

# 工業材料の同時定性・定量分析へのX線回折法の利用に関する研究(Ⅲ) ～X線回折法による酸化銅の状態別定量分析～

## はじめに

銅及び銅化合物は、酸化・還元反応を生じやすく、油脂加工、ガス精製、排ガス浄化など、幅広い分野で触媒材料として利用されています。これら銅を含む触媒の多くは、反応の活性点が銅にあり、銅の酸化数・結晶構造など化学状態が触媒能力に影響するため、銅の化学状態別定性・定量的評価が重要となっています。

今回、参照強度比(Reference Intensity Ratios:以下、RIRと略す)を利用したX線回折法による簡易定量分析方法を用いることにより、標準物質を必要とせず、かつ再現性の高い銅の化学状態別定量分析を試みました。

## 実験方法

酸化銅試料は、酸化銅(Ⅰ)試薬(和光純薬工業、純度99.5%)及び酸化銅(Ⅱ)試薬(和光純薬工業、純度99.9%)を混合して作製しました。試料の化学状態の変化を防ぐため、混合後速やかに測定を行いました。

X線回折装置は、当センターで所有する、RINT UltimaⅢ(リガク)を用いました。X線回折測定は、最も広く使用されている銅管球を用いた集中法により行いました。測定データの解析は、装置付属の解析ソフトMDI JADE 6.0を用い、PDFデータベースのRIRを用いた簡易定量分析方法により酸化銅(Ⅰ)と酸化銅(Ⅱ)の存在比の分析を行いました。

## 実験結果及び考察

酸化銅(Ⅰ)／酸化銅(Ⅱ)の混合比率を変えて作成した試料のX線回折測定結果を図1に示します。混合試料のX線回折測定結果は、酸化銅(Ⅰ)のX線回折パターンと酸化銅(Ⅱ)のX線回折パターンの重ね合わせで得られ、またそのピーク強度は酸化銅(Ⅰ)／酸化銅(Ⅱ)の混合比率により変化しています。

このX線回折測定結果に基づき、RIRを用いた簡易定量分析を行った結果を図2に示します。酸化銅(Ⅰ)／酸化銅(Ⅱ)の混合比率に対し、RIRを用いた定量分析結果は高い相関性を有しており、その相関係数は0.9987でした。

## まとめ

今回、酸化銅(Ⅰ)／酸化銅(Ⅱ)試薬を混合した試料について、RIRを用いたX線回折法による簡易定量分析を行うことにより、標準物質を用いることなく、定量精度の高い酸化銅(Ⅰ)、酸化銅(Ⅱ)の化学状態別定量分析を行うことができました。今後、実用されている触媒などの工業材料中の酸化銅(Ⅰ)、酸化銅(Ⅱ)の化学状態別定性・定量分析への応用が課題です。

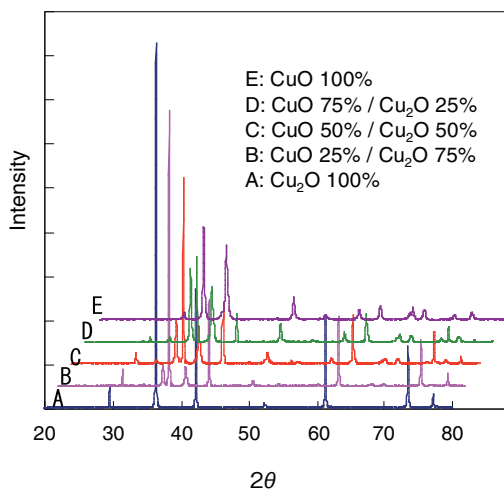


図1 酸化銅(Ⅰ)／酸化銅(Ⅱ)混合試料のX線回折測定結果

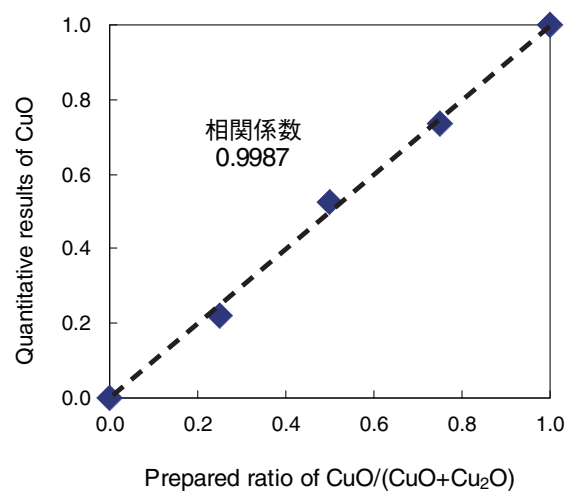


図2 酸化銅(Ⅰ)／酸化銅(Ⅱ)混合試料の定量分析結果



(本研究に用いたX線回折装置は、平成16年度競争的資金(日本自転車振興会(平成20年度から財団法人JKAに組織変更))により整備したものです。)

【お問い合わせ先】

京都府中小企業技術センター  
応用技術課 表面・微細加工担当

TEL:075-315-8634 FAX:075-315-9497  
E-mail:ouyou@mtc.pref.kyoto.lg.jp