

## X線回折法による材料評価業務のご紹介

### はじめに

X線回折 (XRD) 分析技術は材料中の結晶構造を非破壊でかつ迅速に測定し、未知物質の同定と定量評価を行うことです。広畑事業所ではXRD装置を2台(Panalytical社製X'Pert PRO, リガク社製RINT1500)を保有しております。これらの装置は、集中法による測定、平行ビーム法による測定、加熱中の測定を行うことができます。これらの手法により、具体的にどのように測定情報が得られるか紹介いたします。

### X線回折装置の仕様概要

RINT1500の検出器はシンチレーションカウンター式で、比較的新しい装置であるX'Pert PROは1次元検出器(X'Celerator)を装備しているため、より高速、高精度で測定する事が可能です。さらにX'Pert PROについては様々なアタッチメント(微小部測定用、平行ビーム測定用、高温加熱測定用)を保有しており、必要に応じてアタッチメントを交換することで幅広いニーズに対応する事が可能です。

### X線回折の測定手法による測定例

#### 1) 集中法による測定

集中法はX線源、試料の回折面、検出器ともローランド円(集中光学系)上で走査することで、色々な方向に向いている粉末試料の結晶構造に関する情報が得られる一般的な定性、定量分析手法です。被検試料は粉体なら数mgから、固形材料なら重量20kg程度までの比較的大きな形状の試料なども測定できます。多種多様な材料の定性分析以外に、標準添加法、内部標準法などによる定量分析、さらに結晶化度、残留オーステナイト量も測定できます。また、X'Pert装置では、試料に微小な腐食生成物、異物、付着物があった場合、 $\phi$  100  $\mu$ mの微小領域を狙う定性分析もできます。

#### 2) 平行ビーム法による測定(X'PertPRO)

X'Pert PRO装置(図1)では、X線ミラーを配置し、平行ビームを発生させ、モノクロメーター付Xe比例検出器を用い下記のような測定に効力を発揮しています。

①極薄多層被膜の結晶構造を同定する場合は、X線平行ビームをある一定低角度に固定し

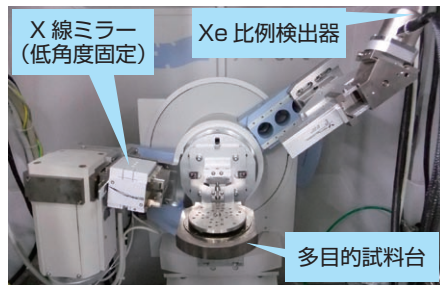


図1 PANalytical社製X'Pert PRO装置写真

て入射し、特定層でX線を回折させて、検出器の角度 $2\theta$ だけを走査し、それぞれの被膜層の結晶構造の情報を得ることができます。

②測定面に凹凸がある試料や、湾曲しているようなパイプの表面であっても平行ビーム法を用いることにより、その影響を受けることなく測定できます。

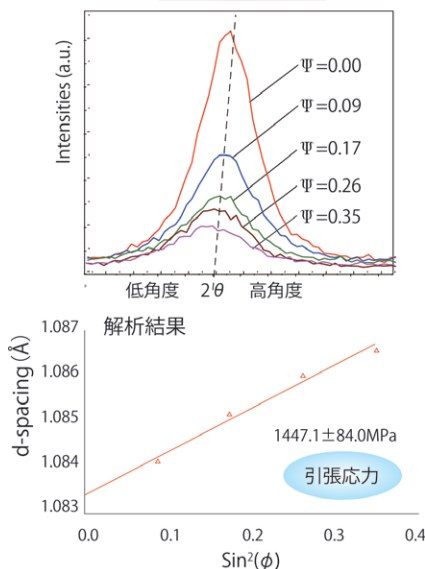
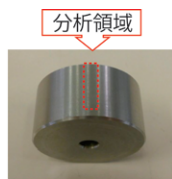


図2 鋼材の残留応力測定

③残留応力測定では特定の回折ピークに着目し、平行ビームと回折面法線となす角 $\psi$ を変化させながら結晶粒格子面間隔の伸縮量を測定し、残留応力として換算します(並傾法)。例として円筒状鋼材の残留応力測定を図2に示しました。 $\psi$ が大きくなるにつれ、格子面間隔は大きくなったことで、引張応力があることがわかります。

また、細い線材など微小領域の応力測定(測定範囲100  $\mu$ m)、薄膜の応力測定も可能です。

#### 3) 高温XRD測定(X'Pert PRO)

材料は昇温に伴い、熱分解、相変態などの現象が起こります。昇温しながらその反応過程を把握するには高温XRD測定が有効です。本機は試料を直接Ptヒーターに乗せる加熱方式を採用しており、高精度な温度管理で、室温から1600℃までの材質変化を観察出来ます。図3にはこの手法を利用して $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ (タルク)が温度変化に伴う熱分解をしている事例を示しています。不活性ガスHe中で加熱していくと、900℃過ぎたから脱水反応が始まり、1000℃付近からタルクは徐々に少なくなり、1100℃にはほとんどなくなり、1200℃には $MgSiO_3$ のみとなっていることがわかります。

さらに当事業所では、熱分析装置(TG-DTA, DSC, TMA等)を保有しており、これらの装置と高温XRDを組み合わせることで、材料の温度に伴う結晶構造の変化等より詳細な情報を得ることができます。

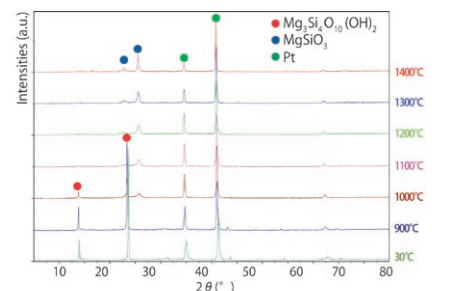


図3  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ の加熱による熱分解

### お問い合わせ先

広畑事業所 材料技術部 材料技術室長  
劉 莉  
TEL 079-278-5592 FAX 079-278-5019  
E-mail liu-li@nsst.jp  
〒671-1123 兵庫県姫路市広畑区富士町1番地



### 謹んで新年のお慶びを申し上げます

旧年中は一方ならぬお引立てを賜り、心より御礼申し上げます。本年4月で新会社発足1周年を迎えるにあたりより一層の信用・信頼の向上を目指し、社員一同誠心誠意努める所存でございますので、なにとぞ本年も倍旧のご支援ご厚誼を賜りますようお願い申し上げます。皆様のご多幸と貴社のご発展をお祈り申し上げます。

代表取締役社長 中村良昭

