

# WPPF 法と RIR 法を用いた定量結果の違い

## ～ 配向を持つ試料の定量分析 ～

### はじめに

X線回折法を用いた定量分析では、試料の状態や対象成分の濃度などによって定量方法を使い分けます。検量線を用いた方法の場合、標準試料の確保、試料調製や測定の手間が生じることから、現在では、WPPF (Whole Powder Pattern Fitting) 法やRIR (Reference Intensity Ratio) 法による解析に置き換わりつつあります。WPPF法は結晶系や格子定数の情報をもとに、比較的広い角度範囲についてプロファイルフィッティングを行う方法であり、RIR法は、データベースに記載されているRIR値と最強線の積分強度を利用する方法です。どちらも専用の解析ソフトウェアを使用することで容易に定量値を算出することができます。

### 測定・解析例

4成分からなる試料1、2を、X線回折パターン中の最強ピークが10000 countsを超える条件で測定を行いました。図1に示すように試料1の定量結果では、WPPF法、RIR法ともに試料調製値と定量値が良く一致しましたが、WPPF法を用いて解析を行った結果はRIR法の結果より、試料調製値に近い値が算出されました。一方、図2に示すように、試料2の定量結果は、RIR法の定量値が試料調製値と比べると大きく異なることがわかりました。これは試料2に含まれるCaCO<sub>3</sub> (Calcite) のc軸がaおよびb軸に比べて長く、試料充填時に選択配向を起こした為に最強線の(104)反射が強く検出され、Calciteの定量値が大きく見積もられたことが主な要因です。WPPF法では配向の影響を配向関数で補正することができるので、いずれの成分でも試料調製値と良く一致した結果が得られました。

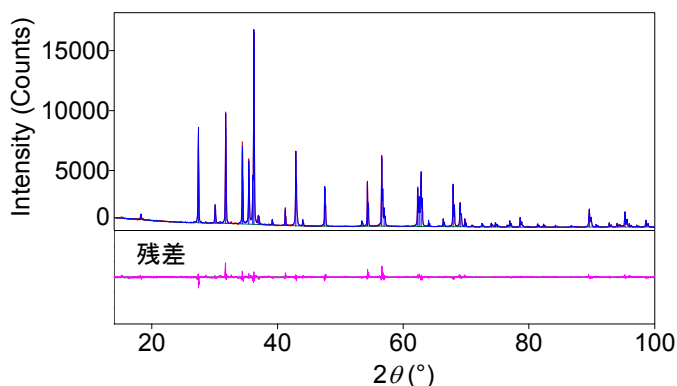


図1 試料1のWPPF解析結果

表1 試料1に含まれる相と  
WPPF法・RIR法による定量分析結果

| 成分                             | 調製値  | WPPF      | RIR     |
|--------------------------------|------|-----------|---------|
| ZnO                            | 35.8 | 35.11(10) | 34.4(6) |
| MgO                            | 26.3 | 25.14(17) | 29.8(8) |
| TiO <sub>2</sub>               | 24.7 | 25.18(14) | 21.6(4) |
| Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> | 13.2 | 14.57(10) | 14.2(2) |

RIR値:

ZnO: 5.57 MgO: 3.04 TiO<sub>2</sub>: 3.44 Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>: 5.14

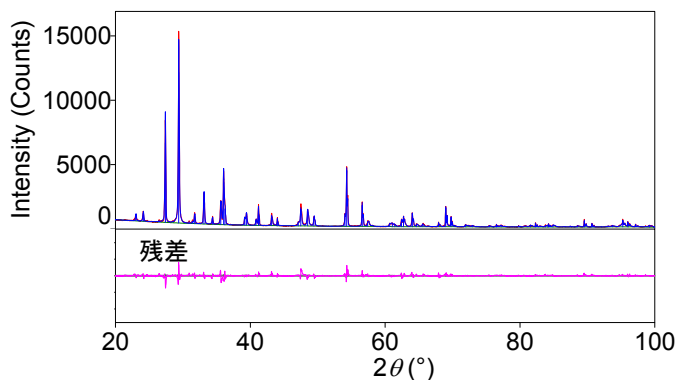


図2 試料2のWPPF解析結果

表2 試料2に含まれる相と  
WPPF法・RIR法による定量分析結果

| 成分                             | 調製値  | WPPF     | RIR      |
|--------------------------------|------|----------|----------|
| CaCO <sub>3</sub>              | 43.7 | 43.8(9)  | 62.0(6)  |
| TiO <sub>2</sub>               | 37.3 | 37.6(6)  | 25.3(3)  |
| Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 14.7 | 13.9(3)  | 9.79(16) |
| ZnO                            | 4.3  | 4.74(18) | 2.86(13) |

RIR値:

CaCO<sub>3</sub>: 3.24 TiO<sub>2</sub>: 3.44 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: 3.27 ZnO: 5.57

### 推奨装置とソフトウェア

- ▶ デスクトップX線回折装置 MiniFlex300/600
- ▶ 試料水平型多目的X線回折装置 Ultima IV
- ▶ 全自動水平型多目的X線回折装置 SmartLab
- ▶ 高速1次元X線検出器 D/teX Ultra
- ▶ 統合粉末X線解析ソフトウェア PDXL