

ポリキャピラリー平行ビーム光学系を用いた測定例(機械部品編)

The measurement by polycapillary parallel beam optics (field of machine industry)

ポリキャピラリーとは、多数 (poly) のX線を導くガラス製の細束管 (Capillary) のことで、これを用いて、ポイントX線源から出たX線を高い立体角で取り込み、反対側の出口で平行ビームを得るようにしたものです。この光学系は、通常法 (Bragg-Brentano法) と比較して、X線管球から発生したX線を有効に利用できるため、高い回折X線強度が得ら

れます。また、光学系として平行線束法を用いているので、試料測定面の位置ズレが起こっても回折角度は変わりません。このことは、曲面や凹凸のある試料面でも高感度・高精度の測定ができることを意味しており、集中法では生じやすい、回折線の分離や角度シフトが改善されるなど、機械部品などの実用測定に即した特徴があります。

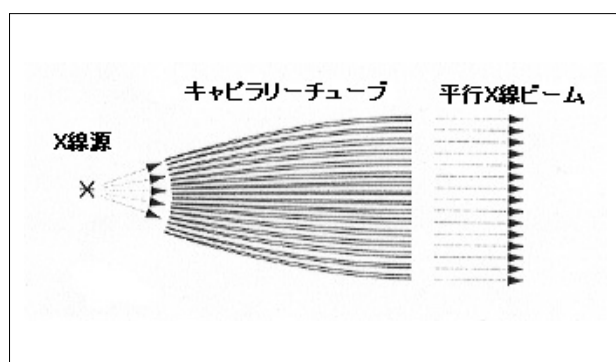


Fig.1 ポリキャピラリー平行ビーム原理図
Principle of polycapillary parallel beam optics

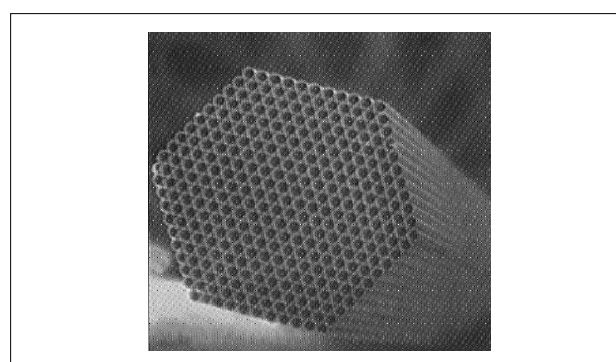


Fig.2 ポリキャピラリーチューブのSEM写真
SEM image of polycapillary tube

凹凸試料の測定例

Measurement of irregular surface sample

凹凸のある試料の測定例として、自動車排気ガス浄化に用いられているコージライトハニカムの測定例を示します。通常法 (集中法) では図4の下端に示すとおり、回折角度位置のシフトや回折線の分離が生じます。

一方、ポリキャピラリー平行ビーム法では、測定された回折線の角度位置がICDDデータベースカード No.13-0294 $Mg_2Al_4Si_5O_{18}$ (図中 | || 線で示す) と完全に一致しており、試料形状の影響を受けずに分析できる事を示しております。また、回折強度も大きく微小ピークもはっきりと捉えることが出来ます。

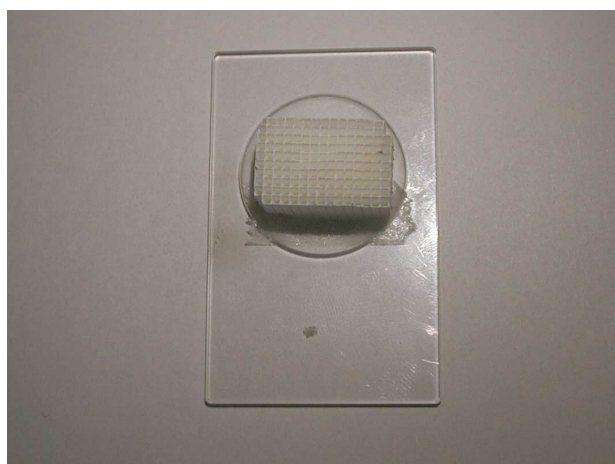


Fig.3 コージライトハニカム
Cordierite honeycomb

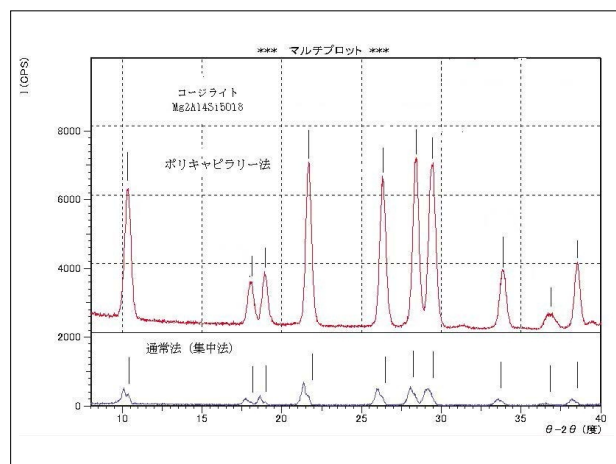


Fig.4 コージライトハニカムの測定データ
Diffraction pattern of cordierite honeycomb

溶接ビード部の測定

Measurement of welding bead

図5に溶接ビードの腐食部の測定例を示します。腐食生成物はマグネタイト (Fe_3O_4) を主成分として、 Fe_2O_3 、 FeO などの酸化物が検出されました。回折角度 $2\theta = 45^\circ$ 付近に検出された $\alpha\text{-Fe}$ は母材と考えられます。なお、定量値は検索ソフトで簡易定量 (ICDD データベースカードに記載されている I/Ic コロン

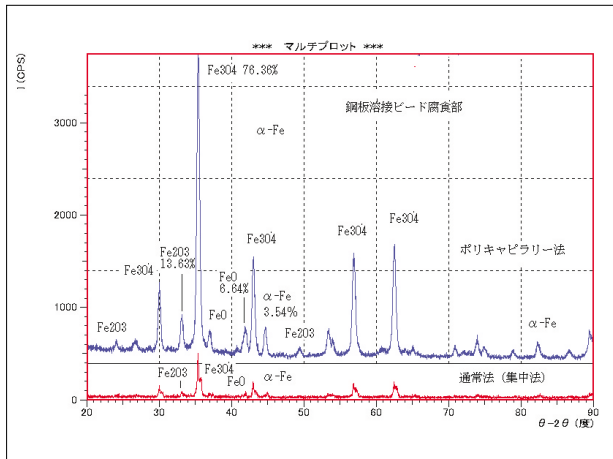


Fig.5 溶接ビード腐食部の測定データ
Diffraction pattern of corroded welding bead

ダム比を用いた簡易計算)を行いました。このように、ポリキャピラリー法では、試料の凹凸を気にせずに測定できるため、測定対象が広がります。また、回折強度も非常に高いものが得られるため、検索精度の向上が期待できます。



Fig.6 溶接ビード部
Welding bead

スチールボールの残留オーステナイトの測定例

Measurement of retained austenite in steel balls

試料として、直径約2mmのミニチュアボールベアリングに使用されているスチールボールを用いた、残留オーステナイトの定量測定例を示します。この場合、試料面は球面でかつ曲率が小さいため、通常法では、試料の頂点付近からのみの回折線しか検出できず、著しい感度低下が生じます。その点、ポリキャピラリー法では、広い面積からの回折線が検

出できるため、高い感度での測定が可能で、この測定では $\gamma(200)$ 、 $\gamma(220)$ 面の回折線(図7最上段)が認められました。また、直接比較法を用いた定量分析で、5本の回折線の平均値で1.01%が得られました。この結果から、凹凸の大きい試料の微小ピークの検出には、ポリキャピラリー平行ビーム法が、大変有効である事が分りました。

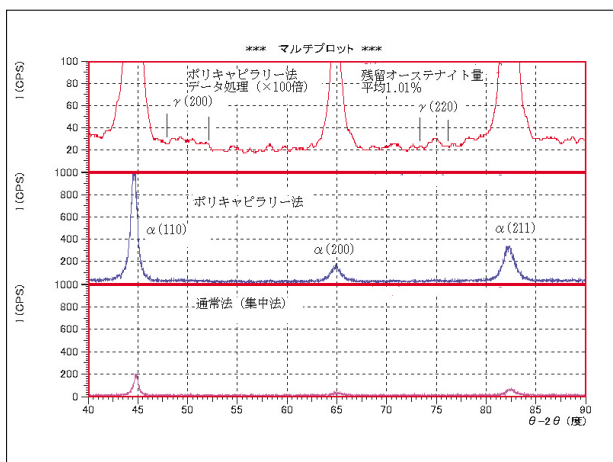


Fig.7 スチールボールの測定データ
Diffraction pattern of steel balls

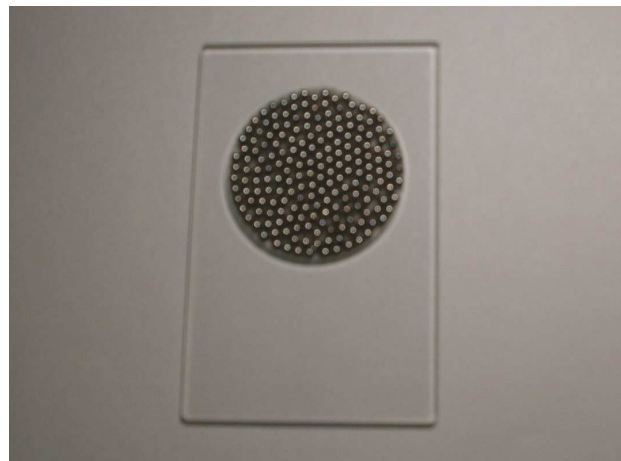


Fig.8 スチールボール
Steel balls

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

A改訂版発行：2013年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

2002.6