

サンビーム設備更新報告4 BM6 軸回折計の導入と性能評価

(株)神戸製鋼所 稲葉雅之

inaba.masayuki@kobelco.com

X線回折(含む散乱)は、非晶質から結晶に至る広範な材料の構造解析に用いられる手法であり、広く一般に利用されている。サンビームにおいても汎用的な4軸回折計が第一期利用開始当初からIDビームラインに設置され、数多くの各社実験が行われてきた。利用割合はIDビームライン利用の実に約80%を占める。第二期開始にあわせた設備更新では、X線回折手法の拡充が検討され、特徴のある回折実験が可能な設備をID/BMそれぞれに導入することとなった。

BMビームラインに設置する回折計の導入目的は二点あった。

従来のサンビームでは実施不可能であった高エネルギー回折・散乱実験を可能にすること、従来回折計で可能であった実験も効率的に実施可能とすること、である。についてはBMビームラインに設置することで4.5~113keVの広いX線エネルギーが利用可能となった。については、実績のあるHuber社6軸回折計を採用し、引き続き本格的な回折・散乱実験を可能とした。効率的な実験に有用な各種装備の整備もあわせて行った。設備の詳細と性能評価実験の結果について報告する。

(図は50keV X線を用いて行ったSUS材の応力測定結果)

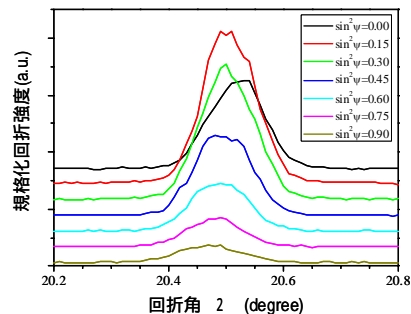


図1 50keVの入射X線で測定した-Fe(511)/(333)回折ピーク(側傾法)

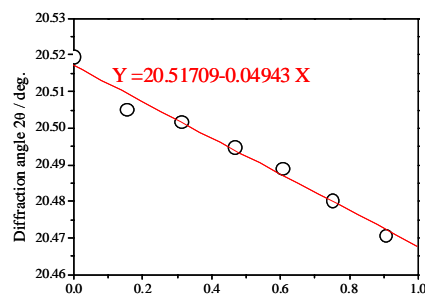



図2 $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図



サンビーム設備更新報告4 BM6 軸回折計の新設と性能評価

サンビーム共同体
技術WG 回折装置SG

第5回産業利用報告会 2008/9/18,19 日本科学未来館

- (株)富士通研究所 淡路、野村、土井
- 三菱電機(株) 河瀬
- (株)神戸製鋼所 稲葉、北原
- 松下電器産業(株) 尾崎
- 日亜化学工業(株) 川村、榊
- (株)豊田中央研究所 山口
- 川崎重工業(株) 井頭、尾角、柳瀬
- 関西電力(株) 出口
- 住友電気工業(株) 飯原、斉藤、上村
- (株)日立製作所 平野
- スプリングエイトサービス(株) 梅本、高尾

共同体の各社で作業分担して実施。

導入目的:

- 従来のサンビームでは不可能だった高エネルギー回折実験を可能にする
- 16XUで処理しきれていない各社の回折・散乱実験希望を16B2でも実施可能にする

技術のポイント:

本格的な回折・散乱実験が可能

実績ある独HUBER社製回折計採用

高エネルギーX線利用可能

BL16B2実験ハッチへの設置

実験の効率化(時間短縮、操作性向上)

各種試料・各種測定に対応(実験自由度の確保)

計測・制御一体型コントローラ採用

自動測定ソフト機能

高計数のYAP検出器(BEDE製)

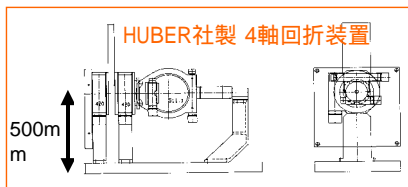
試料台、調整治具など各種装備導入

ウエハマッピング機能

広角度測定対応

微小ビーム利用

他



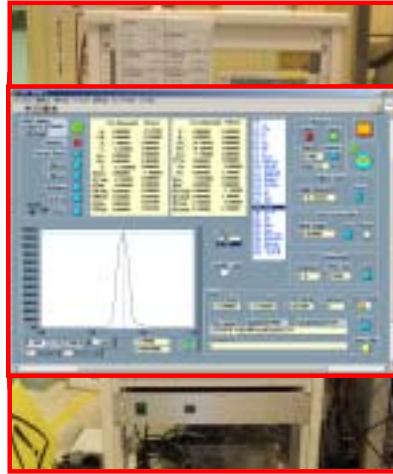
BL16B2実験ハッチ上流より



BL16B2実験ハッチ下流より

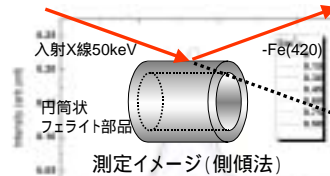


- 各種試料台、固定治具
- アライメント治具
- 位置確認用スコープ
- YAP検出器
- ソーラスリット
- 散乱防止カバー
- ビームシャッター付入射部
- 真空パス(回折計上流)
- 制御・計測用コントローラ (連続スキャン機能付)
- 制御・計測用ソフト(マクロ測定可能)



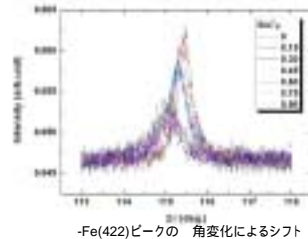
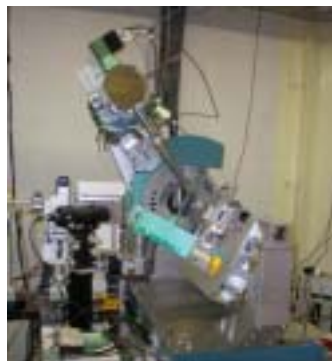
ScanView 性能評価を通じて行った測定(例)

- **高速測定**
連続スキャン+マクロ利用でデータの質を落とさず測定時間短縮
 - 粉末回折、単結晶回折
 - 薄膜回折、面内回折
 - 反射率測定、回折マッピング
- **応力測定(高角利用)**
オープンサークル、多軸回折計の採用で高角回折ピークの利用が可能
- **高エネルギー回折測定**
試料深部・バルク評価が可能
- **高エネルギー応力測定**
試料深部・バルク評価が可能
多形状試料の測定も可能

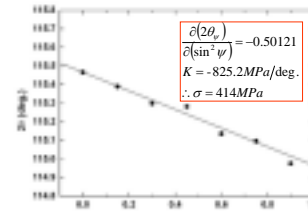


ScanView 高角測定:残留応力測定(10keV)

試料: 板状試験片(SUS304、曲げ応力付与)
入射光: 10keV, ミラー角5mrad
測定ピーク: -Fe(422)
ステップ幅: 0.01° (連続スキャン)

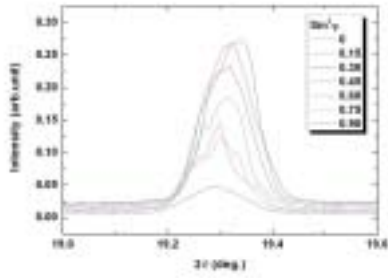


-Fe(422)ピークの 角変化によるシフト

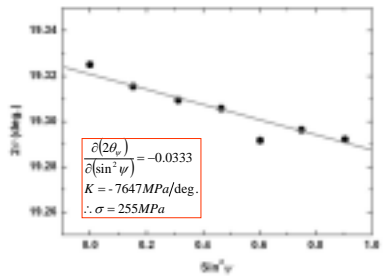


2 -sin² 線図

試料: 板状試験片 (SUS304、曲げ応力付与)
 入射光: 50keV, ミラーなし
 測定ピーク: -Fe(422)、側傾法
 ステップ幅: 0.01° (連続スキャン)



sin² 変化による -Fe(422)回折ピークシフト



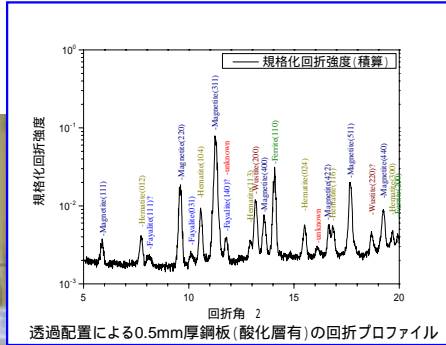
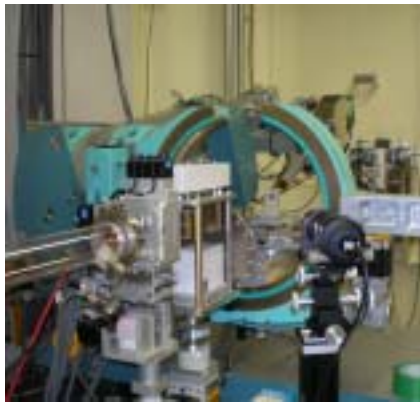
2 -sin² 線図

$$\frac{\partial(2\theta_\psi)}{\partial(\sin^2\psi)} = -0.0333$$

$$K = -7647 \text{ MPa/deg.}$$

$$\therefore \sigma = 255 \text{ MPa}$$

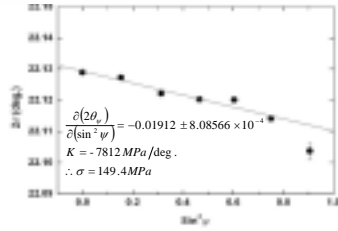
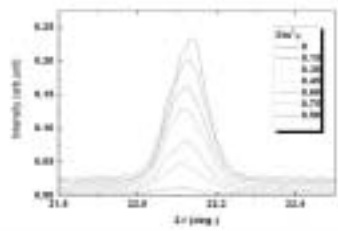
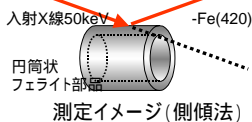
試料: 0.5mm厚鋼板 (酸化層有)
 入射光: 25keV, ミラー角0mrad
 測定範囲: 2θ = 5 ~ 20°
 ステップ幅: 0.01° (連続スキャン)



透過配置による0.5mm厚鋼板 (酸化層有) の回折プロフィール

**ピーク位置から含まれる
結晶構造・組成がわかる**

- 試料: 円筒形状のフェライト部品
- 測定部 / 測定方向: 円筒外面、周方向
- 測定方法: 側傾法 (-Fe(420), 50keV)



$$\frac{\partial(2\theta_\psi)}{\partial(\sin^2\psi)} = -0.01912 \pm 8.08566 \times 10^{-4}$$

$$K = -7812 \text{ MPa/deg.}$$

$$\therefore \sigma = 149.4 \text{ MPa}$$

設備更新におけるBM6軸回折計の新設により、

- 従来のサンビームでは不可能だった高エネルギー回折実験が可能になった。
 - 4.5 ~ 113keVの入射X線が利用可能
- 16XU回折計で処理しきれなかった各社の回折・散乱実験希望を16B2でも実施可能にした。
 - 従来の測定手法も同等以上のデータが取得可能。
 - 測定時間の短縮を達成。
 - 使い勝手や自由度が向上。

**サンビームにおける回折利用が促進され、
更なる成果創出が期待できる。**