

技術紹介



(株)大同分析リサーチ

新型X線回折装置による微小部解析技術の紹介

1. X線回折とは

物質に X 線を照射すると、その物質の原子・分子配列により回折現象が起こり、その時に得られる回折パターンは物質特有のものとなる。X 線回折装置ではこの性質を利用して定性分析・定量分析・結晶配向などを測定することができ、金属を始めとする幅広い分野で活用されている。はじめに、X 線回折測定の一例を紹介する。

1. 1 定性・定量分析例

図 1 にマルテンサイト系ステンレス鋼を測定した例を示す。この試料中にはマルテンサイト ( $\alpha'$ ) の他にオーステナイト ( $\gamma$ ) が含まれている。両者はいずれも鉄であるため、元素分析で区別することは難しいが、結晶構造が異なるため X 線回折では明確なピークとしてマルテンサイトおよびオーステナイトの存在を確認することができる。

また、マルテンサイトとオーステナイトのピーク面積を比較することで、オーステナイトの定量を行うことができる。鋼中に残留しているオーステナイトは経年によりマルテンサイト変態し、寸法の変化を引き起こすため、残留オーステナイト量を評価することは材料開発および品質確認の上で重要である。この評価として X 線回折は有効な分析手法である。

以上のように、X 線回折では結晶構造測定を利用した定性および定量分析を行うことができる。

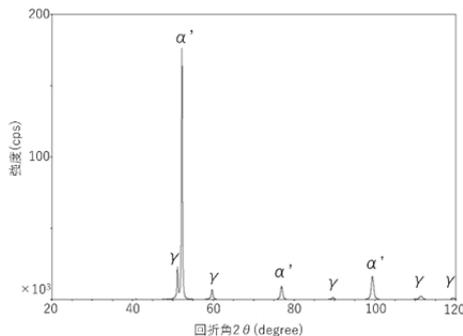


図 1. マルテンサイト系ステンレスの X 線回折結果。

1. 2 結晶配向調査例

図 2 にはアルミニウム箔の極点図を測定した例を示す。極点図とは、特定の結晶面が試料内でどの方向を向いているかを示す分布である。この図を確認すると、特徴的な模様のように見える。これはアルミニウムを板状に圧延した際に現れる模様であり、特徴的な結晶配向(集合組織)を示していることを意味している。よって、測定したアルミニウム箔は板圧延により作製されたものであることがわかる。

このように結晶性の物質は加工履歴由来の特徴的な結晶配向を示すため、X 線回折により結晶配向を調査することで、その加工履歴を評価できる場合がある。

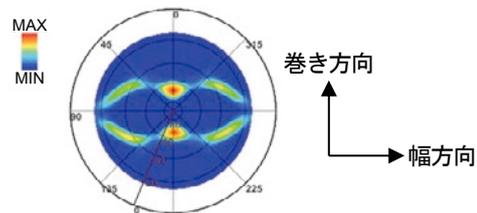


図 2. アルミニウム箔の〈111〉極点図測定結果。

2. 新型 X 線回折装置の特徴

今回は(株)大同分析リサーチ(以下、当社という)で新たに導入した X 線回折装置と、その新機能を用いた分析事例について紹介する。

今回導入した装置は、(株)リガク社製 SmartLab である。当社旧装置との比較を表 1 に示す。

表 1. 旧装置と新装置の比較表。

	旧装置	新装置
型式	RINT-TTRⅢ	SmartLab
X線管球	Co	Co
測定領域	φ20 mm	φ20 mm φ1 mm, φ0.6 mm
定性分析 測定時間	60 min	30 min

本装置最大の特徴は、測定時間を旧装置に比べ大幅に短縮できる点と、微小部の測定を可能としている点である。以下では、微小部測定による結晶配向性の調査事例を紹介する。

### 3. 微小部測定事例

#### (1) 背景

強磁性体のひとつであるネオジム磁石は結晶方位によって磁石の強さが異なる。そのため、図3に示す磁化容易方向に配向するよう製造されている。

このネオジム磁石の磁化方向面から〈001〉極点図を測定した場合、図4のような結果が得られる。中心に強い強度を示すことは、磁化方向面に〈001〉が強く配向していることを意味している。また、ネオジム磁石の側面から〈410〉極点図を測定した場合、図5のような結果が得られる。带状に強度を示しているが、〈410〉と〈001〉は垂直関係にあるため、この結果も磁化方向面に〈001〉が配向していると解釈することができる。また、この帯の広さは配向の強さを示しており、帯が狭いほど強い配向を示す。

このように、ネオジム磁石の磁化方向を評価する方法としてX線回折による結晶配向調査は有効であり、磁石の評価方法のひとつとして活用されている。<sup>1)</sup>

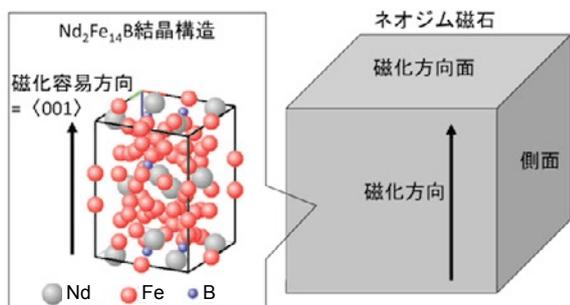


図3. ネオジム磁石の磁化方向と  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  〈001〉方向の関係。

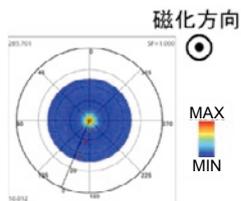


図4. 〈001〉極点図 (磁化方向面)。

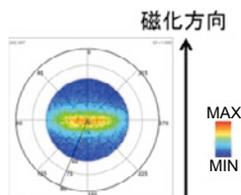


図5. 〈410〉極点図 (側面)。

#### (2) 目的

リング状のネオジム磁石は放射状に配向させることを目的として製造されている。このリング磁石をX線回

折により評価する場合、リング厚が3 mm程度であり、従来の装置では測定領域がφ20 mmであるため測定位置による差異を確認できない。しかし、新装置の微小部測定では測定領域φ1 mmにて測定が可能であるため、本試料の測定に有効である。そこで新装置にて〈410〉極点図を測定することで磁化方向の推定を行った。

#### (3) 測定結果

図6に〈410〉極点図測定結果と磁化方向の推定を示す。この結果、リングの中心から放射状に強い配向を示していることがわかった。

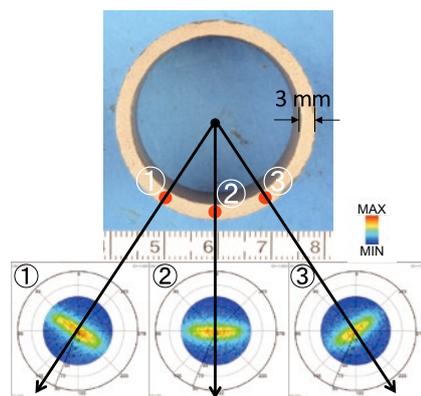


図6. リング磁石の〈410〉極点図測定結果と磁化方向 (矢印)。

### 4. おわりに

今回当社で導入した新型X線回折装置には、新たに微小部測定機能が備わっている。微小部測定では測定箇所による差異を確認することができ、今回紹介した極点図による配向調査に加えて、定性分析や残留オーステナイトの定量分析と組み合わせることで、より幅広い測定が可能となった。

今回の事例を含め、X線回折に関心がありましたらご相談ください。

(文献、引用)

- 1) 高木繁, 横田顕, 岡本篤樹: Nd-Fe-B磁石の成形体および焼結体のX線配向度評価(2002).

(問合せ先)

株大同分析リサーチ  
分析技術室  
前川雄哉

TEL: 052-611-9434

FAX: 052-611-9948

e-mail: ymaekawa@dbr.daido.co.jp

