

【技術資料】気密試料ホルダーを使用した大気非暴露 XRD 測定

概要

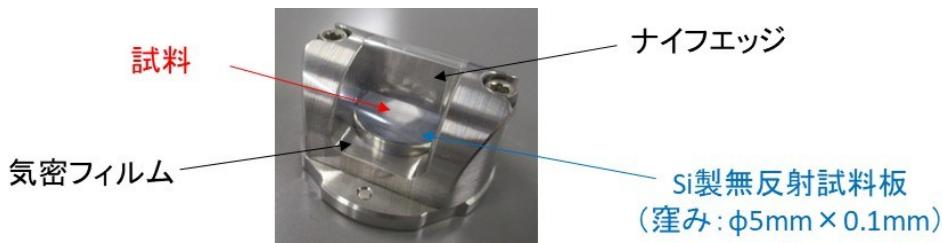
X 線回折法(XRD)は、試料の結晶状態を調べるための手法です。通常は大気下で測定を行いますが、水分や酸素等の影響を受け易い試料については、気密試料ホルダーを使用して大気非暴露下の測定が必要です。

本技術資料では、高い吸湿性で知られる $ZrCl_4$ を例に、大気非暴露下と暴露後で XRD 測定した事例を紹介します。

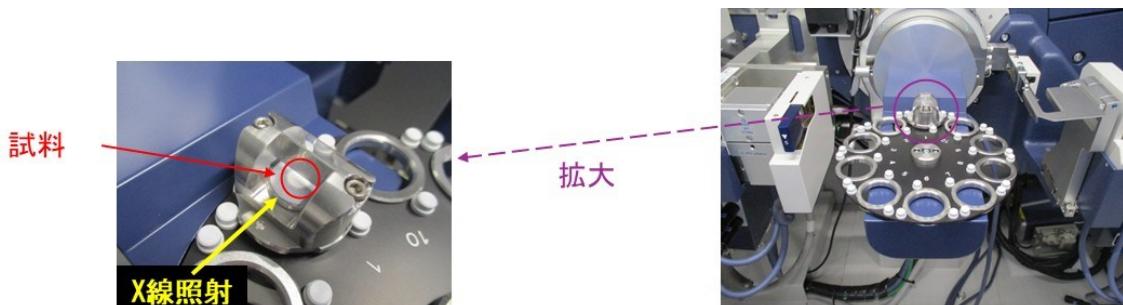
分析方法・分析装置

露点管理されたアルゴン(Ar)グローブボックス内で、 $ZrCl_4$ 試薬を開封し、気密試料ホルダー【図 1】に充填しました。その後、気密状態を保ったまま、Ar グローブボックスから取り出し、XRD 測定を行いました【図 2】。

次に、測定後の試料を大気に暴露させた後、XRD 測定を実施しました。



【図 1】気密試料ホルダー

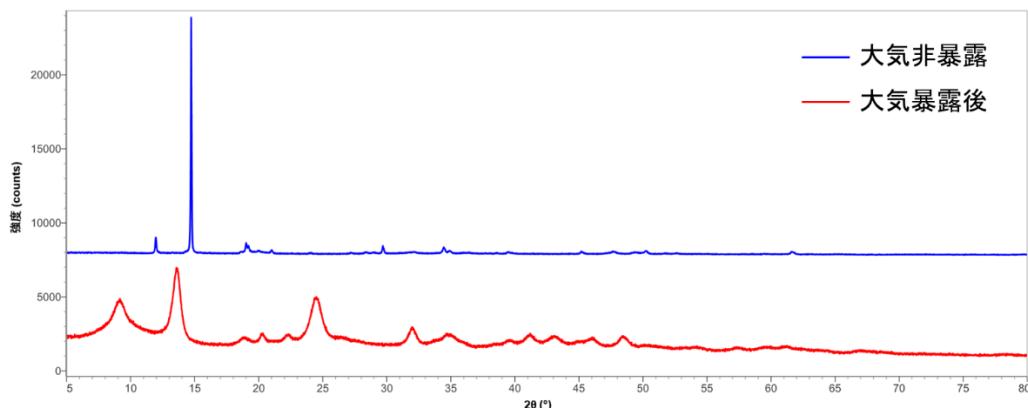


【図 2】測定時の様子

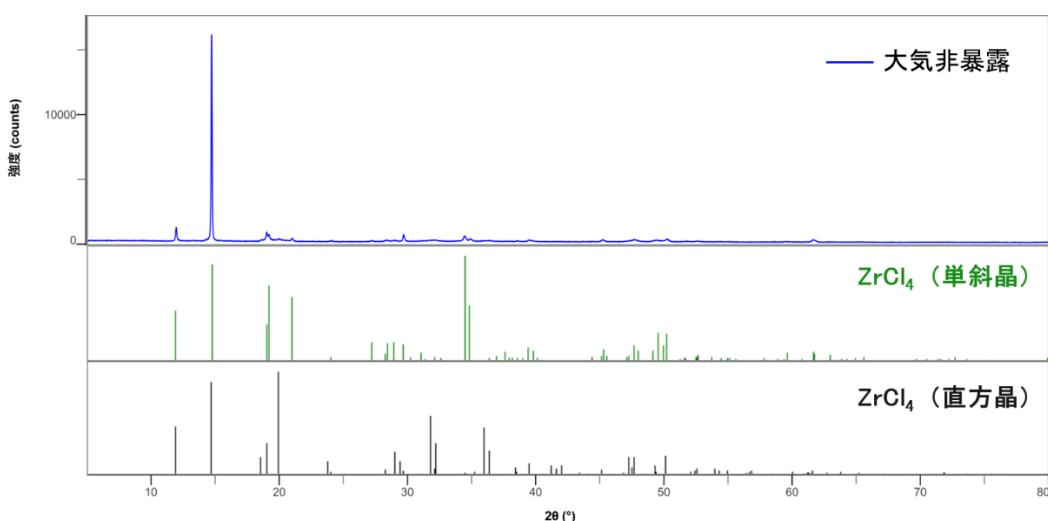
結果

大気非暴露下及び暴露後における XRD 回折パターンを【図 3】に示します。大気非暴露下の回折パターンからは単斜晶と直方晶の $ZrCl_4$ が同定されました【図 4】。一方、大気暴露後は大気中の水分により試料が変質し、 $ZrCl_4$ とは異なる成分が同定されました【図 5】。

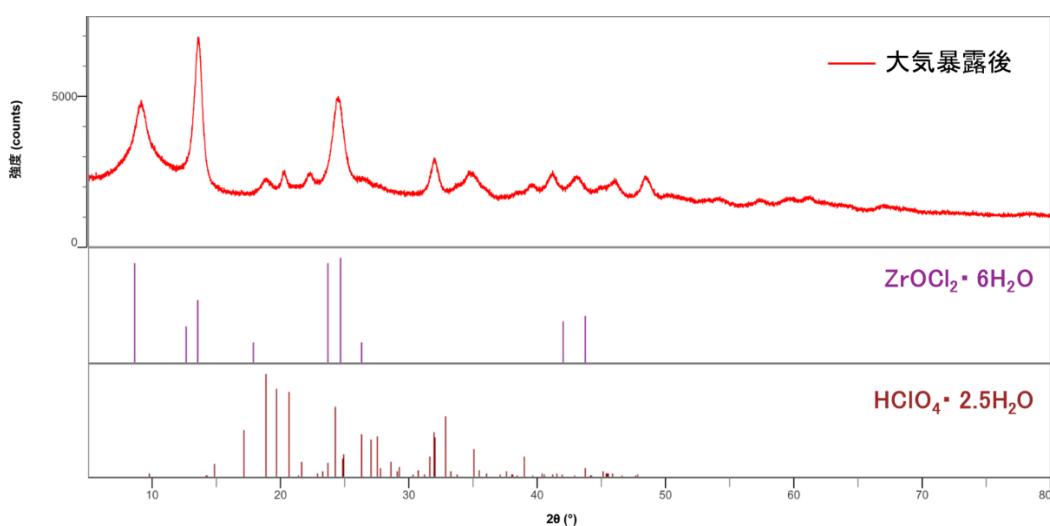
このように気密試料ホルダーを使用することで、大気下で不安定な試料の測定が可能です。



【図3】XRD回折パターン



【図4】同定結果(大気非暴露下)



【図5】同定結果(大気暴露後)

適用分野：セラミックス、ゼオライト、電池・半導体材料、その他製品等