



XII .X 線分析法



【X 線分析法の基礎】

問1 X 線分析法に関する記述のうち、正しいのはどれか。 2つ 選べ。(91 回問 24、99 回問 100)

- 1 X 線源のターゲット（対陰極）には、Cu や Mo が用いられる。
- 2 測定には、連続 X 線が通常用いられる。
- 3 波長 λ の X 線が面間隔 d の結晶に入射角 θ で入射するとき、 $2d\cos\theta = n\lambda$ がみたされる方向のみに回折像が現れる。ただし、 n は整数である。
- 4 X 線を結晶に照射すると、主にその物質中の原子核の強制振動が起こり、散乱 X 線が生じる。
- 5 結晶多形とは、同じ化学構造を持つ物質が異なる結晶構造を取りうる現象である。

【X 線結晶構造解析法、粉末 X 線回折測定法】

問1 粉末 X 線回折パターンの横軸に表されるパラメータはどれか。 1つ 選べ。(109 回問 4)

- 1 2θ 2 θ 3 $\frac{\theta}{2}$ 4 $\sqrt{\theta}$ 5 $\sin\theta$

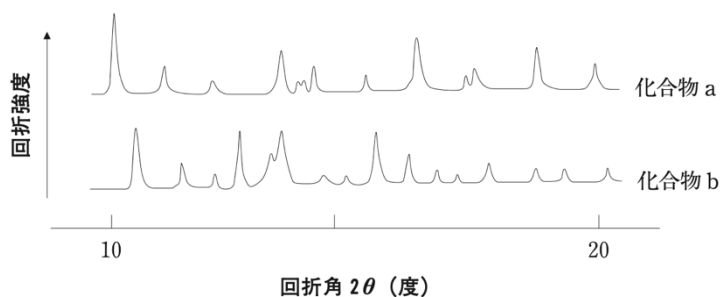
問2 X 線分析法に関する記述のうち、誤っているのはどれか。 2つ 選べ。

(93 回問 24、96 回問 25、99 回問 100)

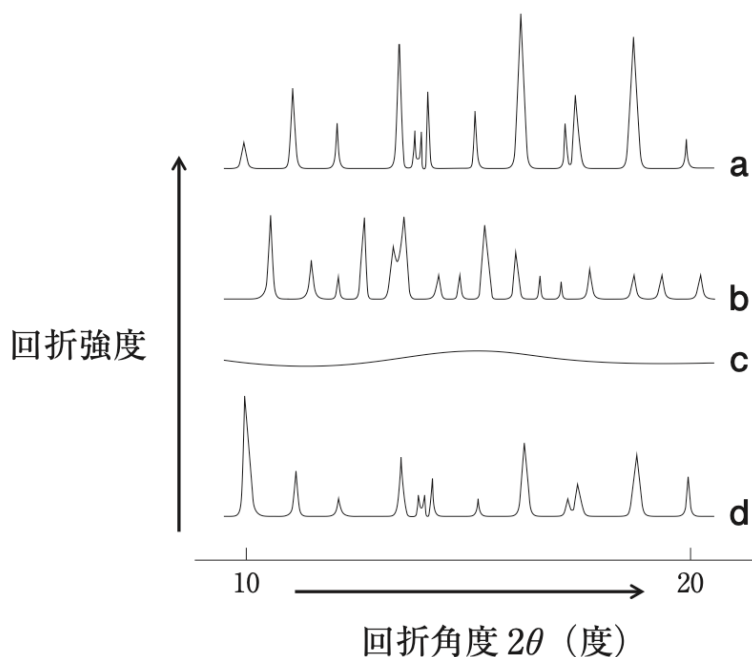
- 1 X 線結晶構造解析では、回折斑点の強度から結晶の格子定数が求められる。
- 2 粉末 X 線回折パターンは、回折角 2θ に対して回折 X 線の強度をグラフにしたもので、結晶、結晶多形及び溶媒和結晶などの同定及び判定に用いられる。
- 3 粉末 X 線回折法では、結晶構造に基づいた同心円状の回折像が得られる。
- 4 明確な構造の規則性をもたない非晶質や結晶性の著しく低下した試料の場合、その X 線回折パターンは散漫性の極大をもつハローパターンを示す。
- 5 粉末 X 線回折法で、未知化合物の立体構造が一義的に決定できる。

問3 同一化学組成の化合物 a と b の粉末 X 線回折パターンが下図のようになった。この図から推定される化合物 a と b の関係はどれか。1 つ選べ。(99 回問 54)

- 1 同一の結晶形である。
- 2 非晶質と結晶である。
- 3 結晶多形である。
- 4 粒子径が異なる。
- 5 真密度が等しい。



問4 ある固体薬物 A に粉碎や再結晶などの処理を行ったところ、下図の粉末 X 線回折パターンを示す固体 a、b、c が得られた。別の方法で再結晶を行ったところ、異なる回折パターンを示す固体 d が得られた。次の記述のうち、正しいのはどれか。2 つ選べ。ただし、粉末 X 線回折測定に必要な前処理により、薬物 A の化学変化や固体組成の変化は生じないものとする。(104 回問 173)



- 1 固体 a～d の回折パターンを比較することにより、それぞれの結晶の外観の相違を判断できる。
- 2 固体 a と固体 b の回折パターンを比較することにより、固体 a の水分量は固体 b より多いことが判断できる。
- 3 固体 a と固体 d の回折パターンから、両者の結晶の単位格子の大きさが異なっていることが判断できる。
- 4 固体 b と固体 d は、結晶多形の関係にあると判断できる。
- 5 固体 c の回折パターンから、本品の結晶性は著しく低いことが判断できる。