

湾曲IP X線回折装置

中村亮太*

Ryota Nakamura

1. 緒言

X線回折は、非破壊でマトリックスや析出物の組成分析が可能のため広く用いられている。近年、バルク試料中の微小部位や、極微量の試料、湾曲した試料など従来のX線回折装置では測定不可能な試料の分析が求められることが多くなっている。

当社はこれらのニーズに対応して、微小領域での迅速な分析が可能な、湾曲IP(Imaging plate) X線回折装置を導入した。以下にその特長と装置の概要、分析事例などを紹介する。

2. 湾曲IP X線回折装置の特長

結晶質の試料にX線が入射されると、ブラッグの条件に従ってその結晶固有の方向にX線が放射される。この現象をX線回折と呼ぶ。

従来のX線回折装置では、試料と検出器を連続的に動かして角度ごとのX線強度を測定し、1次元回折像から試料の結晶情報を解析しているため、試料の量や形状、表面状態に制約があった。

これに対して、今回導入した湾曲IP X線回折装置は次の様な特徴を有している。

2.1 高感度X線検出器

本装置の検出器は、イメージングプレート(IP)と呼ばれるX線によって反応する物質を用いたフィルム状の2次元検出器を採用している。

IPは広い測角範囲を有し、試料および検出器を動かすことなく低角度から高角度まで同時にX線強度の測定が可能である。

IPにより得られる2次元回折像データは1次元回折像に変換することにより、従来通りの解析も可能である。変換前の2次元回折像は、試料の配向や結晶状態に関する情報が得られるため、従来のX線回折装置では解析の難しい配向した試料や粗大な結晶粒を持つ試料でもφ軸を回転させる事によって容易に解析が可能である。

2.2 微小領域の試験

本装置では、IPが高いX線感度を持つため、ピンホールを持つコリメータをX線発生装置と試料の間に取り付けてX線照射範囲を絞ることができ、目的とするφ0.03～0.8mmの微小領域のX線回折が可能である。

3. 湾曲IP X線回折装置の概要



図1. 湾曲IP X線回折装置の外観

表1. 装置概要

メーカー	株式会社リガク
型式番号	RINT RAPID II
X線発生装置	封入X線管
ターゲット	Co、Cu、Cr
モノクロメータ	グラファイト平板結晶
コリメータ径	φ0.8、0.3、0.1、0.05、0.03mm
ゴニオメータ駆動範囲	φ軸:360°(フリー回転) χ軸:45°固定 ω軸:-15°～+150°
試料セッティング	CCDカメラ
カメラ長	127.4mm
測角範囲	-47°～+163°
IPサイズ	470mm×256mm
IP画素サイズ	100μm×100μm
読み取り方式	内周回転方式

* 研究・開発センター 研究業務課

図1に湾曲IP X線回折装置の外観を示す。本装置はX線発生装置、ゴニオメータ、IPから構成される。本装置の概要を表1に示す。

X線発生装置のターゲットはCoを標準として使っている。試料測定位置はCCDカメラによる映像から決定する。

従来装置と同様に、残留応力や残留オーステナイト量も本装置で測定可能である。

4. 分析事例

分析事例として、鋼の連続鋳造後、モールド内から採取したフラックスフィルムの分析結果を以下に示す。

従来装置では微小部位に選択的にX線を照射することができず、図2のようにフラックスフィルム中の結晶相と非晶質相との識別ができなかった。

湾曲IP X線回折装置による図3に示すフラックスフィルムの①、②、③を測定し、2次元回折像を1次元回折像に変換した結果を図4に示す。

①の部分は結晶であることを示すシャープなピークが認められ、解析の結果、主な結晶はCuspidine ($3\text{CaO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{CaF}_2$)とNepheline ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)であった。

②の部分はシャープなピークとブロードなピークの両方が認められ、結晶質と非晶質の混合物であることが判り、解析の結果、主な結晶はCuspidineであった。

③の部分はブロードなピークのみが認められ、非晶質であることが判明した。

以上より、フラックスフィルム中の結晶の晶出領域および種類の同定が精度良く行えるようになり、モールドパウダーの適切な評価が可能となった。

5. おわりに

今回、湾曲IP X線回折装置を導入したことにより、従来装置では不可能であった、微小領域分析や極微量物質、湾曲体などのさまざまな試料を測定できるようになった。従来装置より広い角度で測定できるため、解析の精度が向上した。また、結晶配向が強いために解析不可能であった試料の測定などにも大いに活用されている。

今後ますます多様化、高度化するニーズに対応し、研究開発に役立てていく予定である。

参考文献

- 1) 植草秀裕:理学電機ジャーナル,30 (1),(1999),18-25.
- 2) 製品紹介 2次元迅速測定X線回折装置RINT RAPID, 理学電機ジャーナル,30 (2),(1999),59-64.
- 3) X線回折ハンドブック,株式会社リガク,(1998),19.

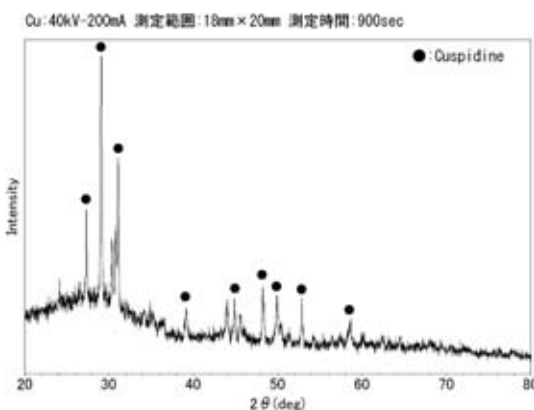


図2. 従来型X線回折装置によるフラックスフィルム測定データ

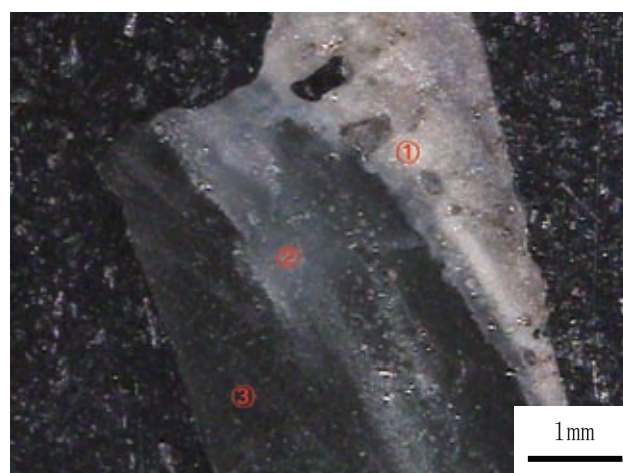


図3. 湾曲IP X線回折装置によるフラックスフィルム測定位置

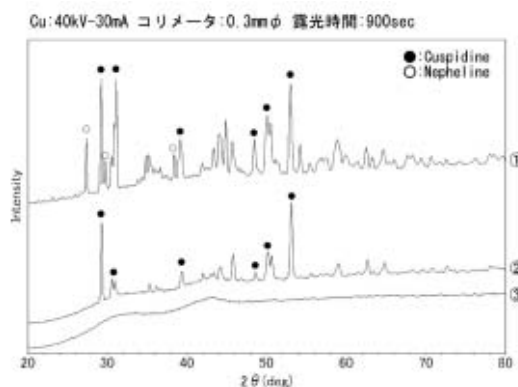


図4. 湾曲IP X線回折装置によるフラックスフィルム測定データ (①~③:図3の測定位置)