

## 4. 測定例 - 粘土質れんが (SK34) の粉末X線回折結果 -

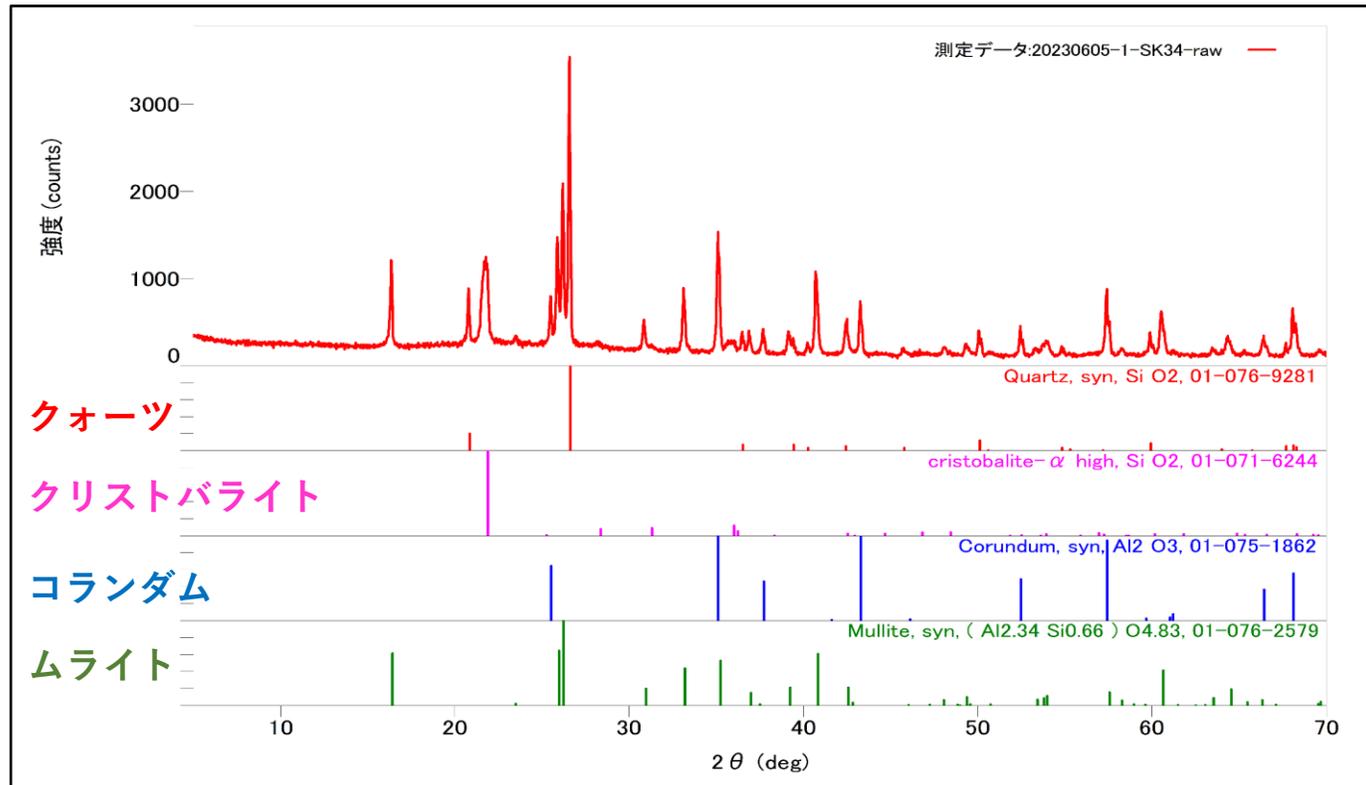


図5 粉末X線回折法によって得られた回折パターン

- クォーツとクリストバライト ( $\text{SiO}_2$ の多形)、およびコランダム ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) とムライト ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) の結晶相が同定された。  
(蛍光X線結果)  $\text{SiO}_2 = 45 \text{ mass\%}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3 = 49 \text{ mass\%}$
- 蛍光X線で微量 (1~2%) に検出された元素 (FeやTi) に関しては、粉末X線回折ピークが確認できなかった。

## 5. 正しい分析結果を得るための注意点

最強線しか確認できないような微量相の同定は困難であり、S/N比が小さくなるような質の高いデータを得る必要がある。

### 1) 試料調製

- ① 乳鉢を用い $10\mu\text{m}$ 程度まで粉砕する。

結晶粒が大きいと、回折ピーク強度がデータベースと一致しません。

- ② 試料表面が平坦になるように充填する。

表面が凹凸であると、回折ピークにシフトが起きる。

### 2) 測定条件

- ③ スキャンスピードを速くし過ぎない。

ピーク位置やピーク形状が不明瞭になる。

最強線が約3000 count 以上となるような速度にする。

- ④ ステップを小さくし過ぎない

測定点あたりの測定時間が短くなるため、計数値が小さくなる。

最もシャープなピークの半値幅の1/10位に決定する。