

126 X線分析顕微鏡による結晶方位分布の測定

(株)堀場製作所 ○細川好則、大澤澄人
滋賀県大工 三好良夫

1. 緒言

著者等は、滑らかな内壁を有する細管に微小角度でX線を入射すると、その強度を減衰することなく微細束X線が得られるX線導管(XGT: X-ray Guide Tube)を考案¹⁾するとともに、それを用いたX線分析顕微鏡を開発した²⁾。本顕微鏡では、X線の検出器に半導体検出器を採用しているために、各種材料の元素分析が可能で、また回折X線も検出できるので、各種化合物の同定も可能である。さらに、試料の厚さに限界はあるが透過検査も可能である。これまでに、本顕微鏡の適用例として、各種電子部品、例えばIC基板のリードワイヤやボンディング部の元素分析や透過検査結果などについて報告してきた³⁾。

ここでは、蛍光X線と回折X線が同時に得ることができる本顕微鏡の特徴より、回折X線に注目して、微細束X線を試料面で二次元走査して得たその強度分布から、各結晶の方位分布の観察を試みた結果について報告する。

2. 顕微鏡の原理と試料

2.1 原理

Fig.1は本顕微鏡の構成を示したものである。Fig.1において、管球から放出されたX線はX線導管(XGT)によって微細束X線に絞られ、試料に照射される。このX線は試料を透過した透過X線と、そこから放出される二次X線となる。これらのうち、透過X線はシンチレーションカウンタによってその強度を計測し、また二次X線はエネルギー分散型半導体検出器(Si検出器)によって、X線のエネルギーと強度が計測される。ここで、試料をX, Yに走査させながら、これらの強度情報をCRT上に表示させると、透過X線ならび二次X線の二次元強度分布像が得られる。一般に、二次X線には、測定試料を構成する元素に固有の蛍光X線と散乱X線が含まれるので、これらを使えば、含有元素の二次元分布像や散乱X線像が得られる。さらに、本顕微鏡では、X線源として連続X線を用いるので、

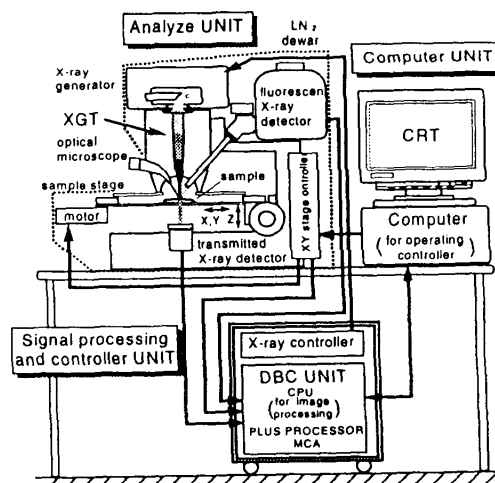


Fig. 1 Schematic diagram of X-ray analytical microscope.

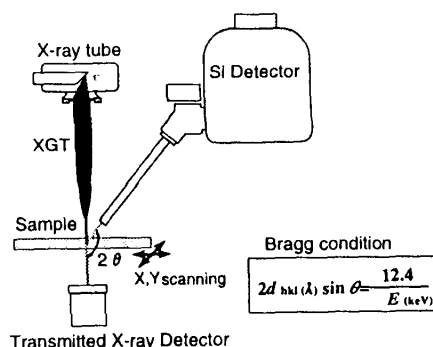


Fig. 2 Bragg condition.

試料が結晶体で、X線の照射面積が十分に小さい場合には、照射点でのブラッグ回折条件を満足する格子面からの回折X線像が得られる。この強度をSi検出器で捉えながら、試料をX, Yに走査するとその格子面の回折X線の二次元強度分布像が得られる。本顕微鏡でのX線幾何光学と回折条件式はFig.2に示した。なお、Fig.2の幾何光学から、検出器に捉えられる回折X線は特定の結晶方位のみに限定されるので、回折X線強度分布像は同じ結晶方位の分布像となる。

2.2 試料

本実験では、まず顕微鏡により結晶の方位分布の計測が可能であるか、否かを検討するために、単結晶試料である合成ルビーの方位分布の観察を行った。次いで、実用面からは、現在の幾何光学条件で、蛍光X線と回折X線が最も明確に分離できるアルミニウムを選び、その圧延集合組織の観察を試みた。

3. 試料観察例

3.1 合成ルビーの結晶粒分布

Fig.3は、合成ルビーの二次X線スペクトルとCr元素ならびに回折X線強度分布の観察像の一例を示したものである。ここで、二次X線スペクトルを見ると、ルビーの構成元素であるCrの蛍光X線のピークとそれ以外に4本の回折X線のピーク、さらにコンプトン散乱やレーリー散乱のピークが観察される。また、それらのピーク強度を試料全体について示した二次元像で、Cr元素は試料全体にほぼ一様に分布していることがわかる。しかし、回折X線像では、試料が単一方位の単結晶であるにもかかわらず、エネルギー値（回折格子面に対応）により回折X線像が得られる領域とそうでない領域が見られる。このことは、このルビーが方位を異にする幾つかの結晶よりなっていることを示すものである。

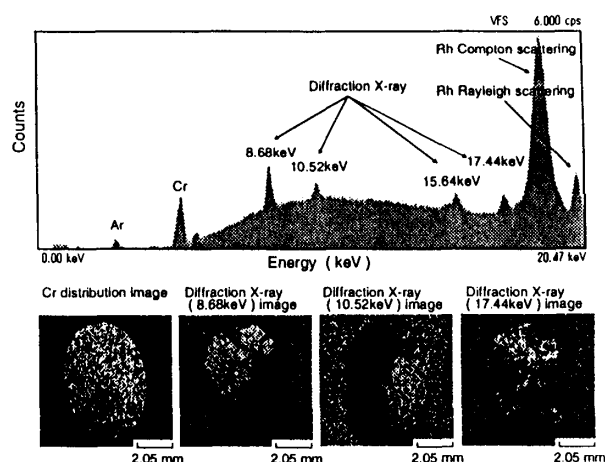


Fig.3 Spectrum, fluorescent X-ray image and Diffraction X-ray images of ruby.

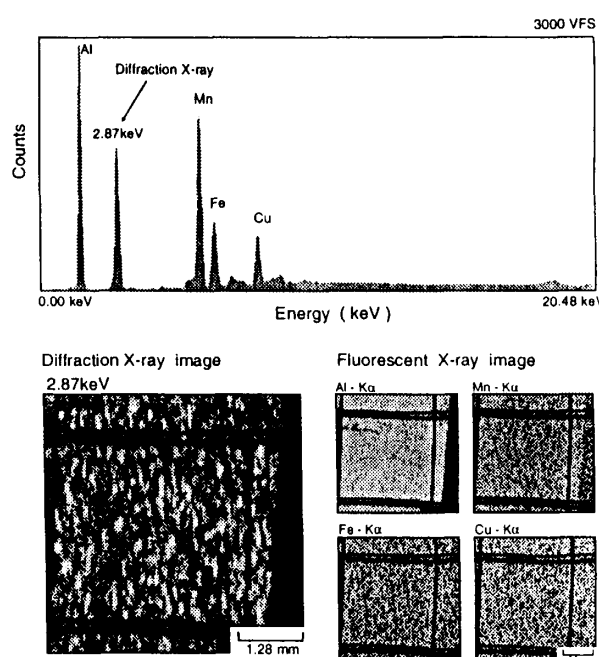


Fig.4 Spectrum, fluorescent X-ray image and Diffraction X-ray images of Al plate.

3.2 アルミの圧延板の集合組織の分布の測定

Fig.4は、集合組織を有するAl板について観察した、二次X線スペクトルならびにその主成分であるAl、その他の含有元素であるMn, Fe, Cuの分布像と回折X線強度分布像を示したものである。図中の#状模様は観察位置を特定するために付けたマークである。

Fig.4の元素分布より、いずれの元素もほぼ一様に分布していることがわかる。このことは、Al中に他の元素が完全固溶していることを示している。また、回折X線強度分布像には、楕円状の斑点模様が観察されており、それらは上下方向に配列している。この方向は試料の圧延方向と一致していることから、この模様は、圧延による集合組織を表しているものと思われる。

4. 結言

以上述べてきたように、X線分析顕微鏡は、透過X線像や元素分布像に加えて、回折X線強度分布像も得ることができるため、試料の内部構造や元素分布のみならず、結晶方位分布の観察も非破壊で行えることがわかった。今後は、多結晶Alの粒間方位の計測などへの適用を検討する予定である。

5. 参考文献

- 1) H. Nakazawa, Y. Kanazawa, H. Nozaki, Y. Hosokawa, Y. Wakiyama, S. Komatani, "X-Ray Guide Tube, a Potential Tool for a Scanning X-Ray Analytical Microscope", Japan Sci. Press, Tokyo/Springer-Verlag, Berlin, pp.81-86(1990).
- 2) 細川好則, 卓上型X線分析顕微鏡, HORIBA Technical Report READOUT No.8, Mar, 1994.
- 3) 細川好則, 大澤澄人, 三好良夫, "X線分析顕微鏡による電子部品の非破壊測定", 第8回破壊力学シンポジウム講演論文集, pp.126-129(1995).