

粉末X線回折法による化学分析

名古屋工業大学 先進セラミックス研究センター

井田 隆

4. 装置の取り扱いかた

4.1 粉末X線回折装置の設置

粉末X線回折装置には高電圧電源やシンチレータなど湿気に弱い部分が含まれることもあり、空調設備の整った実験室に設置することは常識的である。また、装置の設計によるが、温度変化による熱膨張により装置の寸法が狂い、測定結果に影響を与えることがあるので、測定の間温度が一定に保たれるための工夫が必要になる場合もある。設置場所を選べるのであれば北向きの1階の部屋が良いだろう。

試料の温度が変化すれば熱膨張により格子面間隔は変化する。1°C温度が変化すれば、比較的熱膨張係数の小さいセラミックス系の物質でも $5 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-5}$ 、典型的な金属では $1 \times 10^{-5} \sim 2 \times 10^{-5}$ 、合成樹脂では $5 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-4}$ 程度の寸法変化がある。一般的な空調設備を冷房モードで用いる場合、設定温度から $\pm 2 \sim 3^\circ\text{C}$ 程度の範囲で、10~20分程度の周期で送風口付近では温度が変動するのが普通である。温度ロガー（温度の経時変化を自動記録する装置）は入手しやすくなったので、気温や装置本体、試料周辺などの温度変化を記録すると良いと思われる。