2023 年 11 月 2 日
分子科学研究所

粉末 X 線回折講習会報告書

【概要】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）を対象とした測定方法について解説を行った。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。【初級～中級】

【開催日時】 2023 年 10 月 26 日(木)、15:00～16:30

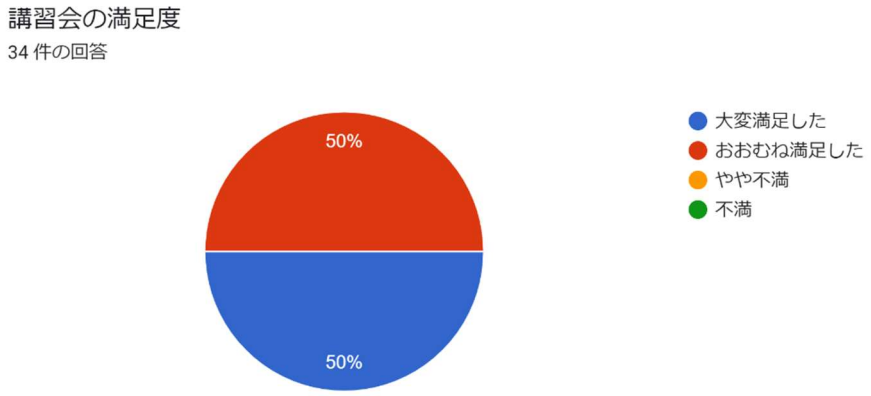
【場所】 WEB ミーティング(ZOOM)

【講師】 丹野健徳　（東北大学）

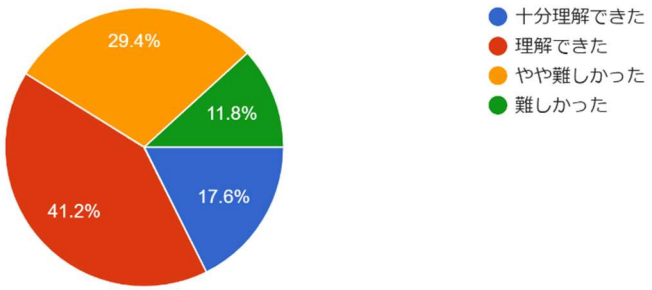
【参加対象者】粉末 X 線回折装置使用者および、今後使用する予定のある方。

【参加者数】50 名

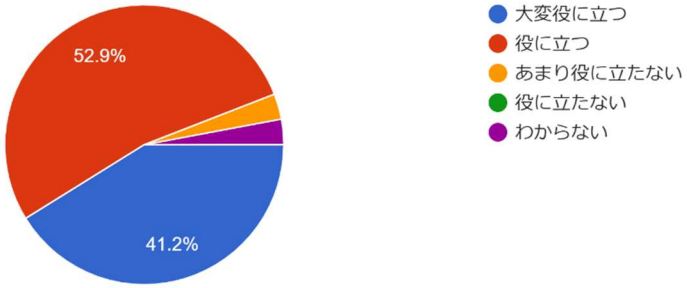
【アンケート】回答数　34



講習会のレベルはいかがでしたか
34 件の回答



今回の講習会は今後の業務に役に立つでしょうか
34 件の回答



● 今回の講習会の感想、改善点、良かった点、質問等

- サンプルの調製や DS、RS の選択方法など、直ぐに改善できる事を多く知れたのが良かったです。
- 試料の乗せ方など
- 初心者としての参加でしたが、大変内容が濃く勉強になりました。ビデオを年度末に挙げてくださるとのことでしたが、また見返して勉強させていただこうと考えています。
- 実際にまだ使用したことがないので、具体的なイメージがつかめてよかったと思います。
- 実際に装置を使っている方ならではのサンプル調整時の注意点・対処法を紹介していただけた部分が参考になりました。
- 思っていた以上に内容が濃く深かったです。（かなりの勉強不足を感じました）
- 装置や測定条件に関する内容を幅広く網羅されていてよかったですが、ボリュームが大きかったので内容を絞っての講習もありかと思いました。例えば質問にも出ていた連続測定、定時計数測定、定計数測定についてデータを比較してみるなど、測定条件にフォーカスした内容など。

- とても勉強になりましたので、ありがとうございました。可能であれば、PDF でよろしいので、講演資料をいただけますでしょうか？
- 特になし
- 原理から測定、解析の方法や注意点まで幅広く教えて頂き大変参考になりました。今回の内容を再度見返してみたいですので、年度末の HP へのアップを期待しております。この度は受講させて頂き、ありがとうございました。
- 試料準備、装置設定、測定モードなど今後測定を行う事を考慮した講習会の構成になっていて、計算式など程よい程度に提示されていたので講習会に参加していてあまり難しさを感じることが無く、入り込みやすかったと思います。
- なし
- 各スリットの意味やパラメータの設定検討の理由など、知らなかった内容が多く、参考となった。
- 粉末Ｘ線はあまり担当してこなかったので、知識が得られてよかった。
- 粉末 X 線回折について、これまで知らなかった知見を得ることができました。
- 実践で役立つ情報がたくさんあり非常に参考になった。しかしながら自分の知識が足りず十分に理解できなかったので、勉強し直してからオンデマンドを視聴したい。
- 大変勉強になりました。教科書を読んでいる際にあまり重要と思わなかった点が、実は重要であるなど気づかされました。終わりにシェラーの式について質問させていただきましたが、ピークによって値のばらつきが大きすぎてどれが正しいのだろうという疑問から質問いたしました。あまり使われていないということにも納得できました。結晶子サイズを求める方法について、もしおすすめの方法などございましたら、教えていただけますと幸いです。

  →シェラー式の前提条件として、以下の項目がある。

  １．ひずみによる回折線幅の広がりが無視できる。

  ２．装置による線幅の広がりがあらかじめ差し引かれていると仮定。

  この他にもピーク形状をガウス関数・ローレンツ関数・フォート関数でフィッティングするなどによってもシェラー定数が異なる。

  装置に起因する広がり（アンブレラ効果など）は回折角度に依存するものが多い。アンブレラ効果は低角度ほど影響が大きく、ソーラースリットの使用で抑えられる。

  また、回折角度は高角度側ほど高分解能で測定できる。これらのことから、シェラー式は高角度の回折ピークに対して適応するのが望ましい。

  ２の装置による線幅の広がりを求める方法として、標準試料を利用したり、計算で導出したりする方法がある。

  「粉末Ｘ線解析の実際」に詳しい記述があるので参照してほしい。

  同じ装置、同じ設定条件、同じピーク位置で結晶子サイズの大小を比較する分には、シェラー式でも十分な場合も多くあるし、シェラー式の他にも Williamson-Hall 法や

FP 法による計算もあるので、これらの利用も検討してほしい。

- もっとわかりやすくお願いしたい
- これまでの初歩的なセミナーに比べ、かなり踏み込んだ内容について扱っていただき新しい学びが多くありました。
- 細かい条件の決め方やメノウ乳鉢の洗浄まで教えていただけて勉強になりました. 定時計数測定（ステップ測定と同義でしょうか？）などの使い所も知れてよかったです.
  →定時計数測定はステップ測定と同義です。

- データベースの注意点が特によかったです.
- 実用的な情報をたくさん盛り込んでくださりよかったです。質問なのですが、連続測定と定時計数測定を 1 点にかける時間を同じにして行ったとき、両者を比較するとどのような違いがあるのでしょうか。連続測定のほうが少しなまったかんじにもなるような気もしますが、比較しても違いがわからないくらいの小さな差しかないという気もします（特に長時間測定においては）。
  →実際に測定してみたところ、プロファイルには大きな違いはなかった。ただし、装置や分解能などの条件によっても異なる可能性があるので、実際に自身の装置で確認してもらいたい。
  一般には、定時計数測定に対して連続測定でのピーク位置がズレる場合がある。また、定時計数測定では角度の移動・停止があるため、同じ計数時間換算でもより連続測定より時間がかかる。さらに、定時計数測定の場合はスキャン速度を速くしようとすると、ステップ幅を大きくしなければならず、その影響でピークが上手く測定できなくなる。
  装置制御に関する問題もあると考えられる。制御に関してあまり詳しくはないし、XRD 装置にもよると思うが、連続測定の場合は測定中の位置はフィードバック制御しておらず、定時計数測定の場合は角度の移動ごとにフィードバック制御しているため、たとえ長い時間をかけて測定しても測定点の角度位置の正確さが異なってくる。また、連続測定の場合は移動している間の回折 X 線強度の平均値となる点も異なる。そのため、目的に応じて定性分析では連続測定、解析では定時計数測定を推奨する。

- 基礎が勉強できて良かった
- スクリーンショット禁止ということで、セミナー中はできるだけ記録をとるようにしましたが、やはり内容復習のため紙媒体の資料が手元にあればと思いました。
- 途中までしか参加できず。録画データの提供は可能でしょうか？
- 良かった点：試料準備・調整の注意点や装置設定の注意点等が具体的なところ。参考文献等の紹介。

改善点？：メモを取るのが少し大変だったのでできれば配布資料がほしいかなとは思いました。ただ、後日動画を公開していただけるとのことですのでそれほど問題にはならないです。

- XRD の原理から使用上の注意まで教えていただき，理解することができました.
- CIF ファイルから出力した XRD パターンと自分の実験の XRD パターンでは強度比が異なる場合か多々あります。これは装置のタイプ（ブラッグブレンターノ型、デバイシェラー型）が違うからだと思うのですが、どのようにすればピーク強度比を補正できるのでしょうか。

  →CIF ファイルから出力される XRD パターンは、試料が完全にランダムな場合のパターンになる。実測した XRD パターンの場合は、試料の異方性、試料の原子位置のずれなどの影響でピーク強度が異なる。

  まず、実測のパターンを CIF からのパターンに近づけるには、試料調整を丁寧に行うか、キャピラリーの使用、試料を回転させながらの測定など、異方性を下げる工夫が必要になる。

  次に、CIF からのパターンを実測のパターンに近づけるのは、リートベルト法などによる結晶構造解析を行うことと同義となる。結晶構造解析字に光学系の情報や異方性などの配向の情報を入力して解析することで実施できる。

- 試料調整の方法や、測定への影響など具体的なお話が聞けて良かった
- 今回は外出先より視聴させていただいたため、メモを取ることができませんでしたので、録画配信もしくは資料配布がありますと幸いです
- データ検索に関して普段 QM ぐらいしか気にしていなかったので、測定条件や信頼性について細かくみるべき点について知ることができとても参考になりました。
- 基礎を押さえつつ、プラスアルファの内容も有り、初級者に非常に良い内容でした。別途、Youtube で視聴可能となりますが、スライドを頂ければ非常にありがたいです。
- 測定の際のサンプルの作り方のコツや注意点が分かり、大変勉強になった。
- 粉末のサンプルを用いる際に乳鉢乳棒で細かくした方が良いとの話でしたが、そのラインは、目視での確認で良いのでしょうか。何か確認方法等ございましたら、伺いたく存じます。

  →サンプルをメノウ乳鉢で粉砕する際の目安は、目視というよりすりつぶすときの感覚的な部分が大きい。私の場合は、滑らかにすりつぶせて、乳鉢に試料がこびりつきだすのを目安にしている。すりつぶす際にジャリジャリと感じたり、試料ホルダーに充填した際に引っかかる感じたりする場合は不十分である。

  感覚以外で確認する場合には、実際に試料ホルダーに充填してみてから、試料ホルダーを立てる・逆さまにするなどして、粉末が落ちなければ目安になるかと思う。

  また、光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡で実際に粉末を観察してみることや、実際に

XRD を測定してパターンを確認するのも方法かと思う。

- 初歩から少し踏み込んだ内容だけでなく、実用的な内容もあって、とてもためになりました。普段は装置の使い方を伝えるだけになっているので、改めて測定についての知識を持っておいたほうが良いのだな、と思いました。

● 今後 X 線回折の講習会で、どのような内容を希望されますか？

- 薄膜 X 線回折法について
- 装置の動かし方の基礎
- 実際の分析例から、結果を得るための装置の選択、方法、データの解析までの一連の考え方、ノウハウがわかると実践的に大変助かります。
- 実際の装置を使用して、装置実習のような講習会があれば受講してみたいと思います。
- Rietveld 法を用いた解析の実演
- 今回の内容を消化したいので、先の内容までは現時点では思いつきません。
- 測定や解析の実演
- 特にありません
- 次回開催とのことですが、薄膜や応力測定などの実用的な講義
- 薄膜試料の膜構造や膜厚評価について、測定方法から解析まで一通り知りたいです。
- 解析ソフトウェアをインストールして解析（例えば、格子定数の精密化）等を行うまでの簡単な実習形式の講習会
- なし
- データー解析のいろはについて
- Ｘ線残留応力測定の業務に携わっているので、応力測定の内容を希望します。
- まだ一般に広めるには難しい技術かもしれませんが、結晶スポンジ法による単結晶 X 線回折に興味があります
- 再度、基礎編の講習
- 予告にもありましたが薄膜の測定に興味があります(逆格子マッピングや極点図、インプレーン等)
- 単結晶の X 線回折のわかりやすい講習会
- ハードウェアについて学ぶことが少ないので講習いただけるとありがたいです。
- 薄膜 X 線回折の講習. 装置のセッティングや解析について, 粉末 XRD との違いなど.
- リードベルト法．計算化学をやっているので.
- 粉末 X 線回折の経験しかない者が理解できる、単結晶の X 線回折の入門講座を希望します。
- 有機物の粉末 X 線回折，有機小分子の単結晶 X 線回折の解析（ディスオーダー，溶媒含有結晶）

- 論文の中で粉末 X 線回折装置がどのような使われ方をしているのか、実例をいくつか紹介しているセミナーを希望します。
- 薄膜
- 薄膜 X 線の講習も予定しているとのことでしたので受講を考えています。
- VESTA・rietan と測定した複雑なピークの比較を教えていただきたいと思います.
- 未知の物質の構造を推定する方法
- 定量分析の手法、今回の講習会で少し紹介されていた FP 法についてもう少し詳しくお聞きしたいです
- 小角 X 線散乱測定
- RIR 法、WPPF 法、Rietveld 法等を用いた相分率算出、結晶構造解析
- 測定後の分析の仕方および考察方法
- 技術職員が知っておくと良い知識
  逆格子マッピング

● X 線回折以外で希望される講習会がありましたら記入ください。

- XRF
- 原子間力顕微鏡についての基礎講習
- EBSD による測定・解析
- FT-IR、ラマン分光、ICP 発光分光分析の実践編を希望します。
- 熱分析関係の中級レベル講習
- 熱分析(DSC,TG), 元素分析(燃焼法)はいかがでしょうか
- Spring-8 のような(大型?)共用機器の操作法など、機会がありましたら取り上げて欲しいと思っております。
- IR、ラマン、NMR、XPS などの測定についても詳しく解説していただきたいです。
- EPMA
- 熱分析(DSC,TG-DTA 等)
- SEM、WDX
- ICP の標準液やサンプル調整についての実習

-以上-