

## 2. 化学分析手法としての粉末X線回折法

2006年に国際回折データセンター (International Centre for Diffraction Data; ICDD) が実施した顧客調査では、ICDD データベース利用者のうち95%が、物質の**同定**と**定性分析**を目的として粉末X線回折法を利用すると言う結果が示された (Fawcett *et al.*, [2009](#))。粉末X線回折法の他の用途には、**定量分析**、**結晶化度評価**、**結晶粒径評価**、**多形スクリーニング**、**結晶構造解析**などがあるが、それぞれ利用率は20–30%であった。また、やや特殊な装置あるいはアタッチメントが必要とされるが、構造材料の**残留歪み** (残留応力) 評価の目的で用いられる場合もある。ICDDの調査は、対象がデータベース利用者に限定されているために、結果に偏りが現れた面もあると考えられるが、実用的には物質の同定・定性分析が粉末X線回折法の最も重要な用途であると考えて良いであろう。

粉末X線回折法における**同定**とは、「この物質がどの物質と同じ物質か」を知ることである。もし既知の原料・プロセスに従って物質を合成したとしても、本当に目的の物質が合成されたかを確かめるためには粉末X線回折測定が実施される。材料を製造する民間企業では、製品の品質管理のためだけでなく、天然鉱物など原料物質の分析の目的でも、中間製品 (= 中間原料) の評価の目的でも、粉末X線回折法が利用される。

粉末X線回折法を用いる場合、**定性分析**は混合物中の副成分あるいは不純物を同定することを意味し、同定と定性分析に大きな意味の違いはない。原子吸光分析やICP分析、蛍光X線分析、電子顕微鏡を利用したエネルギー分散型X線分光分析EDX/EDSなど「**元素の組成**」に関する定性・定量分析のために有効な手法は多い。一方で、「**物質の組成**」に関する分析を目的とした場合、現時点では粉末X線回折法がほぼ唯一の実用的な手法である。

例えば、炭素の同素体であるグラファイトとダイヤモンド、フラーレン、カーボンナノチューブという異なる物質を元素分析では区別することができないが、X線回折を用いればそれらを区別することができる。粉末X線回折法による定性・定量分析は、どのような物質が含まれているか・どのような割合で含まれているかを意味し、元素分析における定性・定量分析とは意味が異なる。

粉末X線回折法による**定量分析**も広く用いられているが、試料調製や装置・測定条件の選択、結果の解釈などの面で注意すべき点が多い。これらのことについては以降の章で述べる。

物質中の構造を調べる方法という点で、X線回折測定と透過型電子顕微鏡観察には似た面があるが、透過型電子顕微鏡が局所的な結晶構造や組織を観察するために有効であるのに対して、粉末X線回折測定では試料全体の平均的な構造に関する定量性の高い情報を比較的簡便かつ確実に得やすい利点がある。

## 参考文献 2

Fawcett, T., Crowder, C., Needham, F. (2009). “Effective use of the Powder Diffraction File,” *Pharmaceutical Powder X-ray diffraction Symposium (PPXRD-8)*, Glasgow, Scotland, U.K.