



## XII .X 線分析法



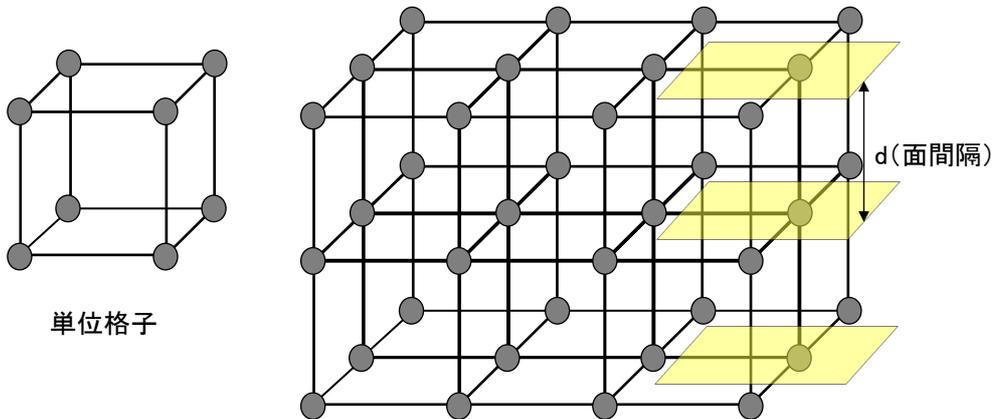
### 1 基礎

#### 1) 概要

結晶(原子が規則正しく配列している物質)に、原子の間隔と同程度の波長をもつ X 線を照射すると、その物質中の電子が強制振動させられることにより、干渉性の散乱 X 線が生じる。この現象を回折現象といい、生じた X 線(回折光)により、結晶構造の同定や分子構造が解析する。

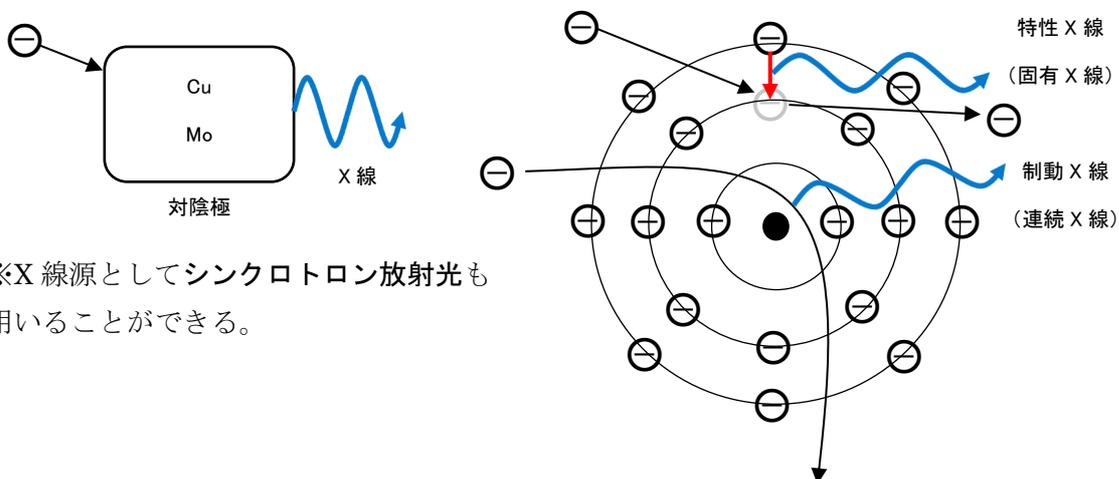
#### 2) 結晶構造

結晶性物質とは、原子が規則正しく配列している物質のことであり、三次元の立体的な格子を形成している。この格子の最小単位を単位格子といい、結晶間で単位格子が異なる結晶を結晶多形という。



#### 3) X 線の発生

X 線は、加熱により加速させた熱電子を、対陰極にある金属(Cu、Mo)に衝突させることで発生する。発生する X 線は、連続的なスペクトルを示す制動 X 線(連続 X 線)と対陰極の金属原子に固有の特性 X 線(固有 X 線)からなる。X 線分析法では、特性 X 線(固有 X 線)を用いる。



※X 線源としてシンクロトロン放射光も  
用いることができる。

#### 4) ブラッグの法則

結晶に X 線を照射するとき、以下の式（ブラッグの式）を満たすとき、回折現象が生じる。回折現象が生じたときの回折光の強さを回折強度という。

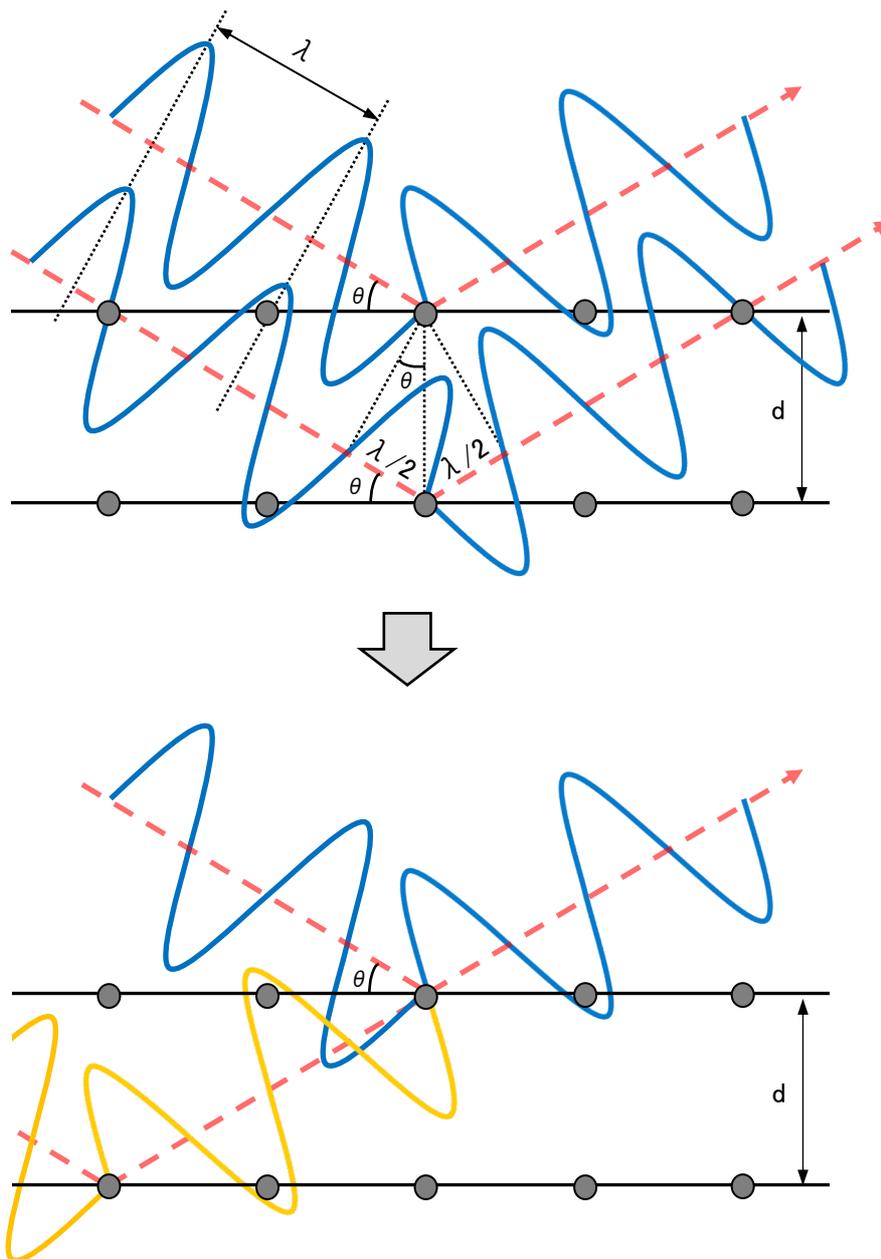
$$2d \sin \theta = n\lambda$$

$d$  : 結晶格子面の面間隔

$\theta$  : X 線の入射角及び反射角

$\lambda$  : 入射する X 線の波長

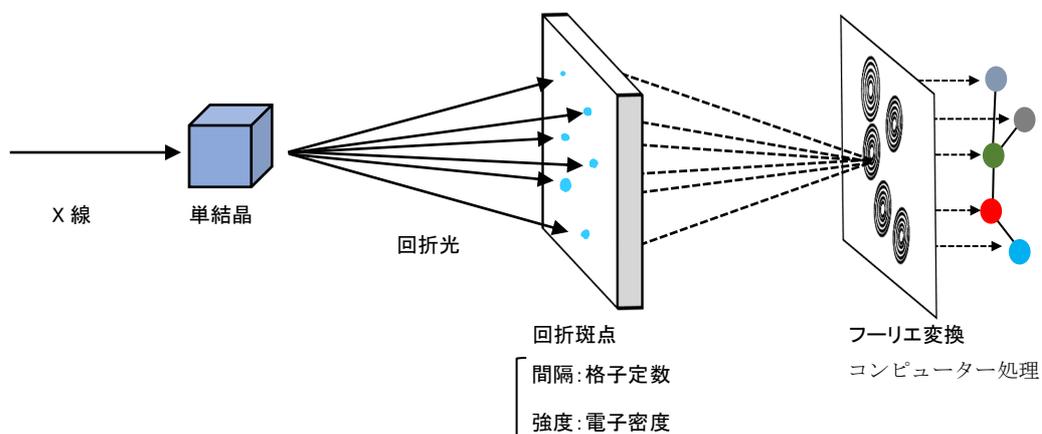
$n$  : 回折の次数（整数）



## 2 X線分析法

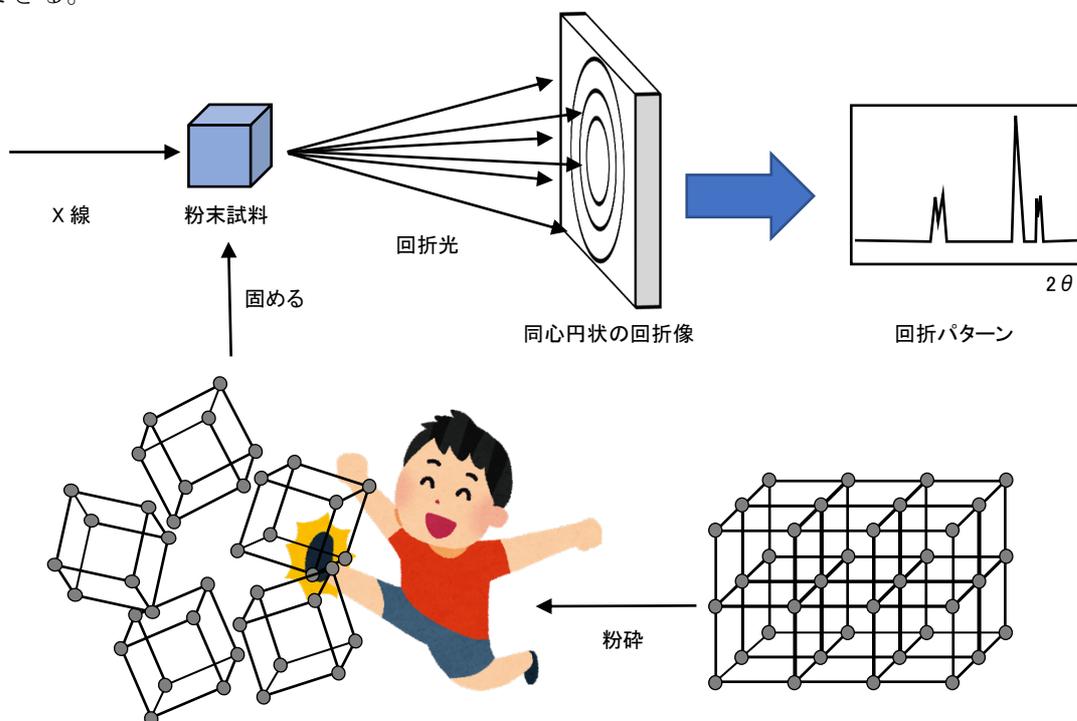
### 1) X線結晶構造解析法

X線結晶構造解析法は、一般的に単結晶を用いて得られたX線回折データから結晶構造を決定する分析法である。回折斑点の間隔より原子や分子の配列（格子定数）、回折斑点の強度より原子中の電子密度がわかる。



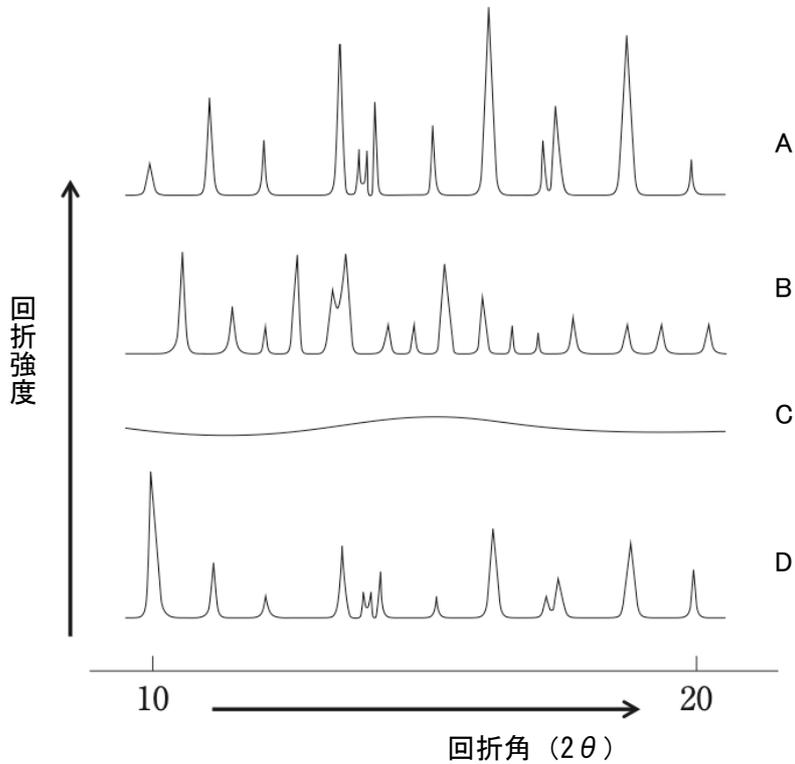
### 2) 粉末X線回折測定法

粉末X線回折測定法は、一般的に無配向化した結晶性粉末を用いて得られたX線回折データから結晶構造を決定する分析法である。結晶、結晶多形及び溶媒和結晶の同定、判定、定量などに用いることができる。



### 3) X線回折パターン

横軸に回折角 ( $2\theta$ )、縦軸に相対回折強度をとった図で表される。  
回折パターンより、未知化合物の立体構造を一義的に決定できない。



A と B は単位格子の異なる結晶（結晶多形）である。

C は規則的な分子構造を持たない非晶質（ハローパターンとなる）である。

A と D は単位格子の同じ結晶である。