



ナノ粒子のXRD測定におけるシンクロトロン光とラボ機の比較

村瀬晴紀, 杉山信之
あいち産業科学技術総合センター

キーワード：ナノ粒子、XRD

1. 背景と研究目的

触媒材料などの比表面積が重要となる材料や、粒径効果を狙った材料において、ナノ粒子化が行われている。通常、結晶性の材料はX線回折(XRD)測定によって評価や分析が行われることが多いが、非常に細かい粒子においては回折線がブロードになり、再現性や解析に影響が出る。XRD測定を行う際の最適な粒子径は0.5数 μm と言われており、ナノ粒子はXRD測定にとっては、細かすぎる試料となる。本実験では、ナノ粒子のXRD測定を行うために、シンクロトロン光での測定に着目した。シンクロトロン光での測定は高輝度なX線を使用するため、ブロードなピークしか得られない試料でも、高速に、S/N比の良い測定結果を得られると考えられる。シンクロトロン光での測定と、設置の簡易さから広く出回っている卓上型のXRD装置での結果を比較した結果を報告する。

2. 実験内容

試料は、ポリマー、 TiO_2 アルコキシド等各種原料を混合し、電界紡糸により得られた酸化チタンナノファイバーを用いた。酸化チタンのナノ粒子(粒子径数nm)が繊維状に凝集した形態をとっている。

シンクロトロン光での測定では、試料は乳鉢で粉碎後、 $\phi 0.5\text{ mm}$ のホウケイ酸ガラスキャピラリに詰めて測定に用いた。測定の条件は、波長は 1 \AA 、検出器はPILATUS、測定範囲は $2\theta = 0.1 \sim 95\text{ deg}$ 、測定時間は 10 min とした。ラボ機での測定は、卓上型の装置で行った。Si無反射板の上に試料を広げ、測定を行った。測定条件は、入射光は $\text{CuK}\alpha$ 線で、検出器はシンチレーションカウンタ、測定範囲は $2\theta / \theta = 20 \sim 80\text{ deg}$ 、測定時間は 30 min とした。

3. 結果および考察

Fig.1にシンクロトロン光での測定の結果、Fig.2に卓上型装置での測定の結果を示す。入射X線のエネルギーが異なるため、角度に違いがあるが、同程度の範囲を表示した。シンクロトロン光での測定結果は、 24 deg 付近のピークの分裂が確認できるなど、十分なS/N比であると言える。卓上型装置による測定ではS/N比が悪く、シンクロトロン光で分離が出来ていた 38 deg 付近のピークがノイズに埋もれており分離が出来ていない。

ナノ粒子であることに由来するピークのブロード化は両測定ともに避けられない事であるが、S/N比の良い測定を行うことで、解析の際に有利に働くと考えられる。

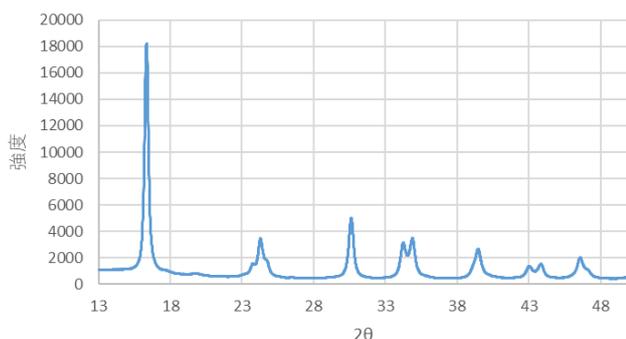


Fig. 1 シンクロトロン光での測定の結果

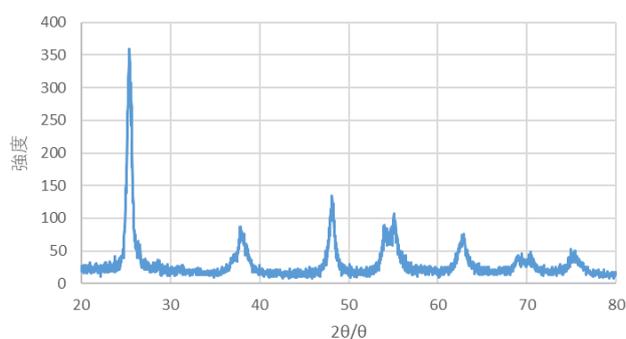


Fig. 2 卓上型装置での測定の結果