

MiniFlex300/600 による結晶子サイズの算出(1)

～CeO₂ ナノ粒子～

はじめに

ナノ粒子は、物質をナノメートルオーダーの粒径に加工したものです。粒径を小さくすることで比表面積が大きくなると同時に量子サイズ効果が生じることで、バルクの状態では見られない新たな物性、特性を有します。ナノ粒子の特性はその大きさに依存することが多く、X線回折測定ではピークの幅から算出できる結晶子サイズで評価を行うことが可能です。

測定・解析例

酸化セリウム(CeO₂)は、排ガス浄化触媒の母材や透明電解質シートなどに利用される機能性酸化物ナノ粒子です。これらの性能はCeO₂ナノ粒子の粒径や結晶子の大きさに依存するので、その大きさを評価することが重要になります。

X線回折装置を用いた結晶子サイズの算出は被検試料と十分に大きな結晶子を持つ標準試料を測定し、そのピーク幅の差分から、シェラーの式を用いて算出できます。図1に被検試料であるCeO₂ナノ粒子(平均粒径10 nm)と、十分に大きな結晶子を持つ標準CeO₂試料のX線回折パターンを示します。ピークの積分幅からシェラーの式を用いて結晶子サイズを算出したところ、(hkl)に垂直な方向の結晶子の大きさが表1のように8.9~9.2 nmと算出されました。平均粒径とほぼ等しい結果が得られたことから、このCeO₂ナノ粒子は粒径と結晶子サイズがほぼ等しい単結晶体であることがわかりました。

表1 CeO₂の結晶子サイズ

(h k l)	結晶子サイズ (nm)
CeO ₂ (1 1 1)	9.08(4)
CeO ₂ (2 0 0)	8.79(8)
CeO ₂ (2 2 0)	9.16(5)
CeO ₂ (3 1 1)	9.18(7)
CeO ₂ (2 2 2)	9.1(2)
CeO ₂ (4 0 0)	9.10(18)
CeO ₂ (3 3 1)	8.88(14)
CeO ₂ (4 2 0)	9.2(2)
CeO ₂ (4 2 2)	8.98(14)
CeO ₂ (5 1 1)	8.95(16)
CeO ₂ (4 4 0)	9.1(3)
CeO ₂ (5 3 1)	9.13(17)

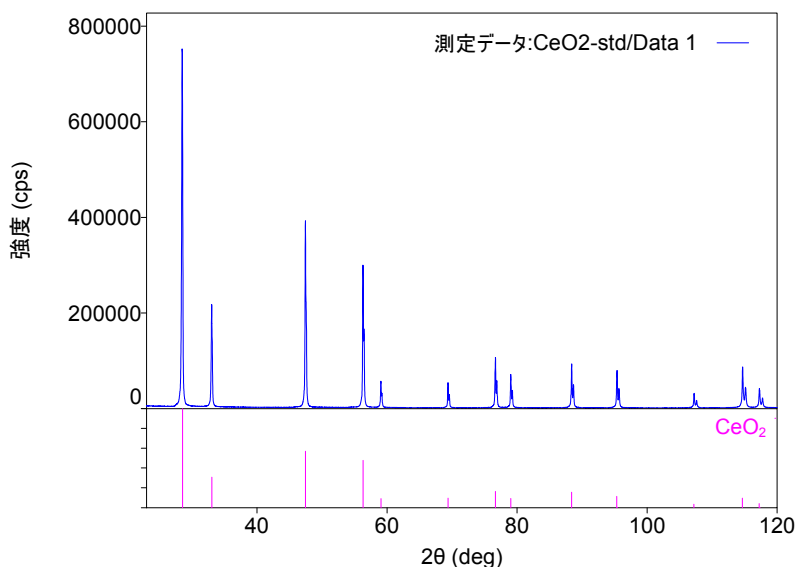
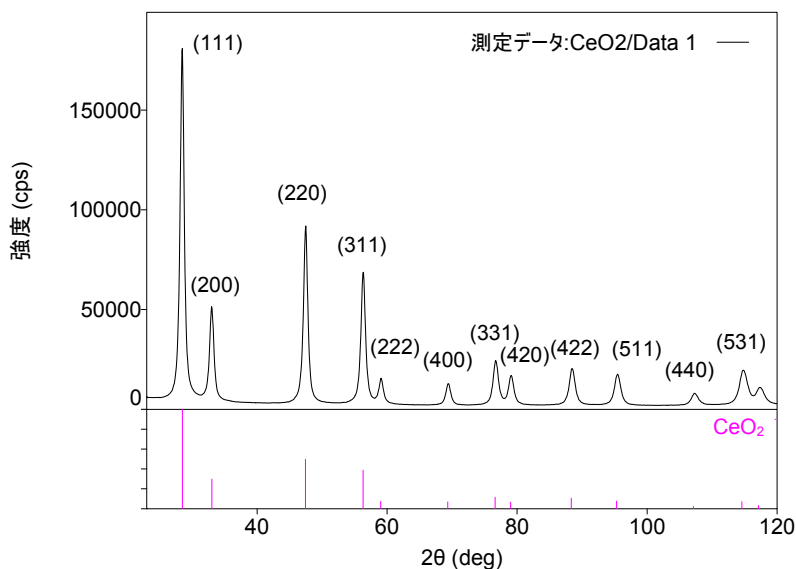


図1 被検試料(上)と標準試料(下)のX線回折パターン

測定条件 : MiniFlex600(ファインフォーカス管球 40 kV, 15 mA), 検出器 : D/teX Ultra(Kβフィルター使用), スリット系 : DS = 1.25°, SS = 13 mm, RS = 13 mm, 入射・受光ソーラスリット = 5°, 入射高さ制限スリット = 10 mm

測定条件 : 測角範囲 2θ = 23 ~ 120°, サンプリング間隔 0.08°(被検試料) 0.01°(標準試料), 走査速度 5° / min.(約20分)