

粉末X線回折

主に固体試料中の結晶質成分について少量の試料で定性、定量分析が可能です。例えば、セメントの水和物やエフロレッセンスの同定、コンクリート構造物のポップアウトの原因となりうる黄鉄鉱や生石灰の有無、骨材中のアルカリシリカ反応を引き起こすような有害鉱物(クリストバライトなど)の有無、その他様々な結晶質成分の同定が迅速に行えます。

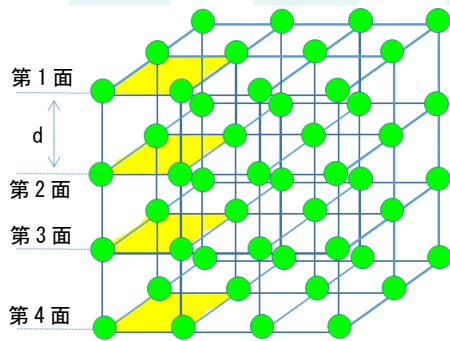
装置の原理

原子が規則正しく配列している物質に、X線管によって発生させた特性X線が入射すると、各原子の周りには電子によりX線が散乱されます。散乱したX線は干渉し合い、特定の方向で強め合います。これがX線の回折現象です。

回折されたX線の回折角とX線強度を測定することでX線回折パターンを得ることができます。回折角の位置・強度は結晶構造に特有で、回折パターンから、主に無機化合物の同定ができます。



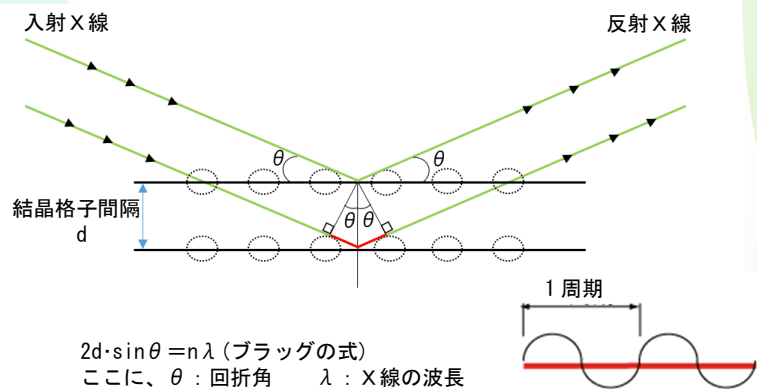
写真1 粉末X線回折装置



d: 格子面間隔

●: 原子

図1 結晶中の原子配列



$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda \text{ (ブラッグの式)}$$

ここに、 θ : 回折角 λ : X線の波長

図2 X線の干渉原理

粉末X線回折解析の流れ

実測した回折パターンと既知物質の回折パターンを比較し、試料に含有される鉱物を同定します。X線回折パターンの形状は結晶を構成する原子や分子の配列に依存するため、構造が異なれば回折角度や強度が変化します。

既知のデータとしては、ICDD(国際回折データセンター)から発表される無機化合物および有機化合物の標準パターンなどがあります。



粉末X線回折による定性分析事例

以下に粉末X線回折による定性分析事例を紹介します。

1. ローモンタイト (Laumontite) の定性分析例

ローモンタイトは乾湿繰り返しによって 1.5%程度の体積変化をする性質を持つため、骨材中に含まれるとポップアウトを生じる原因となります。ローモンタイト (Laumontite) の第一ピーク(回折ピークが最も強く現れるピーク)は回折角 9.3° に現れます。

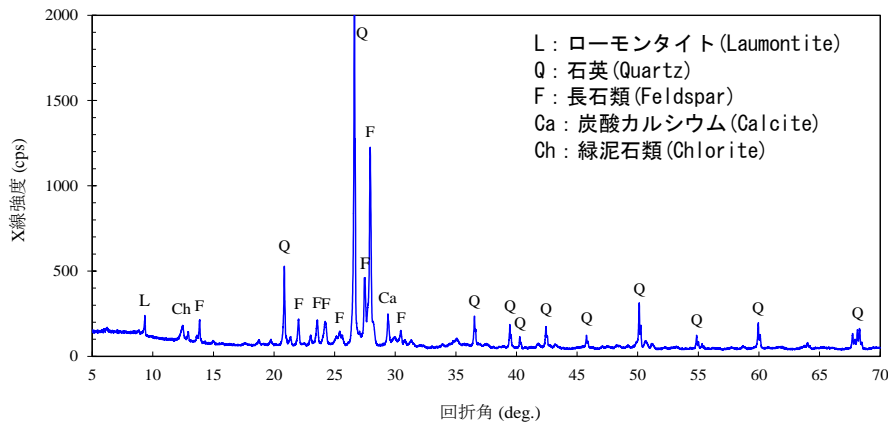


図3 ローモンタイトを含む骨材の回折パターン

2. エフロレッセンス (白華) の定性分析例

エフロレッセンスとはコンクリート中の可溶成分が水分の移動によりコンクリート表面に移動し、表面での水分の蒸発や二酸化炭素との反応によって溶解していた成分が白い結晶として析出するものを指します。

コンクリート構造物の表面にエフロレッセンスとして析出する代表的な物質として、炭酸カルシウムがあります。

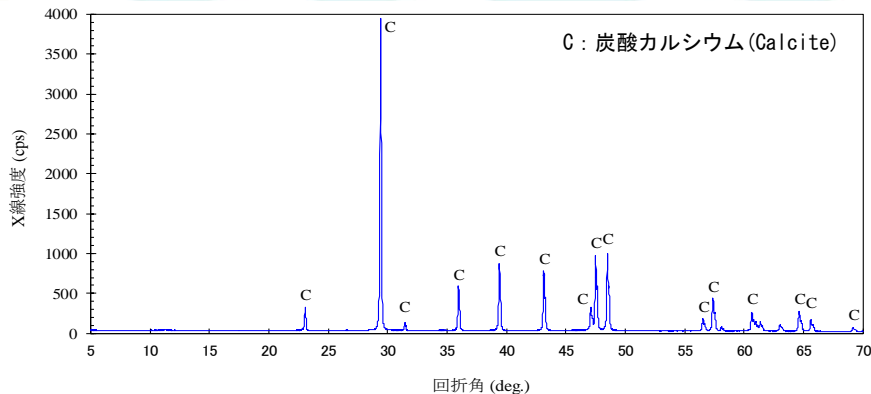


図4 エフロレッセンス(炭酸カルシウム)の回折パターン