

学外研修報告

共通機器部門 共通利用機器管理班 河田 尚美

日本結晶学会講習会「粉末 X 線解析の実際 2019」受講報告

1. はじめに (目的等)

粉末 XRD は無機固体分析の有用な手法のひとつであり広く普及している。その用途は様々で、汎用的な測定と解析では結晶性物質の定性、定量分析ができ、応用的な測定と解析では条件を整えば未知物質の結晶構造解析やその結合電子に関わる情報を得ることさえできる。しかしながら、一般に XRD といえは定性分析のためだけに用いられることが多く、難易度の高さから結晶構造解析まで行い議論することは少ない。一般的な未知物質の結晶構造解析には単結晶 XRD を用いることが多いが、様々な事情によって適した単結晶が得られない場合に、粉末 XRD などの他の手段を提案する必要がある。どの程度まで代替が可能か、共通点と相違点を調査するために講習会を受講した。

2. 期間・場所

期間：平成 31 年 7 月 17 日～19 日

場所：東京工業大学 大岡山キャンパス

3. 参加者等

参加者 約 220 人 (約半数が企業からの参加者)

4. 研修内容

7/17(水) 粉末 X 線回折法の実際

X 線回折の原理、装置構成、測定条件の選択方法、X 線回折パターンの読み方について

7/18(木) リートベルト解析入門

結晶構造因子の計算、フーリエ合成、RIETAN-FP の入力ファイル、解析方法、周辺プログラムについて

7/19(金) 新しい構造解析法と未知構造の解析

指数付け、初期構造モデル導出、精密化、中性子粉末回折、イオン伝導経路、MEM、PDF について

5. まとめと感想

自身の担当している単結晶 XRD は「適切な大きさの質の良い単結晶」を用いることが非常に重要な条件の一つであるが、実際の試料は双晶であったり、微小結晶であったり、多形等との混合物であったりと問題がある場合が多々ある。そのようなときに、粉末 XRD もあわせて検討することで、それぞれの欠点を補うことができ非常に有用であると感じた。

講習会中に複数の講師から結果の妥当性について触れられた。粉末 XRD に限らず「この数値が出れば必ず正しい」などということは無く「物性や他の分析と比較し各研究者の責任において妥当性を判断して結果を発表すべき」という話には大きく頷くところであった。実際の分析の現場では、「この装置に入れば (必ず正しい) 結果が得られる」と思い込んで疑わない利用者が少なくないと感じている。分析の分業化が進めば、原理を知らなくても結果を手に行ける利用者も増えるが、誤解を招かないためにも、試料の質、前処理、測定条件、装置構成、解析手法などによって結果が大きく左右されることと、一つの分析手法だけで結果を議論することが非常に危険であることを強調して伝えていきたい。特に粉末 XRD を用いた結晶構造解析ではパラメータが増え、さらにそれらが他のパラメータと相関を持つため注意が必要である。