

2022 年 7 月 21 日
大学連携研究設備ネットワーク

粉末 X 線回折初歩講習会報告書

【概要】 令和 4 年度大学連携研究設備ネットワークにおける初歩講習会として「粉末 X 線回折初歩講習会」を開催した。化合物の相同定、構造解析に不可欠な手法である X 線回折実験、特に結晶性の無機固体物質（粉末）を対象とした測定の初歩を解説した。原理等の説明は最小限にとどめ、実際の測定における注意点やちょっとしたコツ、データの扱いかたを紹介した。

【開催日時】 2022 年 7 月 8 日(金)、13 時～14 時 20 分

【場所】 WEB ミーティング(ZOOM)

【講師】 竹入 史隆（分子科学研究所 助教）

【参加対象者】 粉末 X 線回折装置使用者および、今後使用する予定のある方。

【参加申し込み者数】 66 名 参加者数 40 名

【主催】 大学連携研究設備ネットワーク

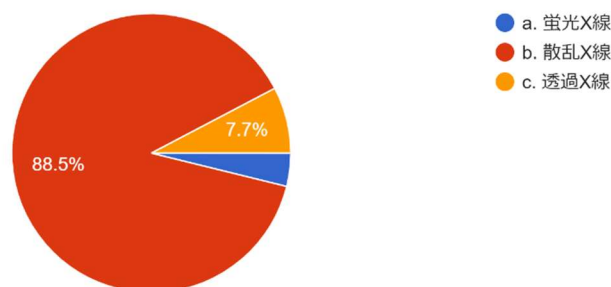
【開催内容】 大学連携研究設備ネットワークホームページに、講習会スライドを掲載。

【アンケート】 回答数 26 名

5 問の正答率 89%

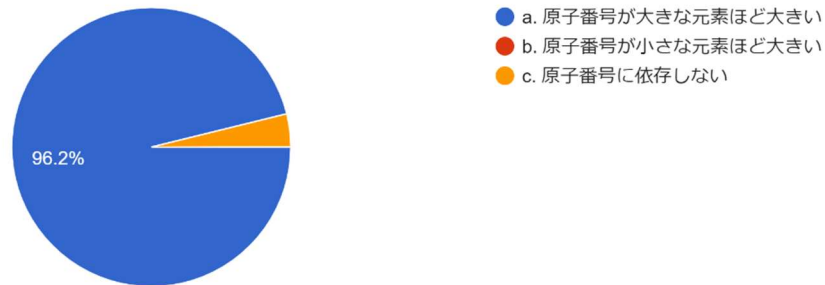
1. X線回折(XRD)と最も関連の深いものは次のどれか？

26 件の回答



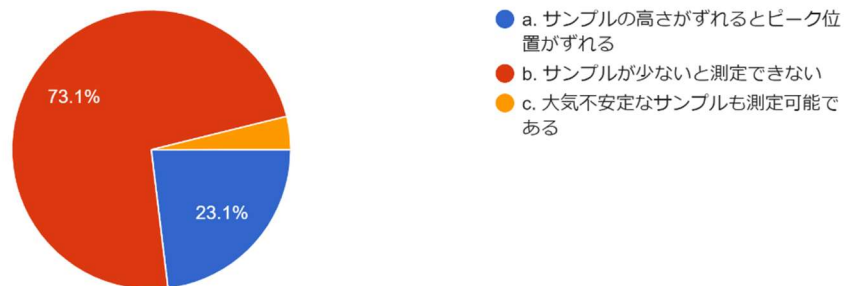
2. 原子散乱因子について正しいものはどれか？

26 件の回答



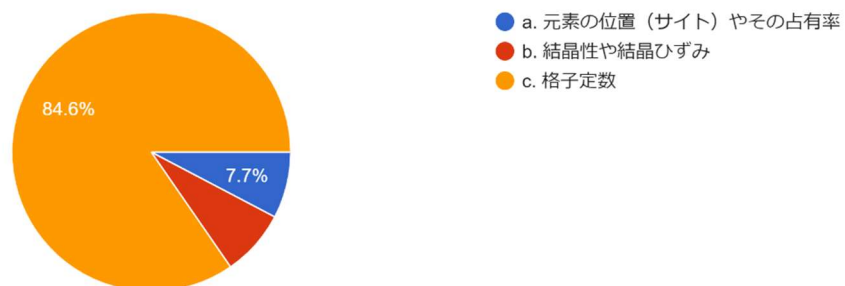
3. 粉末X線回折実験について間違っているものはどれか？

26 件の回答



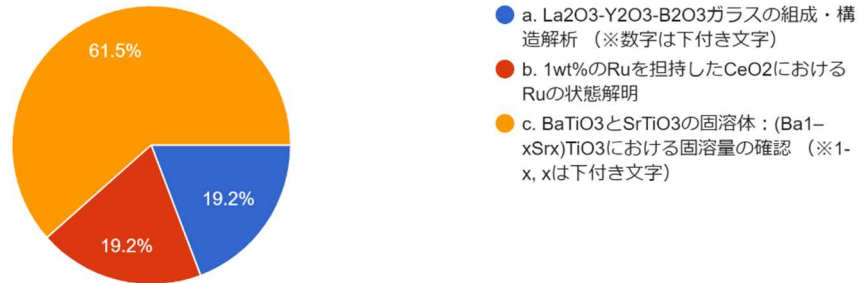
4. X線回折データにおけるピーク位置（2θの値）は測定対象の何に大きく依存するか？

26 件の回答



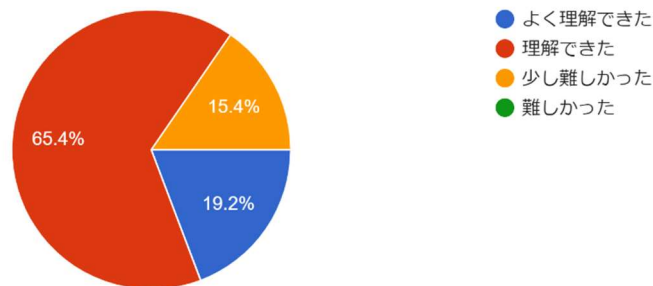
5. X線回折による分析が適していると考えられる用途はどれか？

26 件の回答



講習会の内容について

26 件の回答



よく理解できた 5 名、理解できた 17 名 合計 22 名

少し難しかった 4 名、難しかった 0 名 合計名 4

コメント 7 件

- ユーザーが何に気をつけているのか非常に分かりやすかったです。ありがとうございました。
- リートベルトの計算過程など途中の様子、計算アプローチの仕方にも興味あります・小角 X 線散乱の基礎についても是非お願いしたいと思います・放射光施設で取得したデータの処理の仕方（通常危機とは異なる点について）特に興味があります
- 非常に分かりやすく、かつ実際の研究に応用できる講習でした。ありがとうございました。内容が被っても構いませんので、定期的を開催頂けると助かります
- 平易な説明で分かりやすかったです。XRD はいろいろ応用があると思いますが、定性分析よりさらに踏み込んだ測定方法・測定事例について知りたいと考えています。固溶量の話など今回勉強になりました。

- 本日はありがとうございました。特に、電子散乱因子の特徴を生かして格子定数による固溶量の線形的な変化の追跡に活用されている例がとても面白かったです。私は熱分解で発光を示す有機結晶について結晶内反応の評価をしており、その一環でXRD 追跡による評価として格子定数による評価を始めていたのですが、初心者で手探り状態だったため、有用性が知れてとてもありがたかったです。
- 全自動元素分析計等、希望
- サンプルの高さ調整する際にスライドガラスを押し付けると、結晶構造が変わる・スライドガラスの構造が転写される、となどといったことはありますか？左記主張を学生に教える教員がおり、高さ調整をしないまま測定する研究室があり困惑しております（私はきっちり高さ調整しております）。

→ 講演では言及しませんでした、下記のような試料ではスライドガラスの押し付けが問題になる可能性があります。

(1) 配向性の強いもの(層状化合物など)。試料のセッティングによってピーク強度比が変わる場合がある。たとえば(00 λ)のピークだけ強くなるなど。

(2) すりつぶすなどの機械的刺激で構造が変わるもの。メカノクロミズムを示す分子などがこれに相当する。無機結晶(セラミックス)ではほとんど無い。

以上のような理由で高さ調節が難しい場合は、Si などの標準物質を添加することでピークのズレを補正する必要があるかもしれません(格子定数を求めたい時など)。

なお、大雑把に何ができたかを確認するだけであれば多少の高さズレを気にしないという考え方もあるのかもしれませんが。ただ、そのようなお試し実験的なケースでは試料に複数の相が含まれることが多いので、定性分析(サーチマッチ)の精度という観点からも可能な限り高さ調整はすべきだと思います。

※ 講習会のスライドは、設備ネットワーク人材育成情報-資料にアップしています。

-以上-