

X線分析 No.X165

X-RAY ANALYSIS

紙のX線回折(その2)

X-ray Diffractometry of Paper (part 2)

小量試料定量分析法で紙の充填剤の定量分析が行えます。

一般に広く使われている紙には、色を白くしたりするなどの紙質を調整するために、カオリナイト、タルク、カルサイトなどの粘土鉱物や酸化チタンなどが含まれています。その充填量は、数%から10%台ですが、紙そのものが非常に軽い物質なので、重さに換算すると、一平方センチメートルあたり1 mgかそれ以下の程度です。

X線回折は、このようなわずかな量の物質でも、それを検出し、分析することができます。ここでは、小量試料X線定量分析法を使って紙を定量した例(今回はコートされていない紙についての分析)を紹介します。紙の定性分析については、島津アプリケーションニュース「X線分析No.162」をご覧ください。

■ 充填物質の検量線

小量試料定量分析法を適用して、充填物質の検量線を作成しました。Fig.1からFig.5に各種充填剤の検量線を示します。この検量線を求める際に、標準試料ホルダーのかわりに、無反射試料ホルダーを使っています。この試料ホルダーは、バックグラウンドを減らし、P/Bを向上させるのに有効です。その結果、X線回折線の検出感度がさらに良くなり、通常の封入型X線管を使用しても0.01mgまでのごく微量物質の測定が可能になります。試料の試料ホルダーへの固定には、希釈されたコロジオン溶液を用いました。カルサイト、カオリナイト、タルクのそれぞれの検量線作成の際には、回折ピークの位置がそれぞれ $2\theta=29.4^\circ$ 、 12.4° 、 9.5° の回折線を用い、その積分強度をX線回折強度値としました。

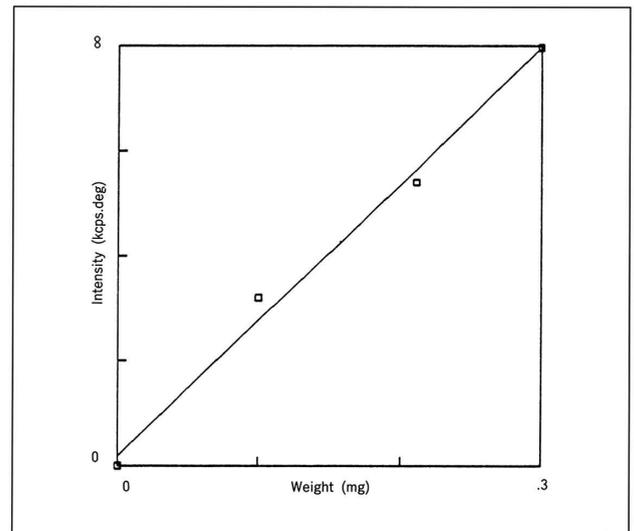


Fig.1 重質カルサイトの検量線
Calibration Curve for Heavy Calcite

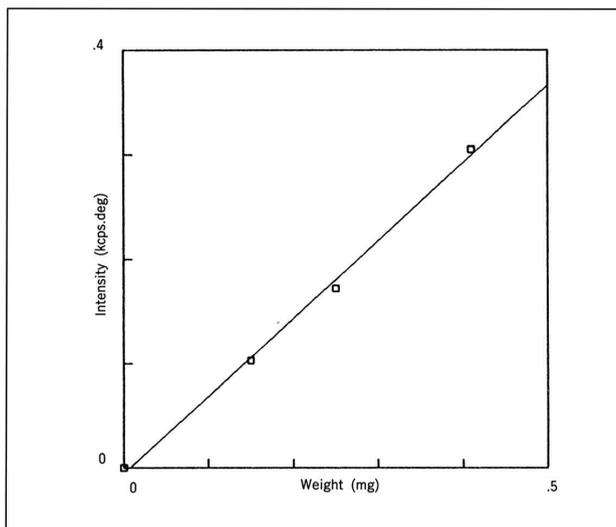


Fig.2 軽質カルサイトの検量線
Calibration Curve for Light Calcite

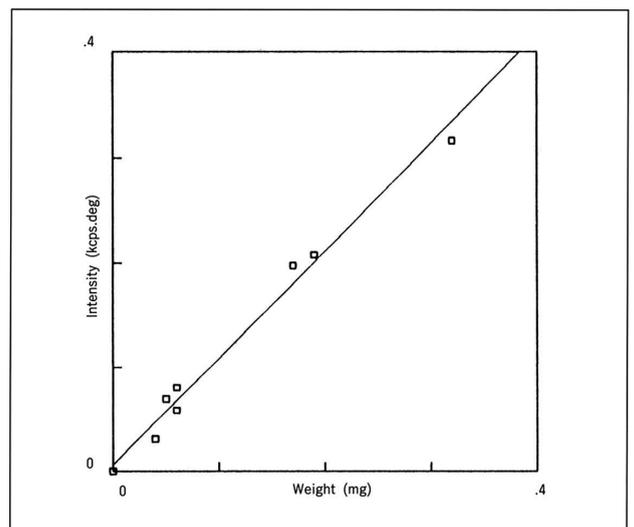


Fig.3 中質カルサイトの検量線(重質:軽質=1:1で混合)
Calibration Curve for Medium Calcite

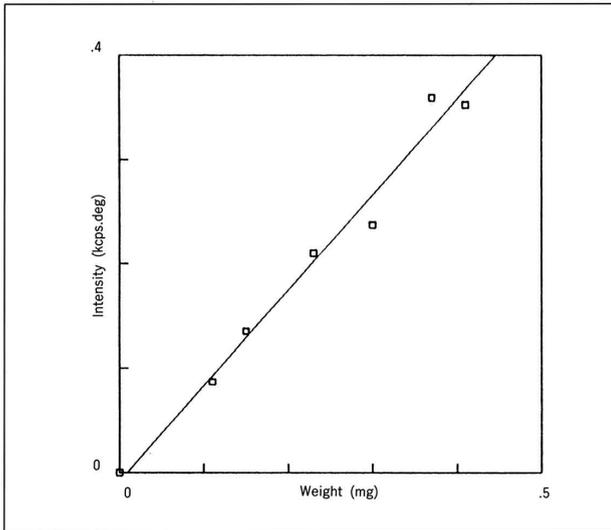


Fig. 4 カオリナイトの検量線
Calibration Curve for Kaolinite

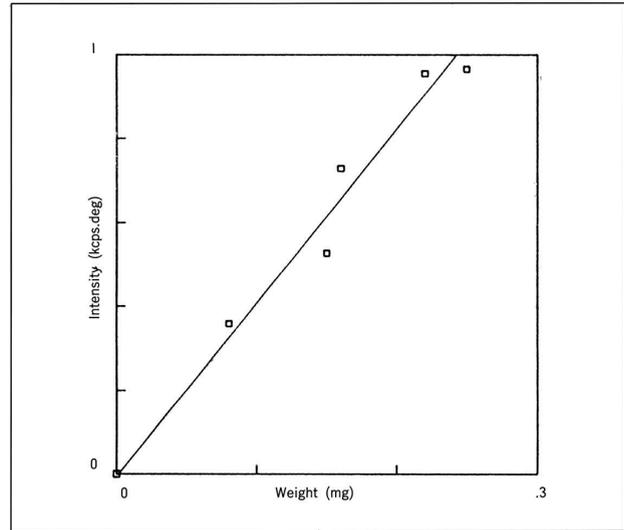


Fig. 5 タルクの検量線
Calibration Curve for Talc

■未知試料紙の定量

Fig. 6, 7にプリンタ用紙とコピー用紙のX線回折図形を示します。

これから、これらの紙にはカルサイト ($2\theta=29.4^\circ$) とタルク ($2\theta=9.5^\circ$) が充填剤として使われていることがわかります。これらの成分を、Fig. 3および4に示される検量線を使って定量した結果をTable 1を示します。

ここで、カルサイトは重質と軽質のカルサイトが1:1の割合で混合されていると仮定して、Fig. 3の検量線を採用しました。

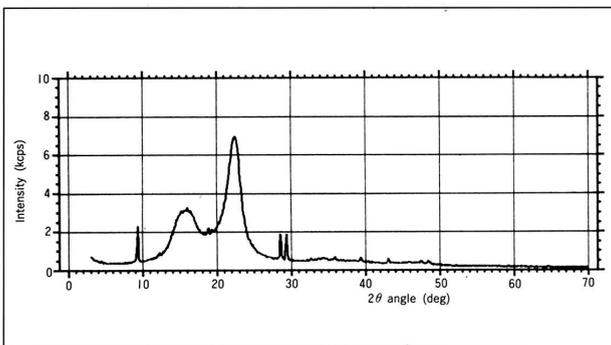


Fig. 6 プリンタ用紙のX線回折図形
X-ray Diffraction Pattern of Printer Paper

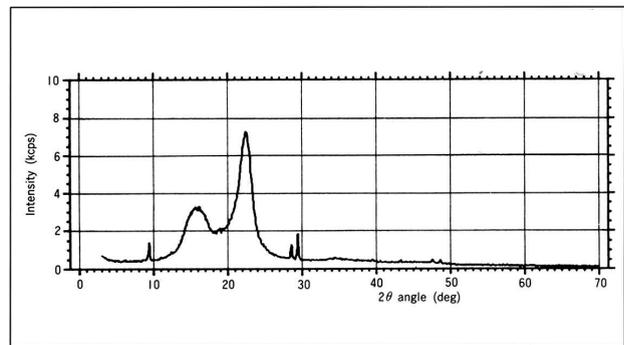


Fig. 7 コピー用紙のX線回折図形
X-ray Diffraction Pattern of Copier Machine Paper

Table1 定量分析結果
Results of Quantitative Analysis

| 試料 | カルサイトの重量 (mg/cm ²) | カルサイトの充填率 (%) | タルクの重量 (mg/cm ²) | タルクの充填率 (%) |
|--------|--------------------------------|---------------|------------------------------|-------------|
| プリンタ用紙 | 0.185 | 2.9 | 0.043 | 0.7 |
| コピー用紙 | 0.207 | 3.3 | 0.025 | 0.4 |

X線分析アプリケーションニュース No.40~194 は、発行時の情報に基づいて作成された印刷物を電子化したものです。現在では販売終了した装置・オプションによるデータも含まれている場合がありますのでご了承ください。