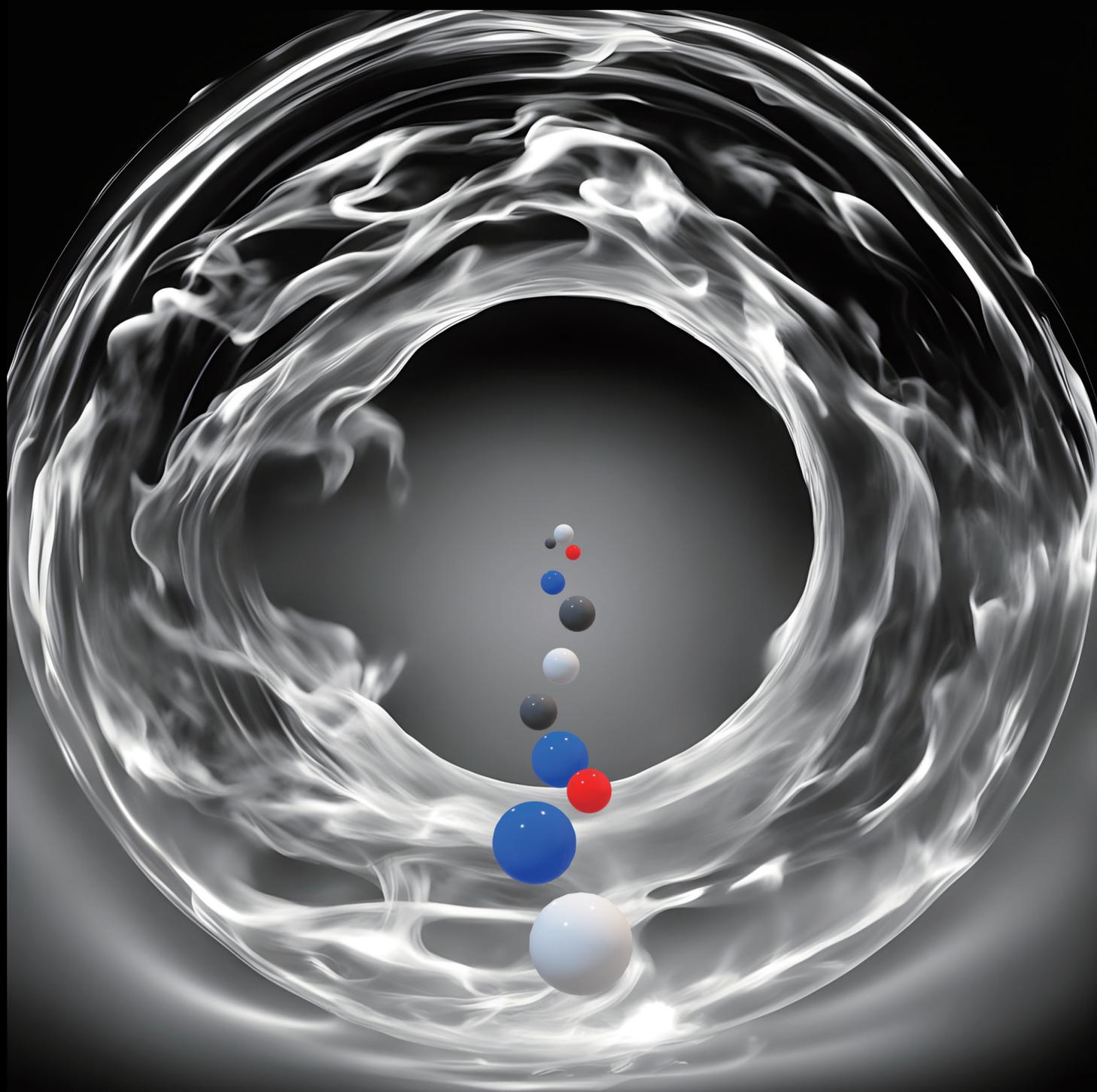


ぶんせき 12

Bunseki 2024

The Japan Society for Analytical Chemistry



日本分析化学会

<https://www.jsac.jp>

LC/MS用溶媒

PFOS
PFOA
PFHxS

保証を追加!!

特長

金属不純物(14種)を保証
日本薬局方の試薬規格に適合
UHPLCシステムに最適(パーティクル保証)

品目	容量	日本薬局方 適合	金属(14種) 保証
アセトニトリル	200mL、1L、3L	○	○
蒸留水	200mL、1L、3L		○
メタノール	200mL、1L、3L	○	○
2-プロパノール	200mL、1L、3L	○	

PFAS
試験適合性

○
○
○



関連
商品

認証標準物質
(CRM)

製品番号	メーカーコード	製品名	容量
49922-34	PFAS-3PAR	有機ふっ素化合物混合標準液(3種) (L-PFOS, PFOA, L-PFHxS each 2ug/mL)	1.2mL
49922-35	MPFAS-3ES	有機ふっ素化合物混合内部標準液(3種) (M8PFOS, M8PFOA, M3PFHxS each 2ug/mL)	1.2mL

 関東化学株式会社 試薬事業本部
〒103-0022 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号 (03)6214-1090

LC/MS 関東化学

検索



TURN UP THE HEAT ON
**THERMAL
ANALYSIS**

新製品

DSC 9 *The Pyris 9 Series*

示差走査熱量測定装置 (シングルファーンネス DSC)

確かな温度制御と再現精度を実現

- 広い測定温度範囲 : $-70^{\circ}\text{C} \sim 750^{\circ}\text{C}$
- ダイレクト温度コントロールセンサー
- 使いやすいタッチスクリーン
- コンパクト設計
- 堅牢で長寿命のファーンネス
- 高い冷却能力 (Max $100^{\circ}\text{C} / \text{min}$)
- ハイフネーションシステム対応
- 自動 2 ラインガス切替え
(マスフローコントローラー内蔵)



PerkinElmer Japan 合同会社

www.perkinelmer.co.jp



本社 〒221-0031 神奈川県横浜市神奈川区新浦島町 1-1-32 アクアリアタワー横浜 2F TEL. (045) 522-7822 FAX. (045) 522-7830


PerkinElmer[®]
Science with Purpose

エネルギー分散型蛍光X線分析装置

Energy Dispersive
X-ray Fluorescence Spectrometer

ALTRACE



元素分析の限界を超越する

簡単操作で微量元素を高速に分析。さらなる高感度を求めて、最適光学系設計と当社独自の高速信号処理技術により、蛍光X線分析装置が新しいステージに到達しました。

類いなき高感度

- サブppmから%まで広範囲の一斉元素分析を実現
- 1 ppm未満の簡易スクリーニングとして活用
- 粉末・液体試料を溶解や希釈することなく、簡便に分析が可能

煩雑な前処理からの解放

- 化学的な前処理なしに分析可能
- 精密分析前の簡易スクリーニングに最適
- 精密分析よりコスト削減・操作性が優位

圧倒的な効率性

- 最大48試料搭載の連続自動分析
- 扱いやすいトレイ引き出し方式採用
- 測定中の割り込み分析に対応



詳しい製品情報はこちら

品質管理から研究開発までサポート

デスクトップX線回折装置 **MiniFlex**

小型・軽量の
卓上X線回折装置



上位機種に迫る高分解能・高角度精度・高PB比

■ 高速連続測定

- ・高速検出器と
- ・試料自動交換装置の
- ・コンビネーションで実現

■ 簡単設置

- ・省スペースで設置可能
- ・100v, 15A電源で使用可能
- ・送水装置内蔵型あり

■ 安全設計

- ・インターロック機構付き
- ・完全密閉型キャビネット構造
- ・X線作業主任者の選任不要

粗大粒子や配向の影響を低減して同定が可能

高性能検出器を標準装置 — 検出効率が従来比約100倍に —



ハイブリッド型多次元ピクセル検出器
HyPix-400 MF
0次元/1次元/2次元
すべての測定モードをカバー



高速1次元検出器
D/teX Ultra2
受光モノクロメーターと
組み合わせ可能



■ 2次元検出器による測定例(サリチル酸 配向試料)



進化したリガクの品質管理システム
MiniFlex XpC
試料搬送機、ベルトコンベアと
組み合わせることで
オートメーション装置との
接続が可能

豊富な アタッチメント

8試料自動交換装置
ASC-8



無反射試料ホルダー



汎用試料ホルダー



ASC用気密試料ホルダー



気密試料ホルダー



温調アタッチメント
BTS150/500



多彩な機能で品質管理や 研究開発をサポート

自動滴定装置

AUT-801



2系列同時滴定に対応

デュアルシステム



2系列の滴定画面を同時に表示

シングルシステム時は、
600データを本体にメモリー可能

各種滴定法に合わせた電極類をご用意

ターンテーブル(オプション)接続による
省力化を実現

広範な分野での分析ニーズにお応えします

食品分野

化学・分析分野

メッキ分野

電気・鉄鋼・金属分野

環境分野

石油分野

薬品・化粧品・香料分野



食品



石油



薬品・化粧品・香料

東亜ディーケーケー株式会社

<https://www.toadkk.co.jp/>

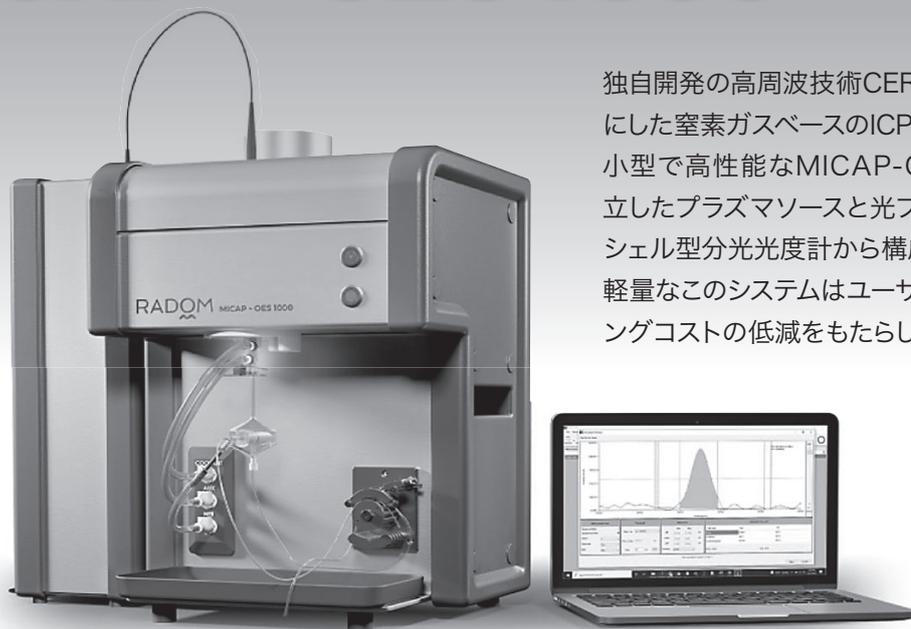
本社 / 〒169-8648 東京都新宿区高田馬場1-29-10 TEL.03(3202)0219

●東京:03(3202)0226 ●大阪:06(6312)5100 ●札幌:011(726)9859 ●仙台:022(353)6591 ●千葉:0436(23)7531
●名古屋:052(485)8175 ●広島:082(568)5860 ●四国:087(831)3450 ●九州:093(551)2727

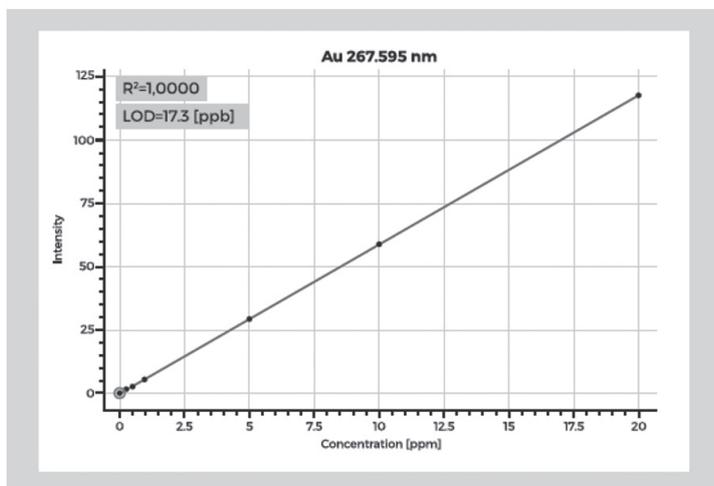


窒素ガスICP分析計 MICAP™-OES 1000

RADOM™



独自開発の高周波技術CERAWAVE™が可能にした窒素ガスベースのICP発光装置です。小型で高性能なMICAP-OES-1000は、独立したプラズマソースと光ファイバー接続のエシエル型分光光度計から構成されます。小型、軽量なこのシステムはユーザーに大幅なランニングコストの低減をもたらします。



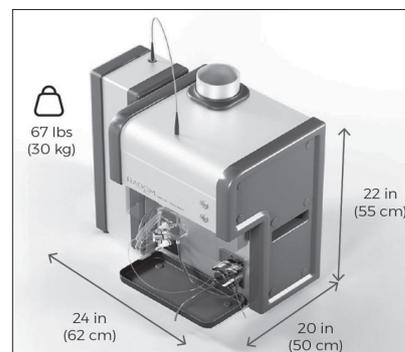
金の検量線 (0.025~20.00ppm)

特徴

- 窒素ガスプラズマ方式 (Arガス不要)
- 新開発プラズマソースCERAWAVE™ (1000W)
- 空冷式トーチ
- エシエル分光器による全波長同時測定
- 省スペース設計

Aperture:	f/10
Wavelength range:	194 nm - 625 nm
Simultaneous:	up to 625 nm
Slit Width:	30 μm slit
Resolution:	5pm - 30 pm

光ファイバー接続のエシエル分光検出器



装置寸法・重量

株式会社 エス・ティ・ジャパン
URL: <http://www.stjapan.co.jp>

東京本社 / 〒103-0014 東京都中央区日本橋蛸殻町1-14-10
TEL: 03-3666-2561 FAX: 03-3666-2658

大阪支店 / 〒540-6127 大阪府大阪市中央区城見2-1-61 ツイン21 MIDタワー
TEL: 06-6949-8444 FAX: 06-6449-8445

ST.JAPAN INC.

column

ムロマックミニカラムの使用例(公開論文・文献より)

1. 環境分野：海水、雨水など環境試料の分析用途
2. 鉱業分野：岩石、鉱物、石英などの組成分析
3. 農業分野：植物などの分析
4. 生化学分野：タンパク質、生体などの精製研究
5. 原子力分野：高レベル廃棄物の処理法研究(詳細はお問い合わせください)

ムロマック® ミニカラム

ムロマック®ミニカラムはカラムと液溜槽がポリプロピレンにより一体成型されていて、丈夫で耐薬品性に優れています。小さなカラムながら濾槽が効率良く試料中の物質を吸着できるように設計されており、リークやテリングの少ない精度の高いクロマトグラフィーが可能です。

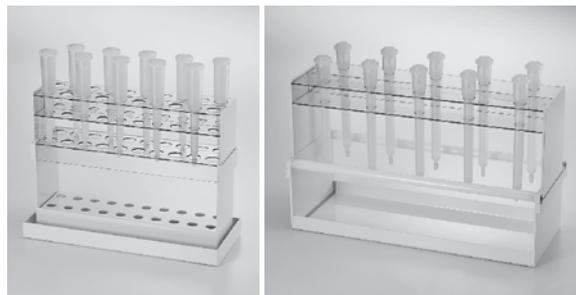


種類	内径(mm)	長さ(mm)	容量(mL)	液溜槽容量(mL)
S	5.0~5.5	50	1.0	8.0
M	6.5~8.5	5.8	2.5	10.0
L	10.0~11.0	118	10.0	5.0*1

*1. 連結キャップを使って50ml注射器を接続すると便利です。

ムロマック® ミニカラムスタンド

カラムSまたはM用のスタンドは、直径15~16.5mm、長さ100~165mmの試験管を20本立てることができます。カラムL用スタンドのトレイには100mLのビーカー又は三角フラスコを10個並べることができます。



種類	横(cm)	縦(cm)	高さ(cm)	立数
S・M共用	26.5	7.0	20.5	20本
L用	36.5	14.5	22.5	10本

ムロマック® ガラスカラム

ムロマック®ガラスカラムはガラス製で耐薬品性に優れ、鮮明にイオン交換反応を可視化します。イオン交換樹脂の初期検討後、樹脂量を多くして使用することでより正確なデータを取ることが可能です。枝管付きタイプはムロマック分液ロートを使用することで液枯れしません。また、ライブ試験など樹脂層高を上げて試験を行う場合は細長カラムを使用することで正確なデータを取得できます。



種類	横(cm)	縦(cm)	容量(mL)
S	8	28	30.0
M	8.5	32.5	100.0
ロング	5	43	40.0

ムロマック® 分液ロート

【各ガラスカラム対応】

ムロマック®分液ロートはガラス製で耐薬品性に優れ、ムロマック®ガラスカラム(S・M・ロング各種)に互換性のあるすり合わせ規格を有しています。



種類	容量(mL)
S	500
M	1000

お問合せ先

室町ケミカル株式会社 <https://www.muro-chem.co.jp>

[東京] TEL. 03-3525-4792 [大阪] TEL. 06-6393-0007 [本社] TEL. 0944-41-2131

ケモメトリックスソフトウェア PLS_Toolbox (MATLAB Add-In)

データセットの作成/インポート (DataSet Editor)、プリプロセスのオプション設定 (Preprocessing)、クロスバリデーション法の選択/設定 (Cross Validation)、検量 Calibration)、結果と解釈に役立つ豊富なグラフィック (Figure Objects) / エクスポート、モデルの作成 (Modeling)、未知データの予測 (Prediction) をボタン/フローボックスに従って実行できます。三次元の蛍光分光解析に使われる PARAFAC や遺伝アルゴリズムによる有意な変数選択他、ユニークなツールも揃っています。Excel、ASCII XY などの一般的なデータのインポート、GRAMS や分析機器の生データファイルのインポート、MATLAB のデータセットなどを使用できます。

基本機能

- データの探索とパターン認識(Principal Components Analysis(PCA)、Parallel Factor Analysis(PARAFAC)、Multiway-PCA、Tucker Models...)
- 判別分析(SIMCA、PLS-Discrimination Analysis(PLS-DA)、K-Nearest Neighbors、Support Vector Machine Classification、Clustering (HCA)...))
- 線形および非線形の回帰分析(Partial Least Squares(PLS)、Principal Components Regression(PCR)、Multiple Linear Regression(MLR)、Classical Least Squares(CLS)、Support Vector Machine Regression、Artificial Neural Networks(ANN)、N-way PLS、Locally Weighted Regression...)
- 自己モデリング曲線分解、純粋変数法(Multivariate Curve Resolution(MCR)、Purity...)
- データセットの編集と視覚化ツール(DataSet Editor)
- プリプロセス(Centering、Scaling、Smoothing、Derivatizing、Transformations、Baselining、EEM Filtering...)
- クロスバリデーション(Venetian Blinds、Contiguous Blocks、Leave-One-Out、Random)
- 欠損データのサポート(SVM、NIPALS)
- 変数選択(Genetic algorithms、IPLS、Selectivity、VIP...)
- 実験計画法(Full Factorial、Fractional Factorial、Box-Behnken...)

必要なシステム構成 : MATLAB 7.6(2008a) がインストールされた Windows、MAC OS、UNIX、LINUX (MATLAB のオプション/ツールボックスはなにも必要ありません)



SOLO(スタンドアローンバージョン)

MATLAB のない PC (Windows マシン) で PLS_Toolbox と同じタスクを同じようなインターフェイスで実行できます。
必要なシステム構成 : Windows 10/11

製作会社 : Eigenvector Research Inc.

株式会社 デジタルデータマネジメント

〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町1-11-8 紅萌ビル
TEL.03-5641-1771 FAX.03-5641-1772
E-mail:tech@dmdcorp.com URL:http://www.dmdcorp.com



Welcome to the Next Generation

New IRT-5X

赤外顕微鏡 / Infrared Microscope

赤外顕微鏡における「観る」、「測る」、「使う」を再構築、顕微赤外測定に新たなイノベーションを創出します。

「観る」

- ・500万画素の高解像度カメラを搭載
- ・光学系の改良と電動アイリス機構による高品位な観察画像
- ・オートフォーカス標準搭載
- ・スマートモニターによる観察・測定の同時実行
- ・各種観察オプションを用意

「測る」

- ・自動XYZステージによる顕微測定の高効率化
- ・スマートマッピングによる革新的な測定
- ・光学系及びミッドバンドMCT検出器の改良による感度向上
- ・2in1MCT検出器による高空間分解能・高感度測定
- ・4検出器搭載可能

「使う」

- ・シンプルで使い易く、初心者でも使えるUI
- ・IQ IR NAVによる自動試料認識
- ・集光鏡スライドイン方式の採用
- ・40mm厚試料の反射測定対応
- ・設置スペースのダウンサイジング

IRT-5Xについて



詳しくはこちらから

光と技術で未来を見つける

日本分光

日本分光株式会社

〒192-8537 東京都八王子市石川町2967-5
TEL 042(646)4111(内)

日本分光の最新情報はこちらから

<https://www.jasco.co.jp>

日本分光HP



JASCO

JASCOは日本分光株式会社の登録商標です。
本広告に記載されている装置の外観および各仕様は、
改善のため予告なく変更することがあります。

新製品

迅速凍結粉碎装置 IQ MILL-2070

機器分析の試料前処理に最適 - 各種試料の粉碎・攪拌・分散に特化

IQ MILL-2070 の特長

● 使いやすいシンプル操作

- ✓ 簡単な操作でサンプルの粉碎が可能

設定項目は、粉碎速度、粉碎時間、サイクル数、サイクル間の停止時間です。回転ノブとタッチパネルで簡単に設定できます。

● 短時間で効率的に微粉碎

- ✓ パワフルな衝撃と剪断力で粉碎時間を数秒へ大幅短縮

高弾性ベルトを用いた高速上下ねじれ®運動による粉碎方式を採用しており、試料の迅速粉碎が可能です。 特許第7064786号

- ✓ 粉碎時の静かな作動音

粉碎時に発生する音は 55 dB程度で通常会話を妨げません。

- ✓ 同一プログラムで最大3試料の同時粉碎が可能

最大3本の試料容器が収納可能なホルダーを搭載しており、より効率的な粉碎が可能です。

● 省エネの試料冷却キット付属

- ✓ 液体窒素の消費量は 300 mL程度 (試料と粉碎子入りの試料容器1個の場合)

標準付属の試料冷却キットには冷媒容器、 tong、試料冷却ホルダーが含まれます。

- ✓ 冷媒を使わない室温粉碎も可能

通常会話を妨げない
静音設計

仕様

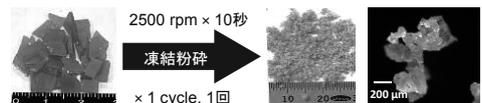
粉碎温度	室温あるいは冷媒(液体窒素等)を用いる試料冷却	
粉碎設定	回転数(rpm)	50 から 最大 3000(無段階設定)
	回転時間(秒)	10 から 60 (10 秒毎)
	回転サイクル間の待ち時間(秒)	0 から 600(10 秒毎)
	回転サイクル数	1 から 20 (1サイクル毎)
安全装置	マイクロスイッチと手動ロック方式による誤動作防止	
本体寸法、重量	幅 270 × 奥行 340 × 高さ 300 (mm), 約 12 kg	
電源(50/60 Hz)	AC 100/120 V あるいは 200/240 V(450 VA)	

高速上下ねじれ®運動



試料容器内における粉碎子の高速上下ねじれ®運動により試料を短時間で効率的に粉碎します。

粉碎例:ポリイソブレン (0.53 g)



40種以上の粉碎応用例をウェブサイトから閲覧可能!

フロンティア・ラボ 株式会社

ご購入検討時にテスト粉碎を承ります。お気軽にお問い合わせください。
www.frontier-lab.com/jp info@frontier-lab.com



高性能の熱分解装置と金属キャピラリーカラムの開発・製品化に専念して、洗練された製品をお届けしています

※価格はすべて税込です

<p>化学分析・化学実験</p>		<p>Surface Analysis by Auger and X-Ray Photoelectron Spectroscopy David Briggs and John T. Grant 編 B5 51,700円(税込) 表面分析に欠かせない AES と XPS 法の原理, 装置, 試料の扱い, 電子移動と表面感度, 数量化, イメージング, スペクトルの解釈など (Surface Spectra, Ltd.).</p>	<p>マデ ネジ ジタ メル デー トタ</p>
<p>粉末 X 線解析の実際 第 3 版 中井 泉・泉 富士夫 編著 B5 308 頁 定価 6,490 円 (税込) 粉末回折法の全容を実践的に理解できる。[内容] 原理/データ測定・読み方・活用/特殊な測定法と試料/リートベルト法/RIETAN-FP の使い方/MEM・MPF 解析/未知結晶構造解析/先端材料への応用/他</p>	<p>朝 倉 書 店</p>	<p>ToF-SIMS : Surface Analysis by Mass Spectrometry 2nd edition John C. Vickerman and David Briggs 著 B5 51,700 円 (税込) 二次イオン質量分析法の装置と試料の取扱い, 二次イオン形成のメカニズム, データ解析アプリケーション例など (Surface Spectra, Ltd.).</p>	<p>マデ ネジ ジタ メル デー トタ</p>
<p>図説 表面分析ハンドブック 日本表面真空学会 編 B5 576 頁 定価 19,800 円 (税込) 約 120 の手法を見開き形式で解説。実際の適用例を複数紹介し, その手法の特徴や主な適用先などをまとめ, 一目で概要がわかるよう工夫。試料の種類や性質, 目的により適切な手法を選択するためのリファレンス。</p>	<p>朝 倉 書 店</p>	<p>ガスクロ自由自在 Q&A 準備・試料導入編 第 2 版 日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会 編/代島茂樹・古野正浩・前田恒昭 監修 B5 判・242 頁・定価 3,960 円 (税込) 装置の基本設定から, 試料前処理, 注入方法など, GC にまつわるユーザーの疑問を Q&A 形式で簡潔に回答。第 2 版ではヘリウムの代替ガスについても解説。</p>	<p>丸 善 出 版</p>
<p>蛍光 X 線分析の実際 第 2 版 中井泉 編/日本分析化学会 X 線分析研究懇談会 監修 B5 280 頁 定価 6,490 円 (税込) 試料調製, 標準物質, 蛍光 X 線装置スペクトル, 定量分析などの基礎項目を平易に解説し, 食品中の有害元素分析, 放射性大気粉塵の解析, 文化財への非破壊分析など豊富な応用事例を掲載した実務家必携のマニュアル。</p>	<p>朝 倉 書 店</p>	<p>ガスクロ自由自在 Q&A 分離・検出編 第 2 版 日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会 編/代島茂樹・古野正浩・前田恒昭 監修 B5 判・214 頁・定価 3,960 円 (税込) 分離の理論や, カラムや検出器の種類や特徴, 利点・欠点, 装置や器具の管理方法, トラブル時の対応策を Q&A 形式で紹介。さらに, 定量時のデータ処理操作も解説。</p>	<p>丸 善 出 版</p>
<p>試料分析講座 ビタミン・ミネラル 公益社団法人 日本分析化学会 編 A5 判・256 頁・定価 5,940 円 (税込) ビタミン・ミネラルの分析に携わる学生から現場の技術者・研究者まで活用できる実務書。生体内ミネラルのケミカルスペシエーションやイメージングについても記述。</p>	<p>丸 善 出 版</p>	<p>ガスクロ自由自在 Q&A GC/MS 編 日本分析化学会ガスクロマトグラフィー研究懇談会 編/代島茂樹・古野正浩・前田恒昭 監修 B5 判・252 頁・定価 4,180 円 (税込) GC/MS 特有の装置設定や注意事項, トラブルの原因や対策を Q&A 形式で解説。さらに, 具体的なライブラリーやソフトウェアを挙げながらデータ解析のコツを説明。</p>	<p>丸 善 出 版</p>
<p>分析化学の基本操作 器具選び・試料処理・データ整理 上本道久 著 A5 判・202 頁・定価 3,520 円 (税込) 化学分析に必要な“はかる”感覚と基礎知識を身につけるため, どの器具でどのような操作を行い, どのようにデータ整理するのかをわかりやすく解説。</p>	<p>丸 善 出 版</p>	<p>放射化学</p>	
<p>機器分析</p>		<p>放射化学の事典 日本放射化学会 編 A5 376 頁 定価 10,120 円 (税込) 生命科学・地球科学・宇宙科学等の基礎科学の基本概念である放射化学を約 180 項目・各 1~4 頁で解説した読む事典。[内容] 放射線計測/人工放射性元素/原子核プローブ・ホットアトム化学/分析法/環境放射能/原子力/宇宙・地球化学/他</p>	<p>朝 倉 書 店</p>
<p>Pyrolysis-GC/MS Data Book of Synthetic Polymers 合成高分子の熱分解 GC/MS ハンドブック Tsuge, Ohtani, Watanabe 著 エルゼビア 2011 刊 35,200 円 (税込) 163 種の合成高分子の熱分解 GC/MS, また 33 種の縮合系高分子には反応熱分解 GC/MS も測定したデータ集, パイログラム, 生成物の帰属, 相対生成率, 保持指標, 質量スペクトルと構造式など, 昇温過程での生成物のサーモグラムとその平均質量スペクトルも収録。</p>	<p>マデ ネジ ジタ メル デー トタ</p>	<p>化学一般・その他</p>	
<p>Mass Spec: Desk Reference, 2nd edition 4,400 円 (税込) 質量分析に使われる用語の解説と誤用される用語例, 質量分析の書誌情報の集積。(Global View Publisher)</p>	<p>マデ ネジ ジタ メル デー トタ</p>	<p>触媒総合事典 触媒学会 編 A5 判 548 頁 定価 14,300 円 (税込) 触媒の基礎から幅広い応用分野まで網羅する中項目事典。約 250 のトピックを通じて我々の豊かな生活を支える触媒を総覧できるリファレンス。</p>	<p>朝 倉 書 店</p>

機械学習による分子最適化 数理と実装 梶野 洸 著 A5 312頁 定価 3,520円 (税込) 機械学習を用いた新規分子構造の生成や最適化にまつわる技術について、基礎理論から実装まで一通り解説。	オ ー ム 社
---	------------------

◆掲載図書発行所◆

図書購入・問い合わせなどは、下記発行所に直接ご連絡ください。

※価格はすべて税込です

(株)朝倉書店	URL : https://www.asakura.co.jp/ 〒162-8707 東京都新宿区新小川町 6-29	☎03(3260)7631
(株)オーム社	URL : https://www.ohmsha.co.jp/ 〒101-8460 東京都千代田区神田錦町 3-1	☎03(3233)0641
(株)デジタルデータマネジメント	URL : http://www.ddmcorp.com 〒103-0025 東京都中央区日本橋茅場町 1-11-8 紅萌ビル	☎03(5641)1771
丸善出版(株)	URL : https://www.maruzen-publishing.co.jp 〒101-0051 東京都千代田区神田神保町 2-17 神田神保町ビル	☎03(3512)3256

次の図書案内は 2025 年 6 月号に掲載します。

X線回折法

1 はじめに

X線回折法は、試料に対しX線を照射してX線回折パターンを取得し、結晶構造を評価する手法である。簡便な試料調製で、且つ、大気中・非破壊で測定することができる。測定対象物質は基本的に結晶であり、状態は粉体、バルク、薄膜、繊維、液体と問わない。身近なところでは、酸化鉄や水酸化鉄である錆の種類を特定したいというニーズは昔から多い。また、製品中の異物や複雑な組成の試料など、蛍光X線分析などで試料中の含有元素を同定しておき、その元素情報とX線回折での結晶構造から化合物などの物質を同定するような利用例も多い¹⁾。2023年4月1日から化学製品中に結晶質シリカが0.1%以上含有される場合はリスクアセスメント対象物質として、SDSに記載が義務付けられるようになった。X線回折法では非晶質シリカと区別することが可能で、また、化学的な前処理を行うことなく、微量な結晶質シリカを短時間で高感度に検出することができることから、簡便な測定法として注目されている。

本稿ではX線回折法の原理や特長、装置の構成、X線回折装置を使用して何が分かるかを解説する。

2 X線回折法の原理

図1のように、試料表面に対し入射角 θ (ω で表されることもある)で入射したX線が第1層の電子と第2層の電子で散乱したとする。この時のX線の光路差($2d \sin\theta$)がX線波長の整数倍になると位相が揃い強め合う。これがX線の回折で、X線が回折する条件は、式(1)に示すBraggの回折条件で規定される。

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (n \text{ は整数}) \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 d は格子面間隔、 θ は入射角、 λ はX線波長で

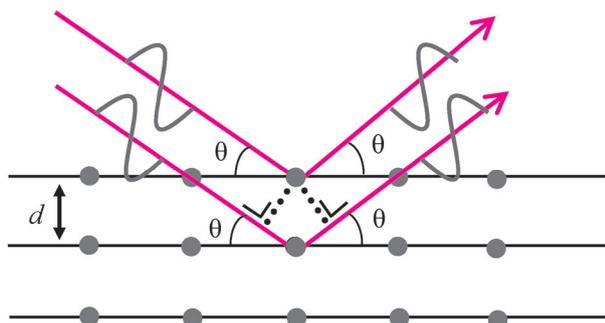


図1 Braggの回折条件

ある。入射したX線と回折したX線の波長は同じである。

3 X線回折装置の構成

X線回折装置は大きく分けて三つの部位からなり、X線発生部、試料部、X線検出部で構成される。試料に対するX線の入射角度や検出器の角度がゴニオメータによって制御される。X線の一般的な発生出力は封入式管球で0.6~2 kW、回転対陰極の方式で5~9 kWである。最も多く使用されるX線の波長はCuのK α 線で1.54 Åである。Cu K α 以外では、Mo K α (0.71 Å)、Co K α (1.79 Å)、Cr K α (2.29 Å)などの波長が試料の元素組成や評価目的に応じて用いられる。

近年のゴニオメータの方式は試料水平ゴニオメータが主流で、試料は測定中に常に水平であるために粉末試料の脱落が無く、バルク試料の保持についても両面テープなどで固く保持する必要がない。

検出器は現在では半導体素子のものが主流である。一つの素子は短冊状で検出器を走査する 2θ 方向に素子が数百並んでいる。したがって、各素子は 2θ 位置の情報を有している。半導体素子は検出した強度情報の読み出しが速く、一つの素子が異なる 2θ 位置の強度を高速で代わる代わる計測していくことが可能である。これを1次元スキャンと呼んでおり、短時間で高い強度が取得できるため、現在では粉末・バルク試料の回折パターンを取得するための標準の測定モードとなっている。この1次元スキャンは受光スリットと呼ばれる回折X線の取り込み幅を開放状態で測定するため、空気散乱によって低角側のバックグラウンドが上昇しやすい。そのため、後述する小角X線散乱測定やX線反射率測定などでは、検出面の位置の情報を無くし、検出面の前にある受光スリットを絞る0次元スキャンで測定を行う。

4 X線回折法で分かること

得られた回折パターンは結晶構造に由来する。被検試料の回折パターンと既知物質の回折パターンを比較し、被検試料の回折パターンの中に既知物質の回折パターンが含まれていれば、その物質が試料中に含有していると判定できる。既知物質の回折パターンは通常、データベースが使用される。広く使われているデータベースとしてInternational Centre for Diffraction Data (ICDD)から販売されているPowder Diffraction File (PDF), Crystallography Open Database (COD)²⁾などがある。X線回折法では化学組成が全く同じであっても、結晶構造

が異なる物質（多形）を見分けることができる。先に述べた結晶質シリカ（ SiO_2 ）であるクォーツ、クリストバライト、トリジマイト、また、ルチルとアナターゼ（ TiO_2 ）などが多形の例として挙げられる。

同定した結晶相の含有率（wt%）の算出も可能である。手法としては標準試料を使用した検量線法、RIR法³⁾、Whole Powder Pattern Fitting (WPPF)法³⁾がある。RIR法は、RIR (reference intensity ratio) 値という50 wt%がコランダム ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)、もう50 wt%が着目物質の混合物とした場合の各相での最強線の積分強度比である。各結晶相由来の回折ピーク1本から定量が可能である。Whole powder pattern fitting (WPPF)法は比較的広い範囲の回折パターンを取得し、格子定数、空間群、データベースの回折パターンもしくは原子位置や占有率などの結晶構造情報から計算プロファイルを算出し、最小二乗法でパラメータを精密化する。精密化されるパラメータの中に各相の尺度因子があり、その値を基に各相の含有率が算出される。RIR法とWPPF法は検量線を必要とせず、各相の合計が100%となるように計算される。X線回折法での結晶相の定量限界値は、主成分の元素構成に影響するがおよそ0.1%であり、蛍光X線分析と比べて大きい。

回折ピークの幅は、結晶子（粒子を構成する最小の単結晶）が小さくなると広がる。逆にこの現象を利用して、回折ピークの幅から結晶子サイズの算出が可能である。Scherrer法は回折ピーク1本から結晶子サイズを簡便に算出できる手法である。一方、結晶の面間隔のばらつきを格子歪と言い、格子歪も回折ピーク幅が広がる要因になる。Scherrer法は格子歪が無いと仮定しているため、格子歪の有無に留意する必要がある。WPPF法で計算プロファイルを算出する際にFundamental Parameter (FP)⁴⁾法を用いると、結晶子サイズと併せて格子歪の値も算出でき、さらに結晶子の異方性も考慮できる。通常的手法で算出できる結晶子サイズの最大値は約100 nmである。

格子定数は結晶構造の基本パラメータで、結晶の繰り返し単位である単位格子の各軸の長さa, b, cと、軸間の角度 α , β , γ の六つのパラメータを指す。結晶子サイズと同様に、物性変化の原因を把握するためなどに使用される。算出法としては、結晶子サイズと同様に、WPPF法で行うことが多く、 2θ 原点のずれや試料の偏心などを考慮した角度補正も行うことができる。定量、結晶子サイズ、格子定数を1回のフィッティングで求めることも可能である。

5 X線回折装置で分かること（回折以外）

照射したX線と試料の相互作用として、回折以外の現象は散漫散乱と全反射がある。

散漫散乱は試料中の粒子もしくは空孔によってX線

の向きが僅かに変わることを指す。X線の波長自体は変化しない。したがって、散漫散乱を検出するために 2θ : $0\sim 10^\circ$ 程度の小角領域を測定する。粒子径・空隙径が大きいと低角側で散乱強度が高くなり、粒子径・空隙径が小さいと高角側まで散乱が続くパターンになる。また、粒子径の分布が狭いとフリンジと呼ばれる周期を持った散乱パターンが得られる。粒子の組成・密度・サイズ・形状を基に計算パターンを算出し、WPPF法と同様に最小二乗法でパラメータを精密化して、粒子径・空隙径とその分布を算出する。この手法を小角X線散乱法 (small angle x-ray scattering, SAXS) と呼んでいる。解析できる粒子・空隙径の範囲はおよそ1~1000 nmである。

全反射は、試料表面に対して特に 1° 以下で入射した時に試料表面でほぼすべてのX線が反射する現象である。試料最表層の密度によって全反射を起こす臨界角が決まり、入射角がその角度を超えると試料にX線が侵入し、指数関数的に全反射強度が減衰する。薄膜試料の場合、膜同士や基板と膜の界面でも反射し、それらが干渉してフリンジ状パターンが得られる。全反射臨界角、フリンジの周期、高角度側での全反射強度の減衰の程度から、基板上薄膜試料の膜密度、膜厚、ラフネスを評価することができる。解析できる膜厚の範囲はおよそ1~1000 nmで、この解析法をX線反射率法と呼んでいる⁵⁾。

6 まとめ

X線回折法は今までは研究開発寄りの場面で多く使用されてきた。最近では、製品の品質管理の目的で、回折ピークの幅、強度比などを定められた条件で測定し、自動で解析・出力して値を管理する運用の仕方も増えてきている。今後は自動測定・解析機能を用いた計測器としての使われ方が一層増えると思われる。

文 献

- 1) 石掛雄大, 市川慎太郎, 栗崎 敏: *Adv. X-ray. Chem. Anal., Japan*, **52**, 207 (2021).
- 2) S. Gražulis, D. Chateigner, R. T. Downs, A. F. T. Yokochi, M. Quirós, L. Lutterotti, E. Manakova, J. Butkus, P. Moeck, A. Le Bail: *J. Appl. Cryst.*, **42**, 726 (2009).
- 3) 中井 泉, 泉富士夫: “粉末X線解析の実際”, 第3版, (2021), (朝倉書店).
- 4) R. W. Cheary, A. Coelho: *J. Appl. Cryst.*, **25**, 109 (1992).
- 5) 桜井健次: “新版 X線反射率法入門”, (2018), (講談社).

[株式会社リガク 長尾 圭悟]