって試料の構成元素が分かっても、その試料が「何なのか」は分からない場合があります。例えば、ある試料の主成分がカルシウム (Ca)、炭素 (C)、酸素 (O) であった場合、それが大理石 (CaCO_3) なのか石灰岩 (CaCO_3) なのか、酢酸カルシウム ($(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ca}$) なのか、また他のものなのかは判断がつけられません。そのような時には粉末 X 線回折 (XRD) が有力な手段となります。

XRD とは、試料に X 線を照射すると得られる X 線回折パターンより、試料の結晶構造を調べる手法です。この回折パターンは試料の結晶構造を反映し、物質・結晶状態に特有のものであるため、データベースに登録された既知の物質であれば、得られた回折パターンより物質の同定が可能となります。

ある混合物の定性分析

ここに白い粉体の試料①と②があります。見た目はほぼ同じに見えますが、これらが何かを分析していきたいと思います。まず XRF-WDX で分析したところ、どちらも酸素 (O)、ナトリウム (Na)、マグネシウム (Mg)、硫黄 (S)、炭素 (C) が主成分であることが確認できました (図 1)。この結果より推測すると、試料はどちらもナトリウム塩とマグネシウム塩の混合物である可能性が考えられますが、どのよ

うな化合物かは分かりません。

そこで、XRD で分析を行ったところ、図 2、3 に示すように、試料①と②で全く違う回折パターンが得られました。データベースとの照合により、試料①の回折パターンは炭酸ナトリウム (Na_2CO_3) のものと硫酸マグネシウム (MgSO_4) のものの足し合わせたものであることが確認できました。XRF での分析結果とも矛盾がないことから、試料①は Na_2CO_3 と MgSO_4 の混合物であり、試料②は重曹 (NaHCO_3) と MgSO_4 の混合物であることが分かりました。

おわりに

XRD は、試料が固体であれば、無機化合物をはじめ有機化合物でも金属でも非破壊で測定できる方法です。ただし、試料がガラス等の非晶質の場合は定性や定量などの詳しい解析は XRD では困難であり、結晶性の試料でも、既存のデータベースに登録されていない物質の同定は難しいといえます。

しかし、上記のように試料中の元素がどのように存在しているかを、その結晶構造からみることができ、定性分析において強力な手段であることは間違いありません。ただし試料の定性のためには、一般的に XRD だけでは十分とはいえ、その他の分析手法と組み合わせることで総合的に分析を進めていかなければなりません。また XRD では粉末だけでなく金属材料や薄膜中の結晶構造の評価なども行えますので、是非お気軽にご相談下さい。

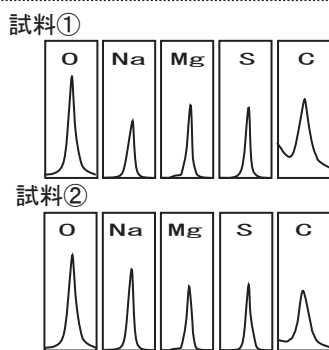


図 1. XRF の測定結果
(測定範囲: B ~ U、検出元素のみ抜粋)

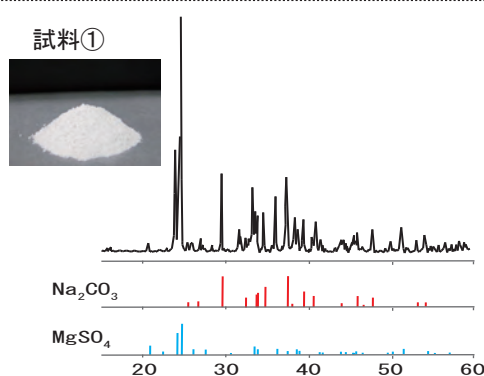


図 2. 試料①の XRD

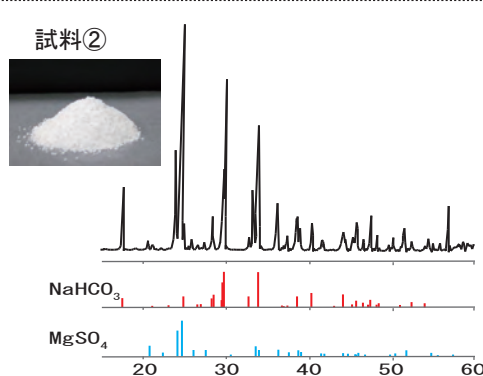


図 3. 試料②の XRD

当センターでは、財団法人 JKA の競争による補助事業 (自転車等機械工業振興補助事業) を利用し、機器整備を行っています。本号で紹介した分析機器は全てこの事業により導入しました。



- P.4** エネルギー分散型 X 線分析装置付き走査電子顕微鏡装置 SEM-EDX
日本電子(株) JSM-6480LV (平成 16 年度)、JED-2300 (平成 17 年度)
- P.5-6** 波長分散型蛍光 X 線分析装置 XRF-WDX、(株)リガク ZSX100e (平成 13 年度)
- P.5-6** エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 XRF-EDX
(株)島津製作所 EDX-800HS (平成 23 年度)
- P.7** X 線光電子分光装置 XPS、日本電子(株) JPS-9010MC (平成 10 年度)
- P.8** 粉末 X 線回折装置 XRD、(株)リガク RINT1400 (平成 3 年度)

技術情報誌
編集・発行
和歌山県工業技術センター
和歌山市小倉 60 番地

発行日
2012 年 11 月 30 日
TEL / 0733-447777
FAX / 0733-447880

印刷
所 / 和歌山県中之島 1-4-9
TEL / 0733-441551
FAX / 0733-441557