



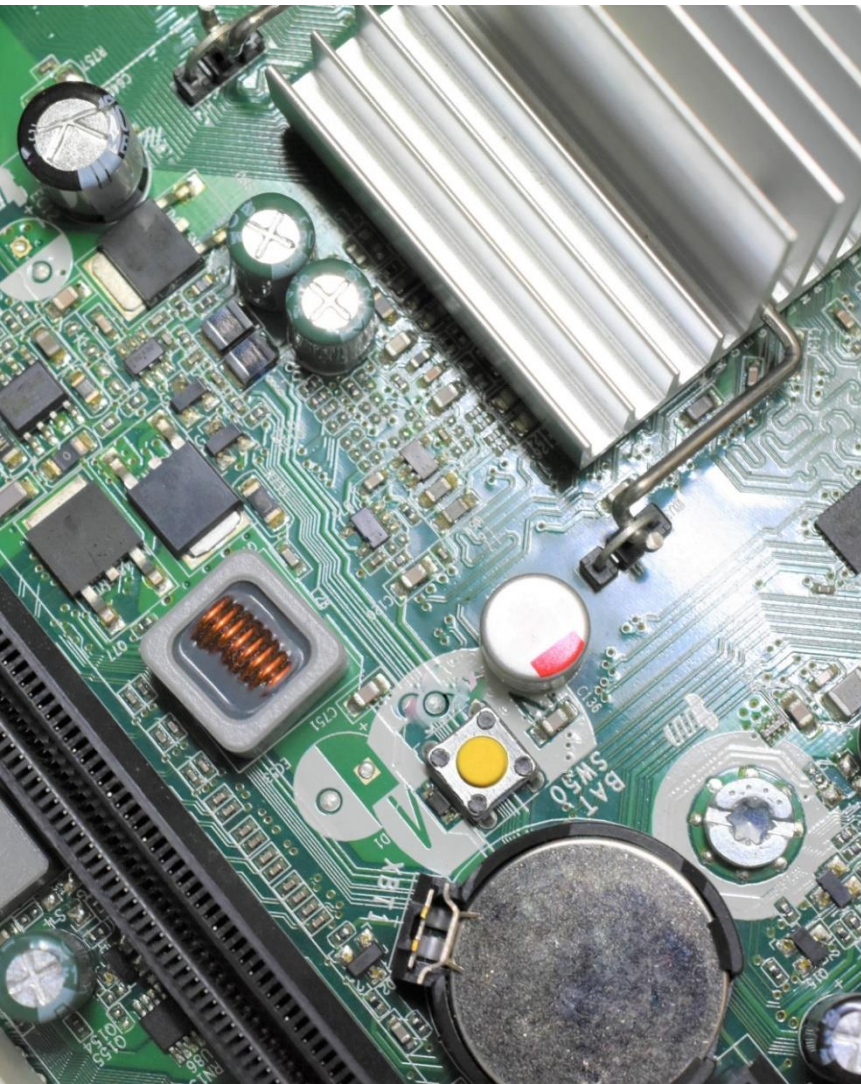
微小領域X線回折測定を実現する高性能ラボ装置とその活用例

2026年9月2日

株式会社リガク アプリケーションラボ

小西 真晶





お話しする内容

□ 微小部X線回折装置の紹介

DicifferX Microarea Edition

高輝度X線源

高精度ゴニオメーター

多次元ピクセル検出器

□ 分析アプリケーションの紹介

① 亜鉛溶融メッキ断面のマッピング分析

② MLCCの残留応力評価

③ PPSフィルムの配向評価

微小部X線回折装置の紹介

微小部X線回折測定と課題

微小部X線回折測定とは...

試料の特定の箇所だけにX線を照射し、その領域内に存在する化合物や結晶構造情報を得ること。

通常は数百 μm の照射サイズで測定。 **》》》 電子部品の小型化に伴い 数十 μm までラボで測定したい。**

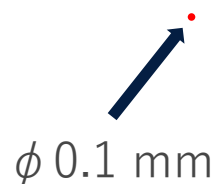
➡ ビームを絞れば良い、という単純な話ではない...

微小部X線回折測定と課題

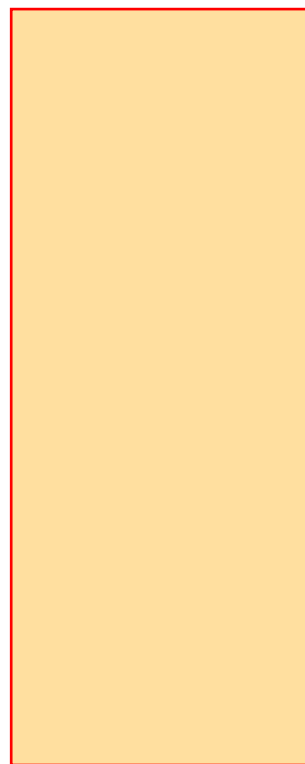
☹️ X線を絞ると強度が減少

面積比 1 : 7640

$\phi 0.1 \text{ mm}$

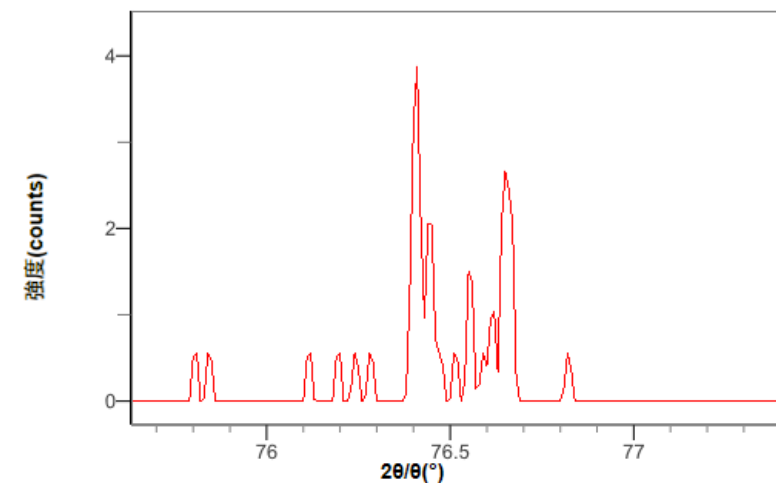
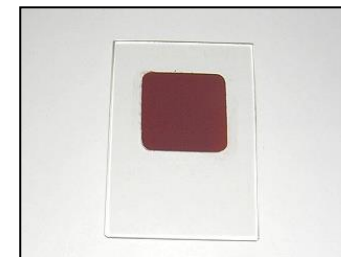


15 mm



4 mm

汎用的な粉末用の試料板
(20mm × 20mm)



ビームを絞ると僅か数countsしか強度が得られない。
⇒ 本測定に丸一日かかるケースも...

微小部X線回折測定と課題



軸を動かすと照射位置がずれる



汎用機の機械交差精度は約50～100 μm で数百 μm 領域の測定では問題にならない。

⇒ 対象領域が数十 μm となると測定に影響する可能性大。

微小部X線回折測定と課題

微小部X線回折測定とは...

試料の特定の箇所だけにX線を照射し、その領域内に存在する化合物や結晶構造情報を得ること。

通常は数百 μm の照射サイズで測定。 **》》》 電子部品の小型化に伴い数十 μm までラボで測定したい。**

➡ **ビームを絞れば良い、という単純な話ではない...**

試料位置でX線照射領域が小さく、高強度であること

X線の照射位置が測定している間に狙った箇所から外れないこと

➡ **これらを満たす装置があって初めて微小部X線回折測定ができる。**

微小部X線回折装置 DicifferX[®] Microarea Edition

高輝度X線源 + 集光ミラー

多次元ピクセル検出器
HyPix[®]-3000

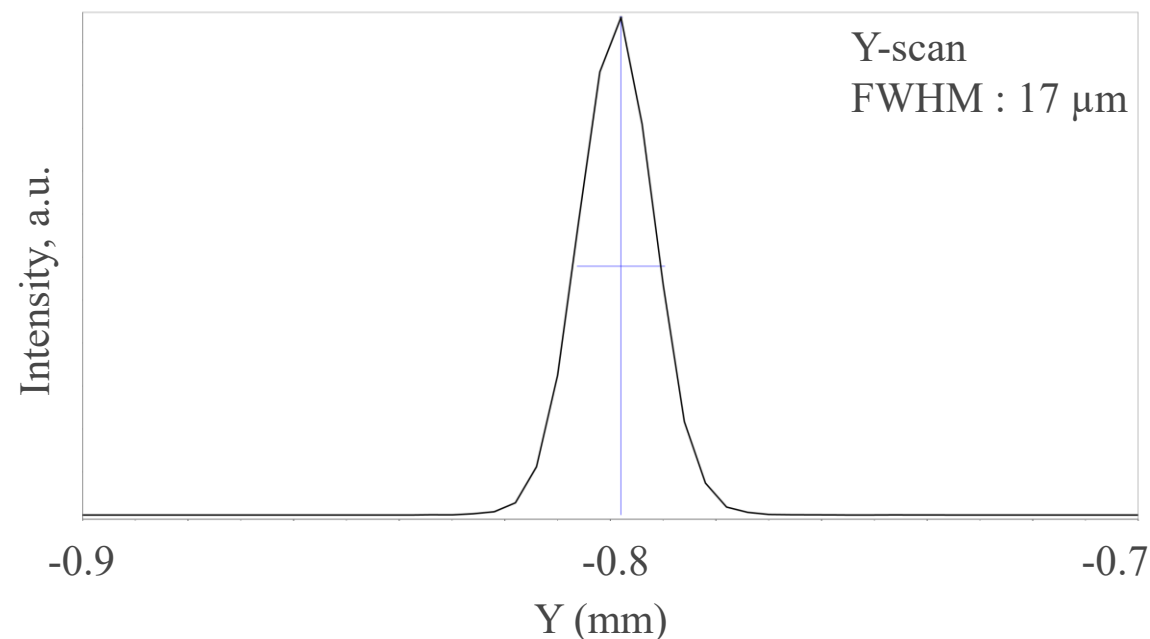
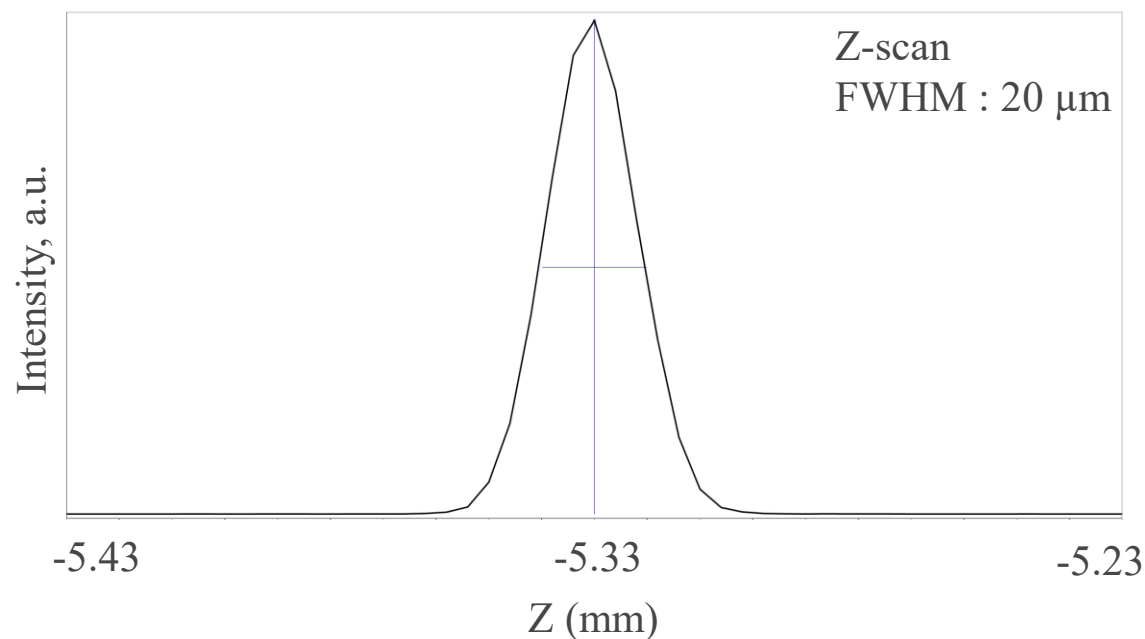
高精度ゴニオメーターによる
安定した位置制御

測定・解析統合ソフトウェア
SmartLab Studio II[®]



最小 $\phi 10 \mu\text{m}$ コリメーターを用いたポイントビーム

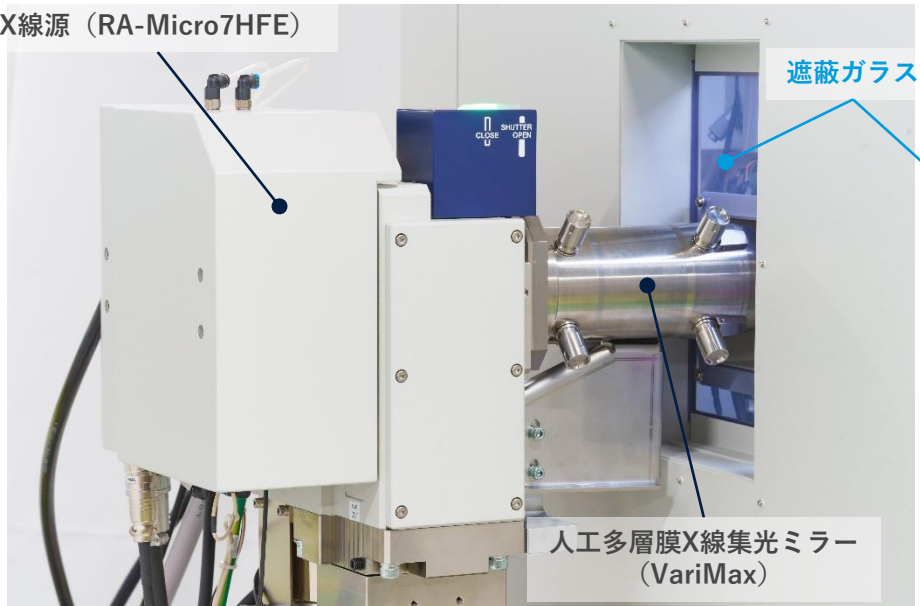
$\phi 10 \mu\text{m}$ コリメーターを用いてダイレクトビームをY軸（水平）方向、Z軸（垂直）方向にスキャン。



試料位置で $\phi 20 \mu\text{m}$ 前後（ダイレクトビームの半値幅）のポイントビームの形成を実現。

装置各部の名称

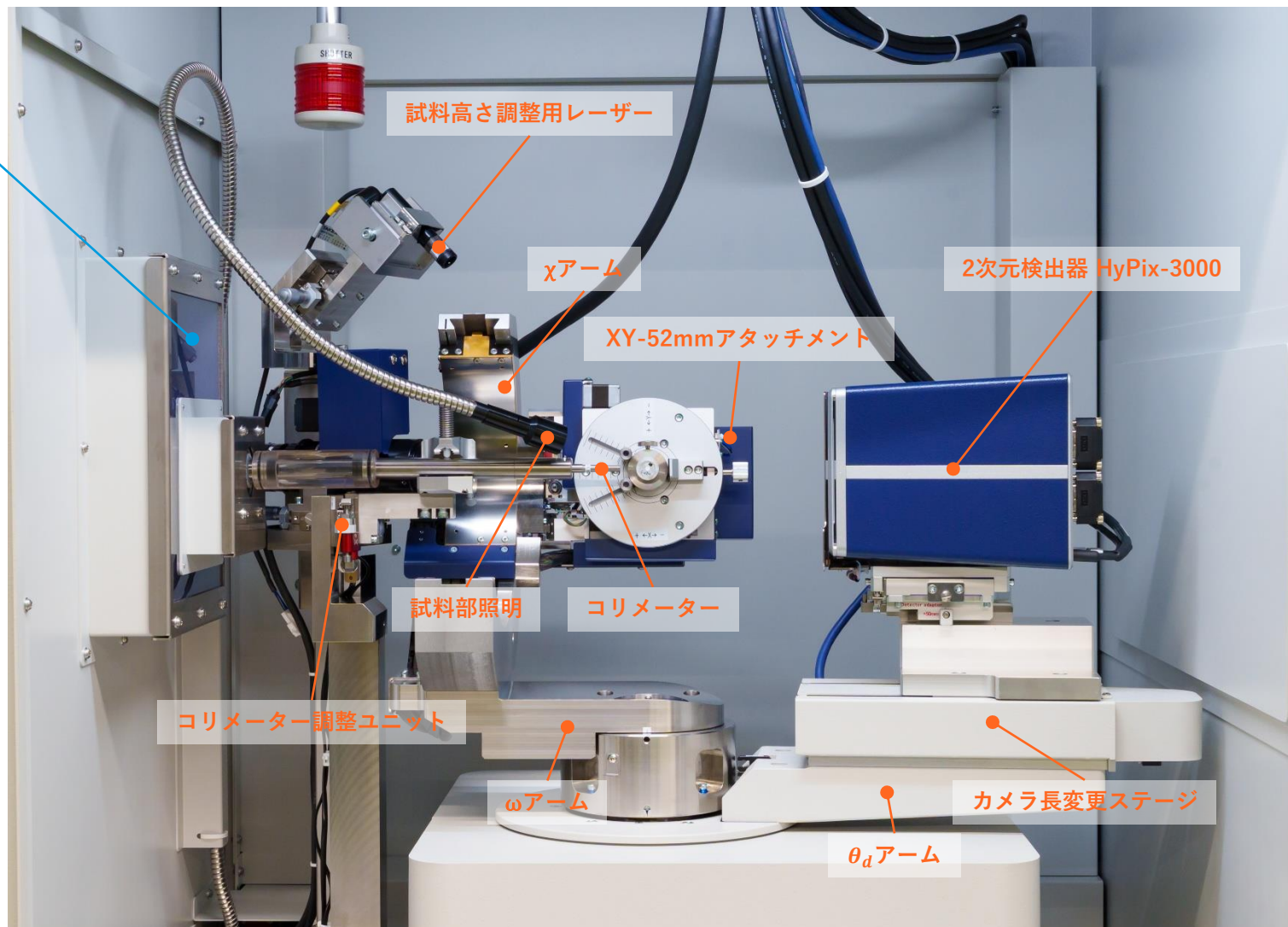
X線源 (RA-Micro7HFE)



コリメーター調整ユニット
コントローラー

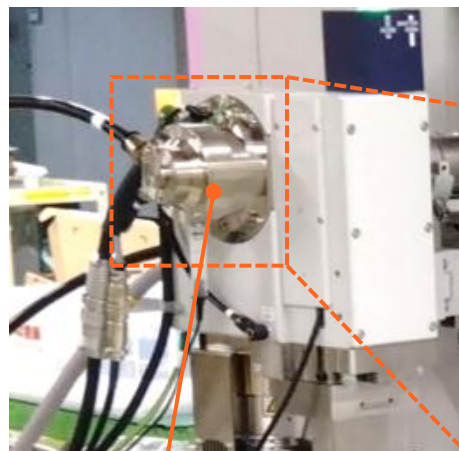


レーザー/LEDコントロールユニット



X線発生装置部

- 高輝度X線発生装置RA-Micro7HFEは実効焦点を $\phi 70 \mu\text{m}$ に収束可能。
 - 人工多層膜X線集光ミラーVariMaxで効率よく集光および単色化。
- ⇒ コリメーターなしでも試料位置で $\phi 200 \mu\text{m}$ のポイントビームに形成可能。

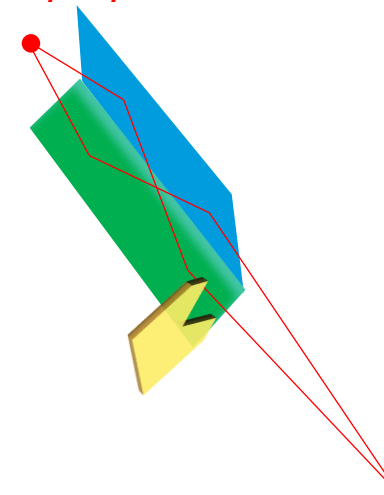


X線源 (RA-Micro7HFE)



人工多層膜X線集光ミラー
(VariMax)

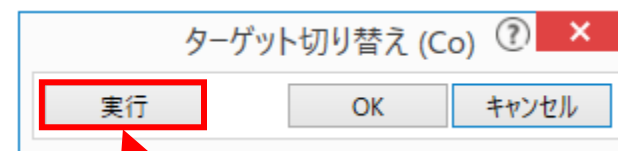
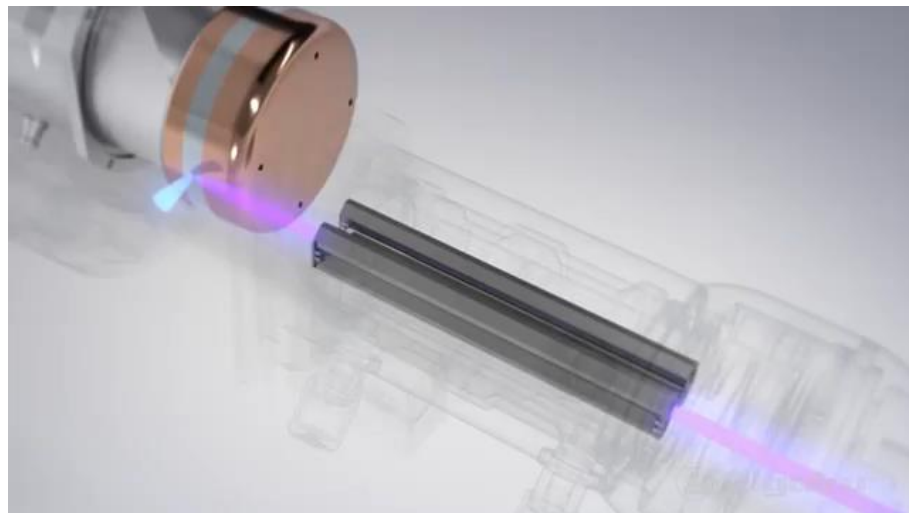
実効焦点 $\phi 70 \mu\text{m}$



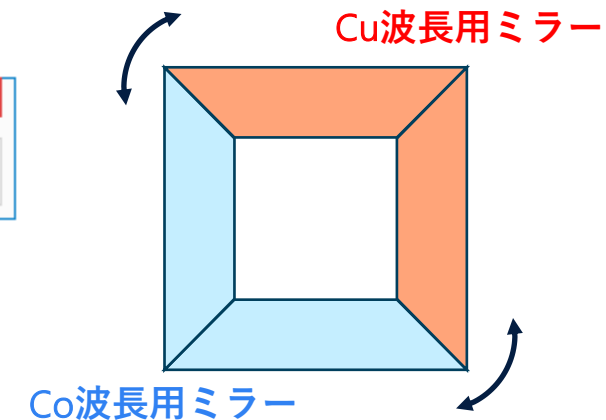
VariMax
2回反射させて集光・単色化

2波長対応

評価目的に合わせて測定波長を素早く切り替え可能。



クリック



2波長用ミラーを搭載し、
180° 回転して切り替え

組み合わせ1 : Cu - Mo

組み合わせ2 : Cu - Co

組み合わせ3 : Cu - Cr

シングルソースも可能

Cu : 全測定に対応

Mo : 定性、極点、残留オーステナイト定量評価

Co : 定性、極点、残留応力評価

Cr : 残留応力評価

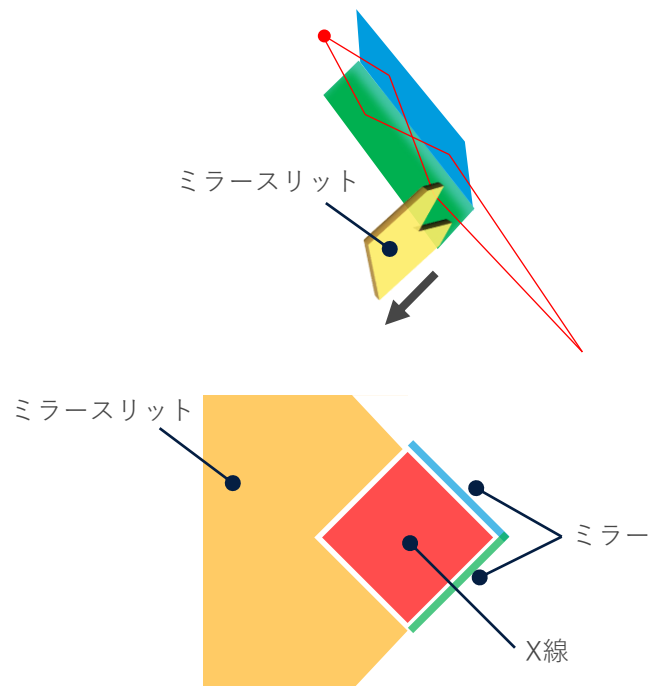
ミラースリット

ミラースリットの開口幅を変更することで、高分解能設定と高強度設定の切り替えが可能。

- 高強度設定：ミラースリットを開放⇒X線を制限しないので強度が増加。
- 高分解能設定：ミラースリットの開口幅を狭める⇒集光角・発散角を抑えて分解能が向上。

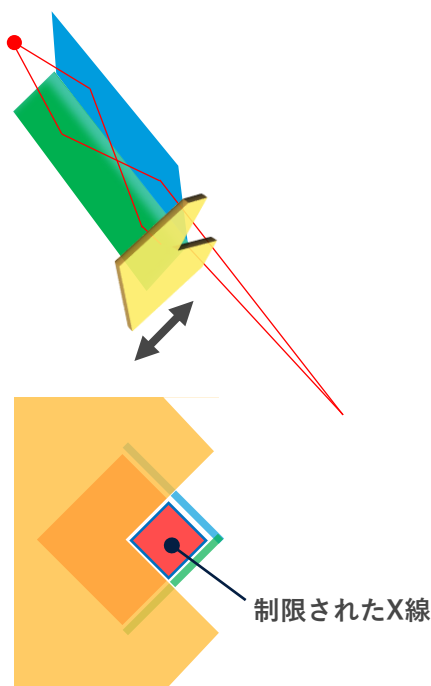
高強度設定

ミラースリット幅：Open



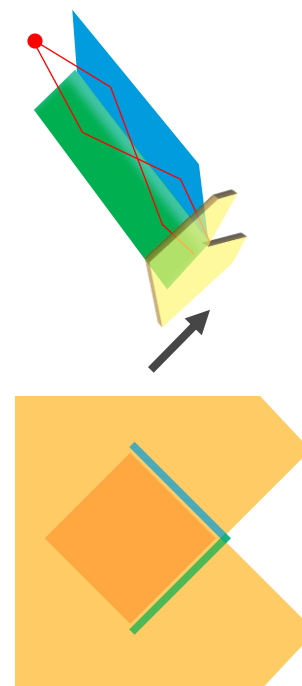
高分解能設定

ミラースリット幅：Use



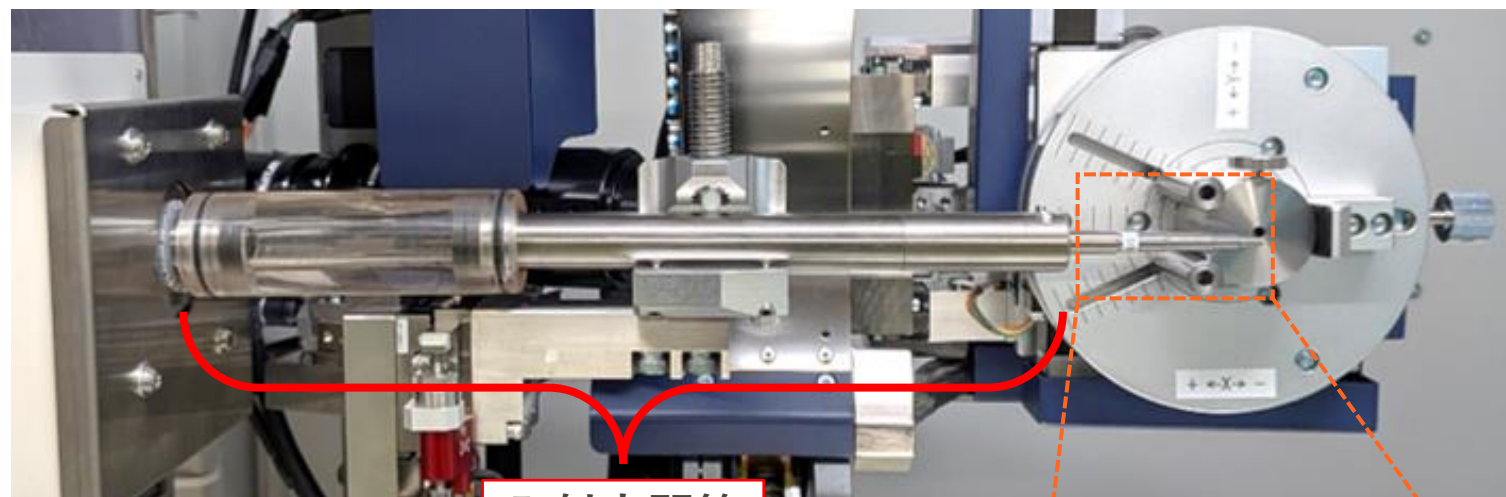
強度ゼロ

ミラースリット幅：Close

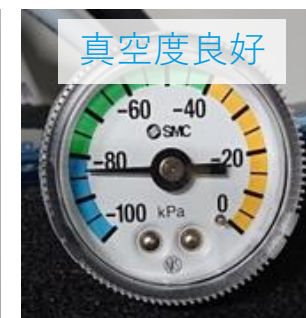


入射光学ユニット

- VariMaxと中間筒は、多層膜ミラーの保護と、X線強度の空気による減衰を低減するため、常時真空引きしている。
- コリメーターはワンタッチで簡単に取り付け・取り外し可能。



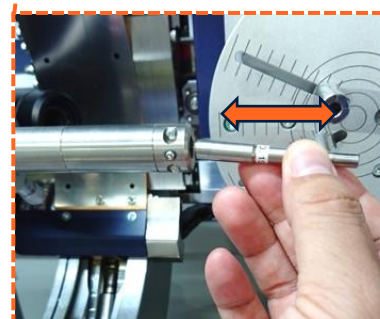
入射中間筒



真空度良好



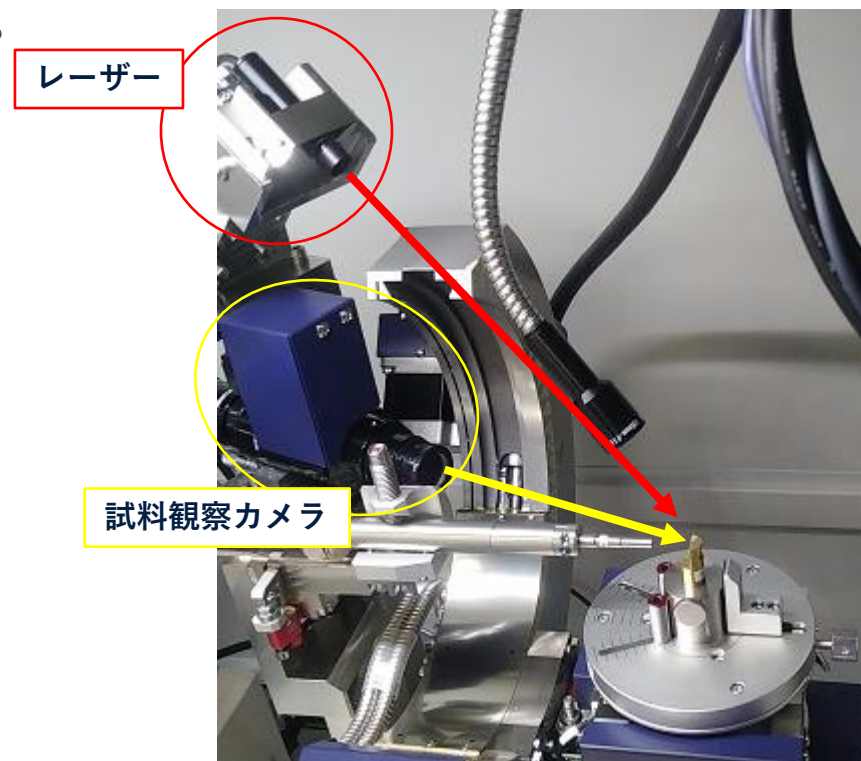
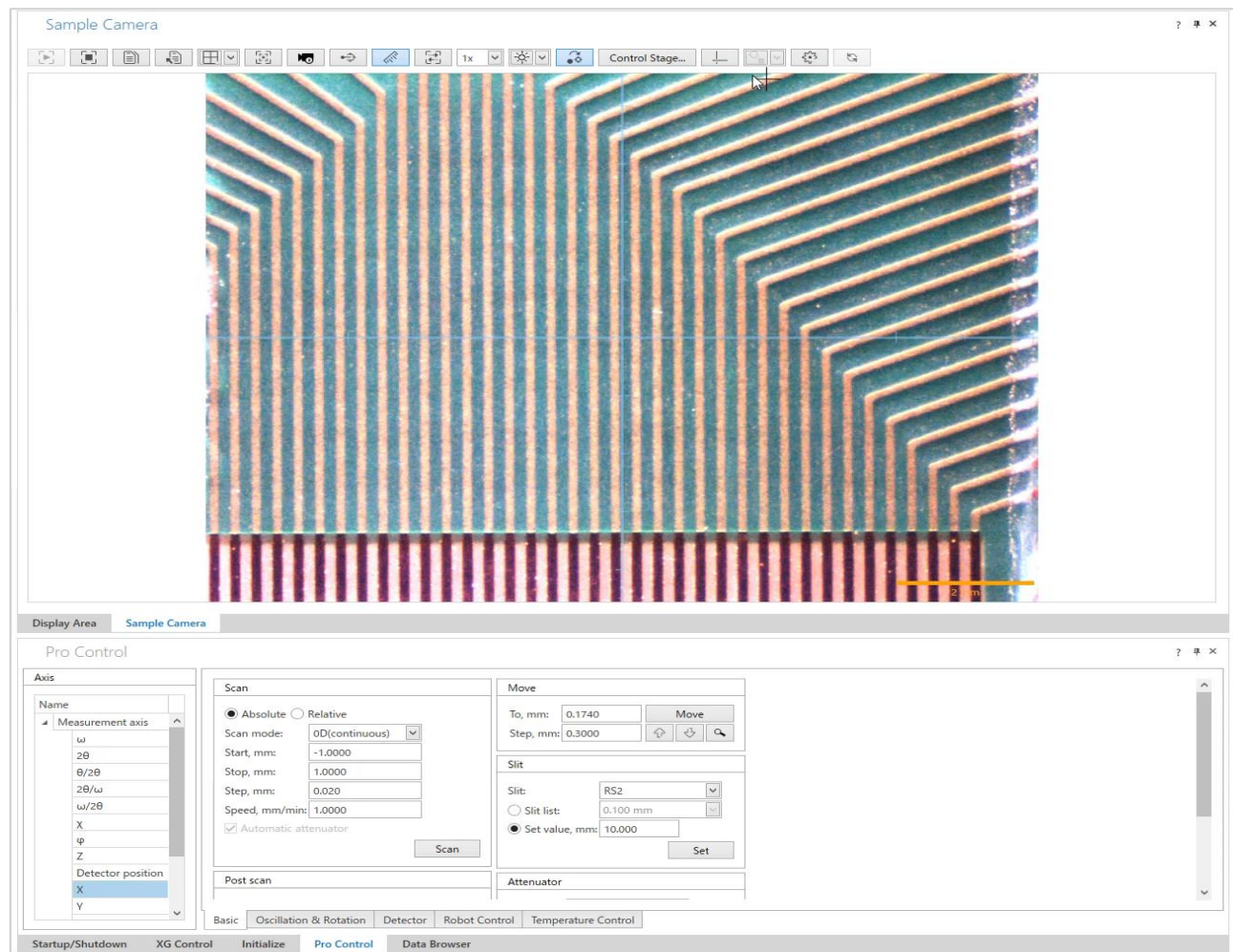
真空ポンプ (装置外)



コリメーター
最小： $\phi 10 \mu\text{m}$
最大： $\phi 500 \mu\text{m}$

試料観察カメラとレーザーによる試料高さ調整

測定点の高さを精度良く、簡単に合わせることが可能。



試料観察カメラ
光学式レンズ
ズーム倍率：×1, ×6.5, ×12

特長① 高輝度X線源

SmartLab 9kW (ライン線源)
MA 0.2 mm + ϕ 0.1 mm コリメーター

DicifferX Microarea Edition 1.2 kW
 ϕ 0.1 mm コリメーター (高分解能設定)

DicifferX Microarea Edition 1.2 kW
 ϕ 0.1 mm コリメーター (高強度設定)

強度比

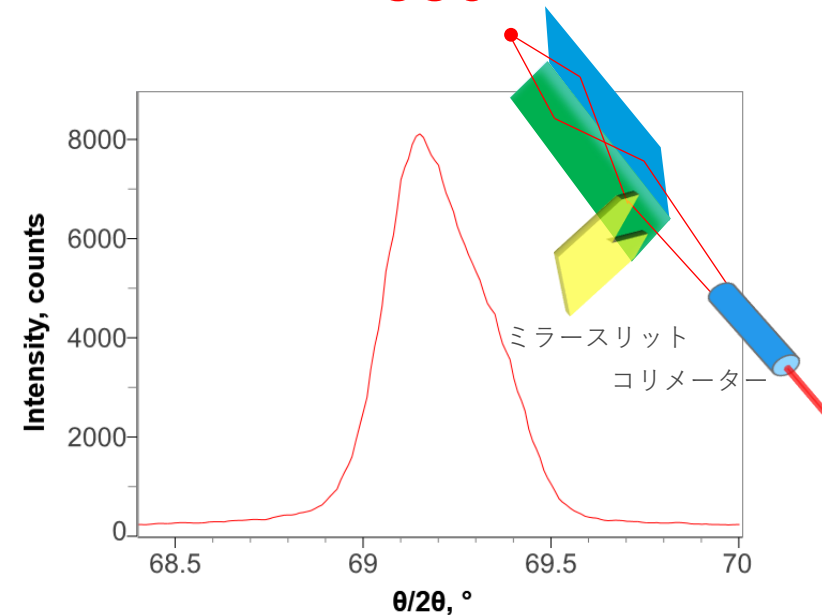
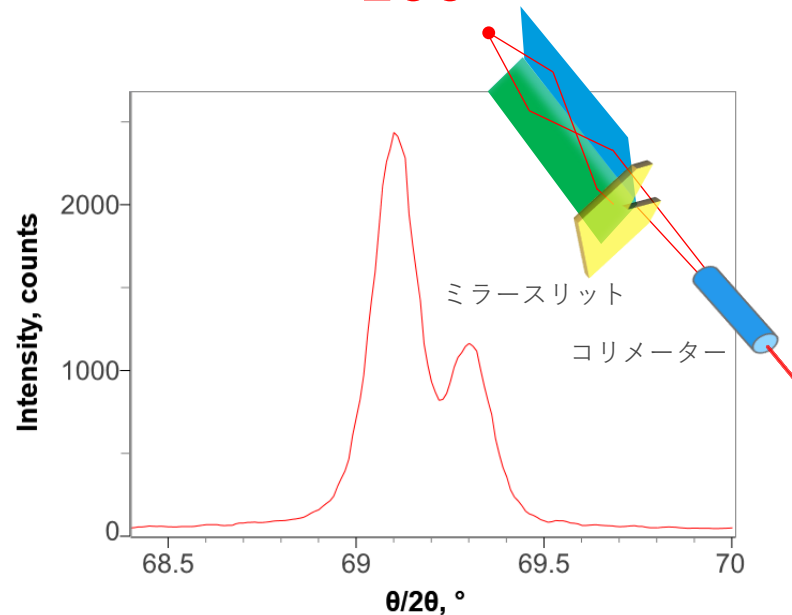
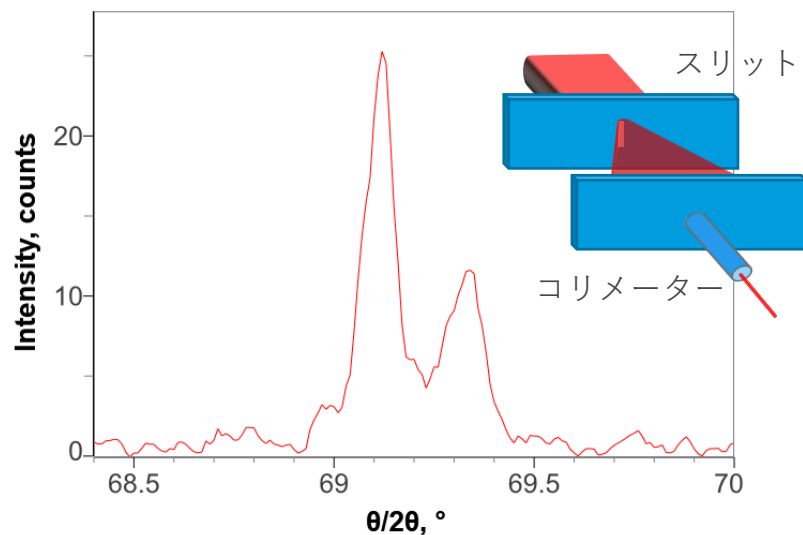
1

:

100

:

330



Cu線源
試料: NIST標準Si (SRM 640f)
スキャンスピード: 10° /min



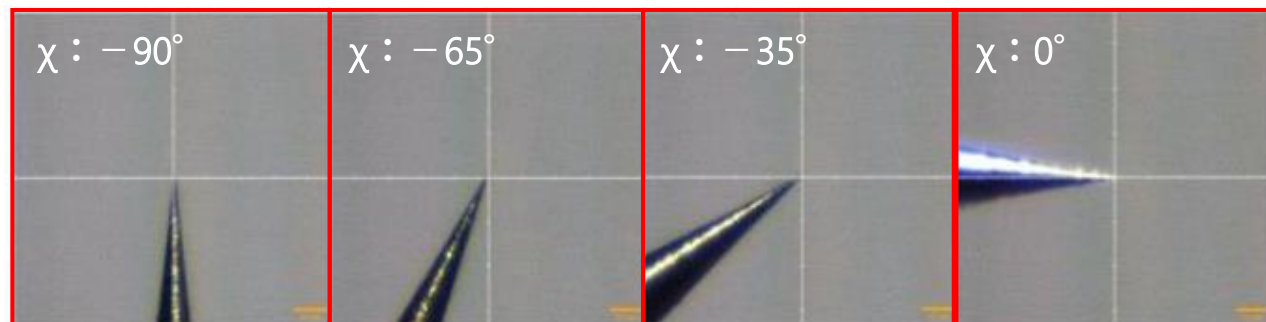
汎用機SmartLabの微小部光学系と比較して強度が非常に高い。
⇒ 1点あたり10時間かかる測定が2~6分まで短縮できる。

特長② 高精度ゴニオメーターによる安定した位置制御

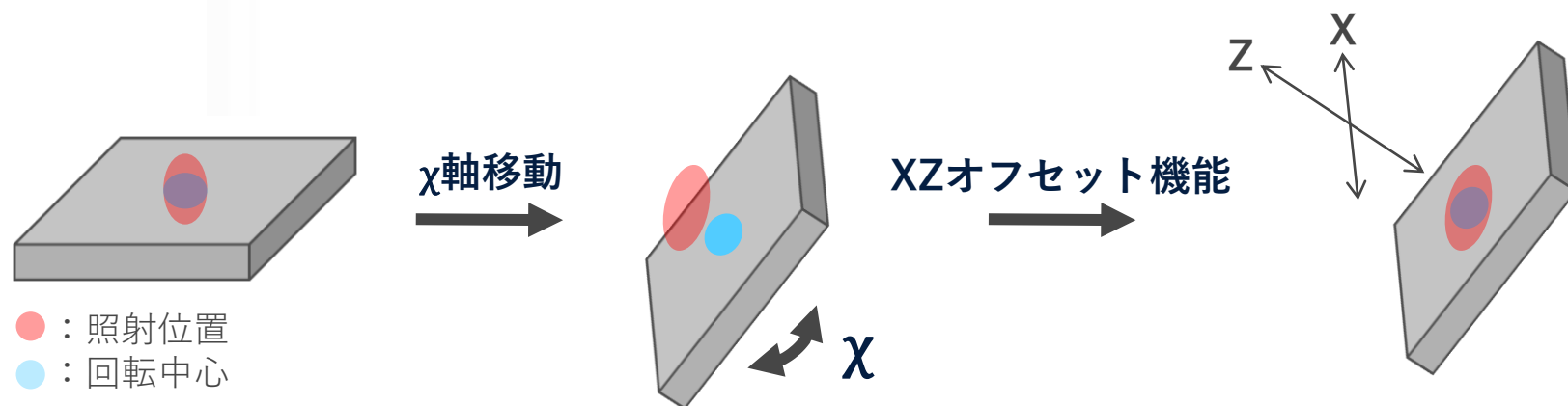
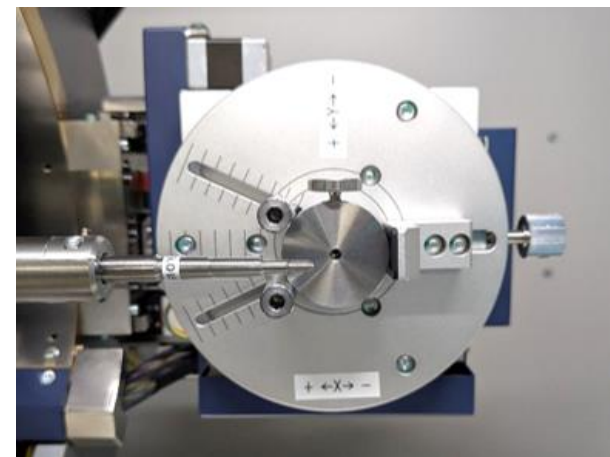


高精度ゴニオメーターとXZオフセット機能により 10 μm 以内の位置精度 を実現。

針治具を用いた χ 軸（試料のあおり軸）の交差精度



XY-52 mmアタッチメント
(X, Y軸ストローク: $\pm 26\text{ mm}$)



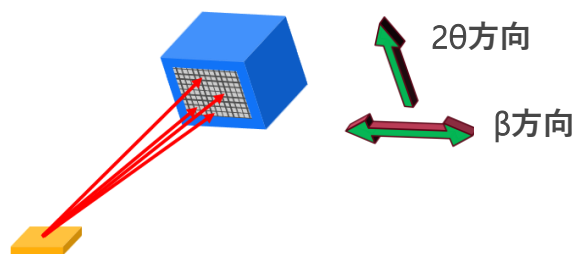
χ 軸を動かしたときに、
XZ位置を補正

● : 照射位置
● : 回転中心

特長③ 2次元検出器による効率的な測定



検出面サイズ：77.5 mm × 38.5 mm
ピクセルサイズ：0.1 mm × 0.1 mm

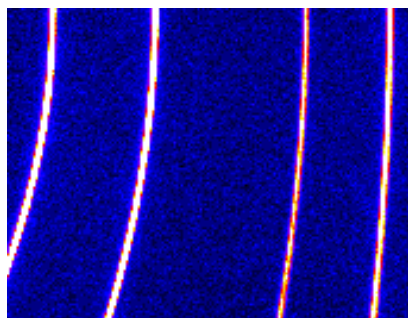


ピクセル状の検出面に 2θ と β 方向
に対する位置情報を有する

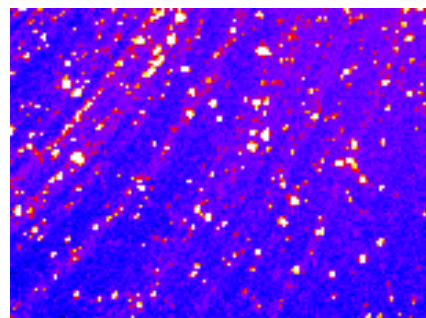
HyPix-3000

- ❑ 1つの検出器で0次元/1次元/2次元の測定モードに対応。
- ❑ 広いダイナミックレンジによりアッテネーターレス測定が可能。
- ❑ カメラ長は電動軸で制御され、ソフトウェアから任意に変更可能。
- ❑ 広い検出面積を持つため、微小部測定時に高い強度を得ることができ、2Dイメージデータから多くの試料情報を取得可能。
- ❑ 適切なエネルギーウィンドウが設定でき、鉄系試料をCu線源で測定した場合に問題となるバックグラウンドの上昇を極限までカット可能。

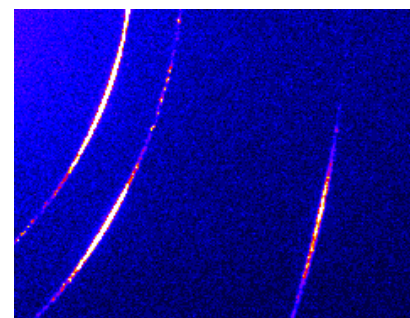
微細で無配向な粉末



粗大結晶粒



配向

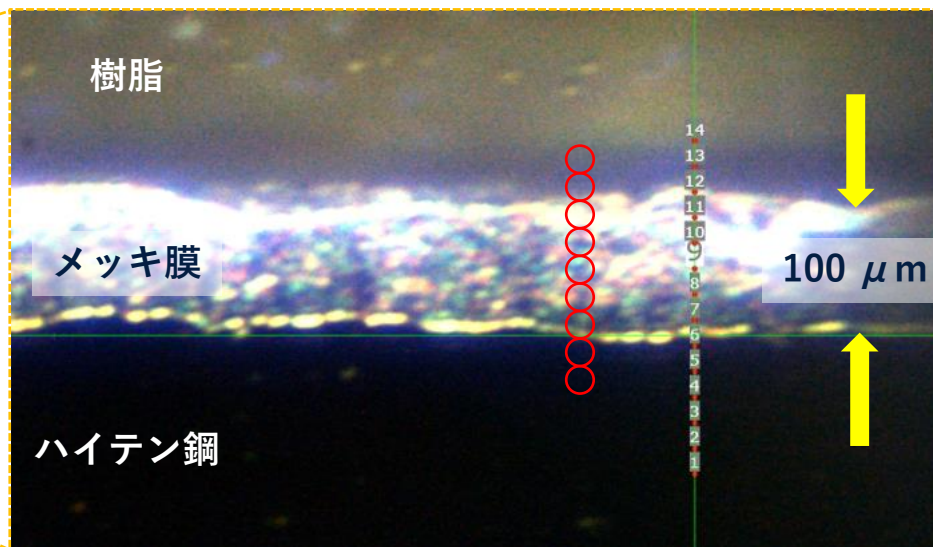
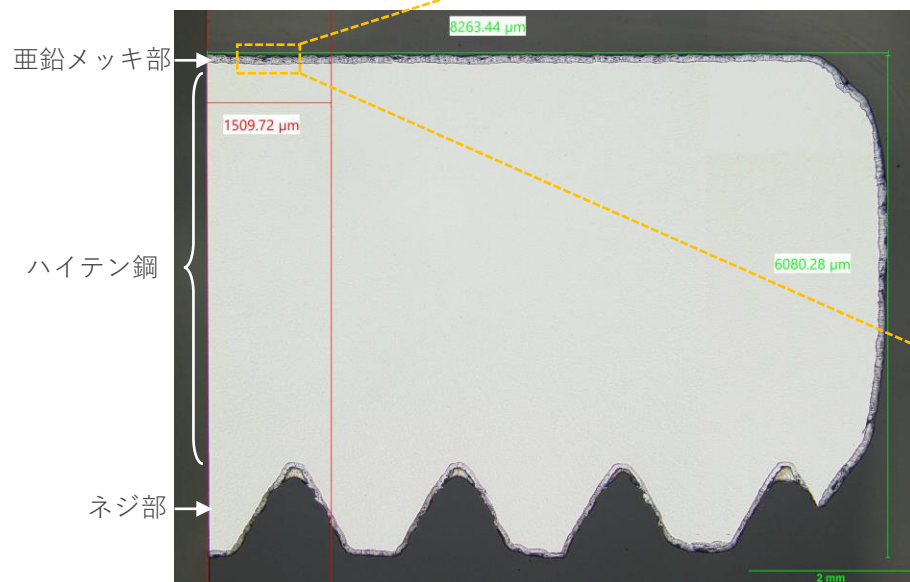
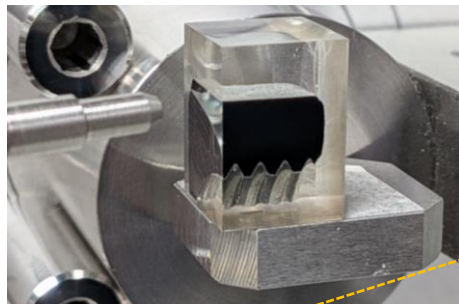


分析アプリケーションの紹介

- ①亜鉛溶融メッキ断面のマッピング分析
- ②MLCCの残留応力評価
- ③PPSフィルムの配向評価

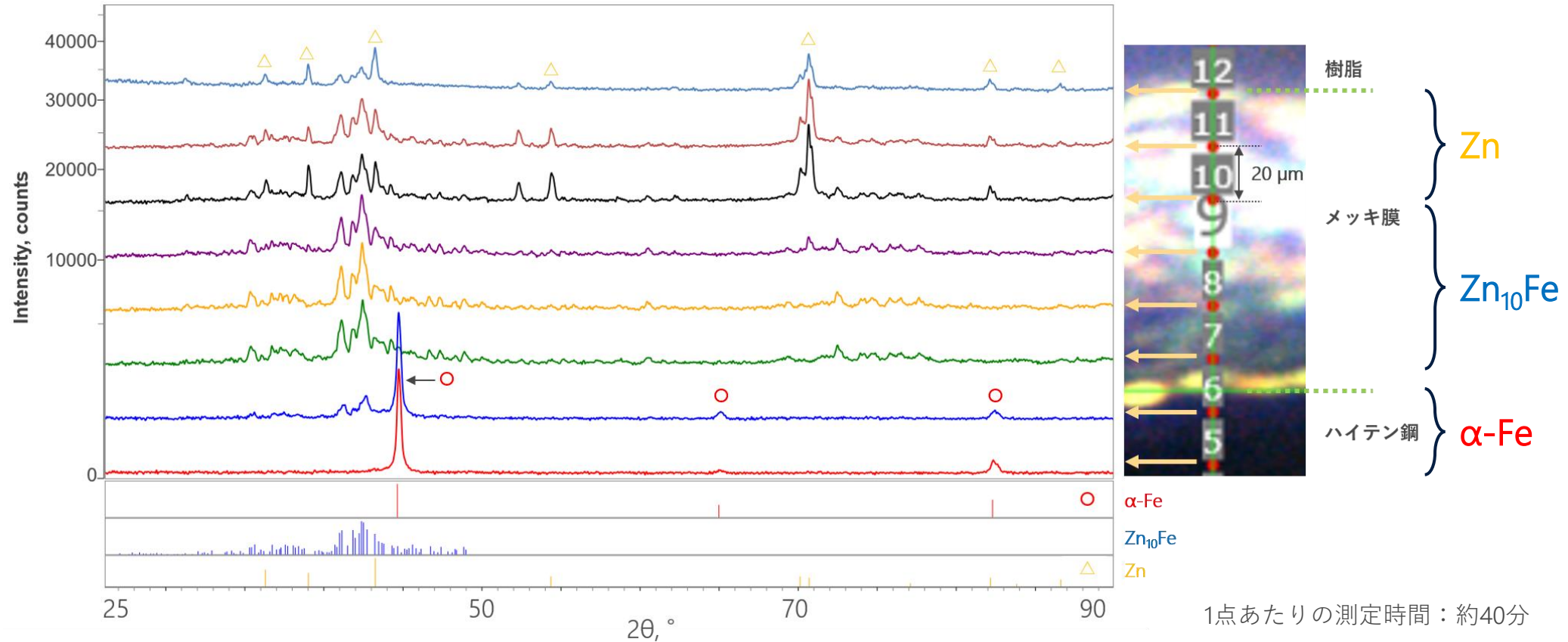
亜鉛溶融メッキ断面のマッピング分析

- DicifferX Microarea Editionで亜鉛溶融メッキしたナットの断面を測定。
- $\phi 10 \mu\text{m}$ のコリメーターを用いてメッキ膜とその周辺を $20 \mu\text{m}$ 間隔でマッピング。



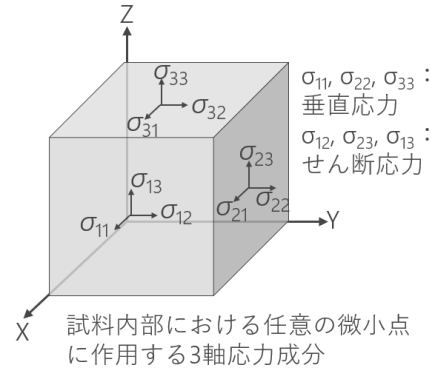
○ DicifferX Microarea Edition コリメーター $\phi 10 \mu\text{m}$ のX線照射エリア

亜鉛溶融メッキ断面の定性分析結果

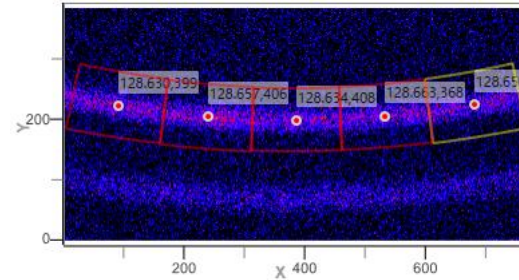


- 樹脂－メッキ膜の境界から40 μm 離れたエリアはZnが多く存在する。
 - 更に離れたエリアはZn-Fe合金 ($Zn_{10}Fe$) が多く存在する。
- ⇒ 微小部を精度良く測定できるため、膜断面の結晶相分布を把握できる。

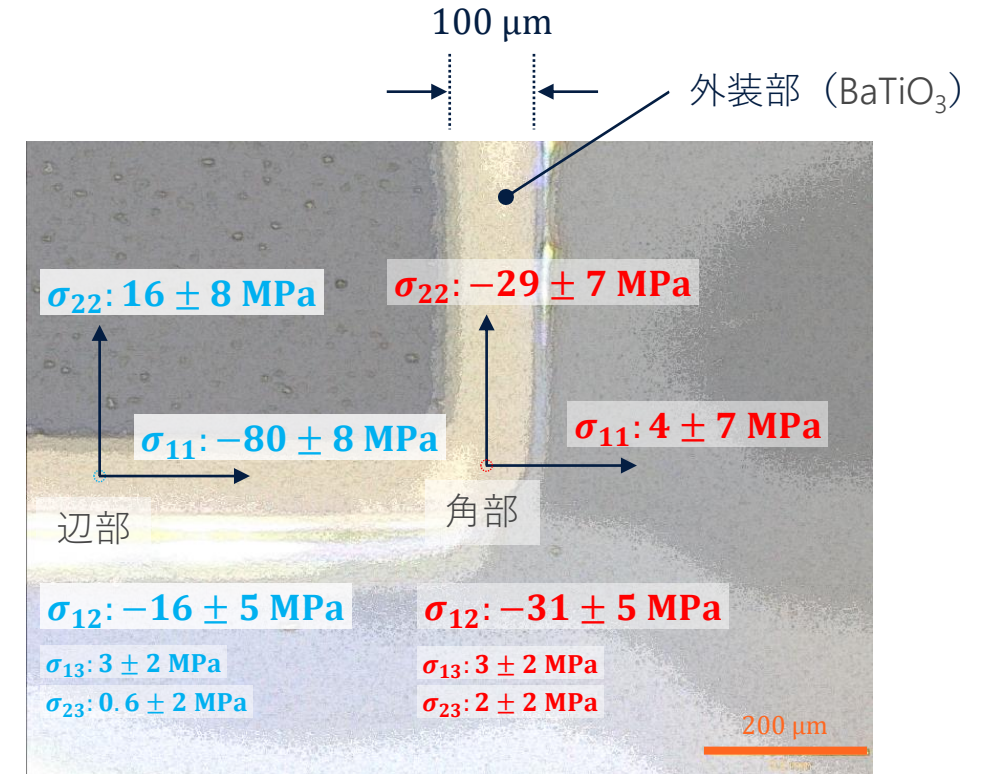
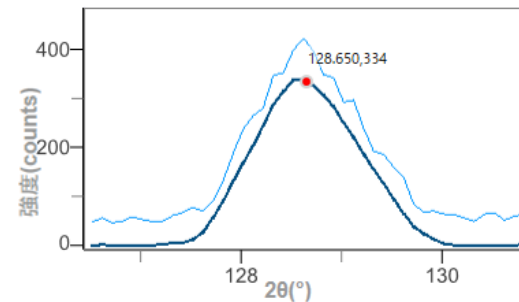
MLCC断面外装部の3軸応力解析



2D画像



1Dプロファイル変換



- $\phi 10 \mu\text{m}$ コリメーターで外装部の狙った箇所を測定できる。
 - 3軸応力解析の結果、角部は辺部と比較して、せん断応力 σ_{12} が大きい傾向が見られた。
- ⇒ 高い交差精度により狙った箇所から外れないので、測定位置ごとの応力状態の違いを詳細に把握できる。

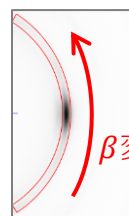
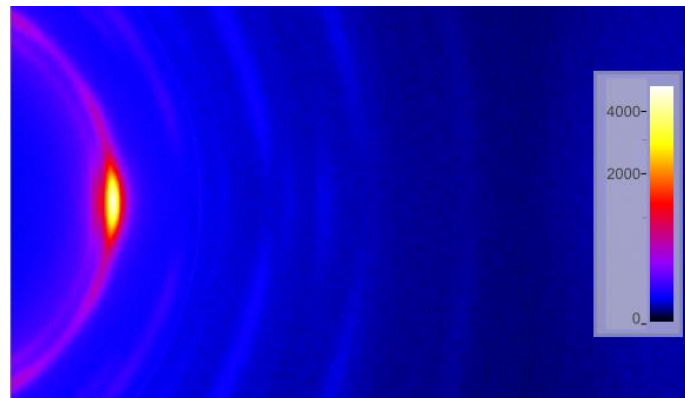
PPSフィルムの2D定性分析・簡易配向評価

25 μm 厚PPSフィルム



φ18 mm試料ホルダーに
両面テープで固定

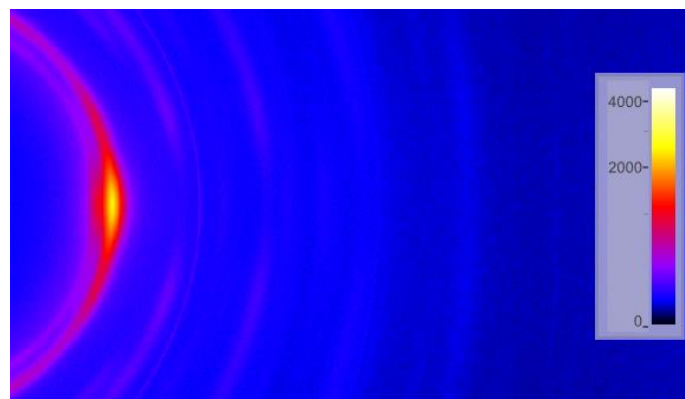
コリメーター：φ200 μm
カメラ長：110 mm
測定時間：約5分



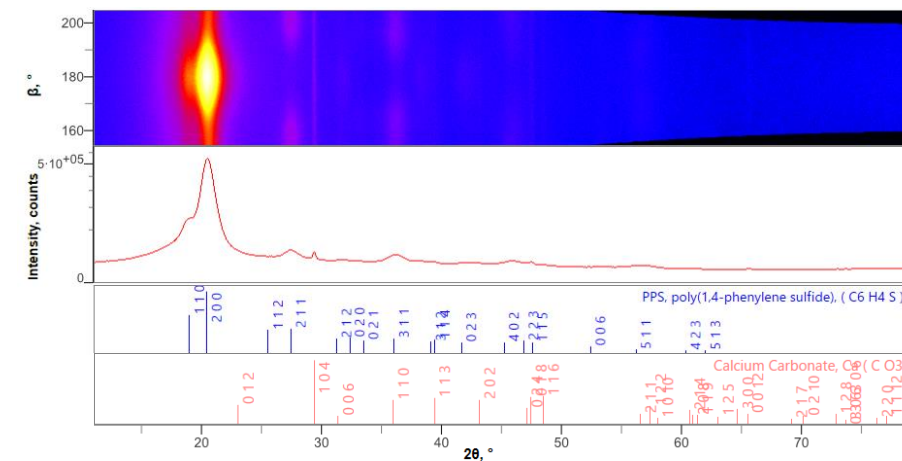
2Dスキャンで得られたデバイ環方向
(β 方向)の強度分布を評価する。

β 変換範囲：120~240°

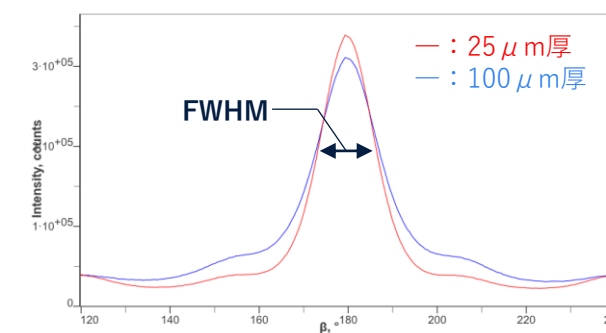
100 μm 厚PPSフィルム



PPSフィルムの定性分析結果



PPS (200)の β -Int. プロファイル



FWHM
25 μm 厚：14.3°
100 μm 厚：15.8°

2Dモードによる測定を行うことで、PPSフィルムの
定性分析と配向評価を同一データから解析できる。

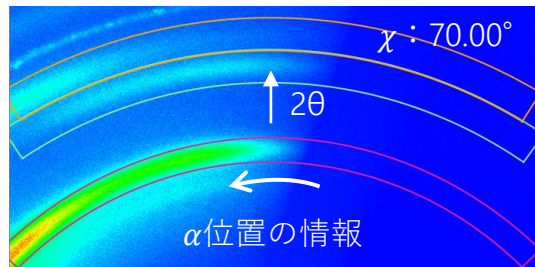
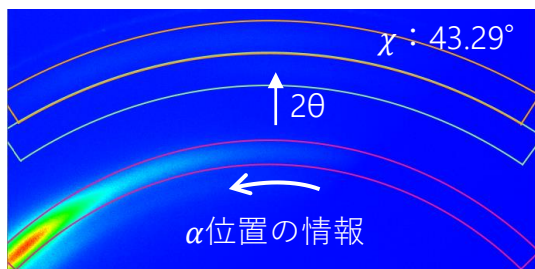
PPSフィルムの2D極点測定による配向評価

極点測定条件（測定時間：約40分）

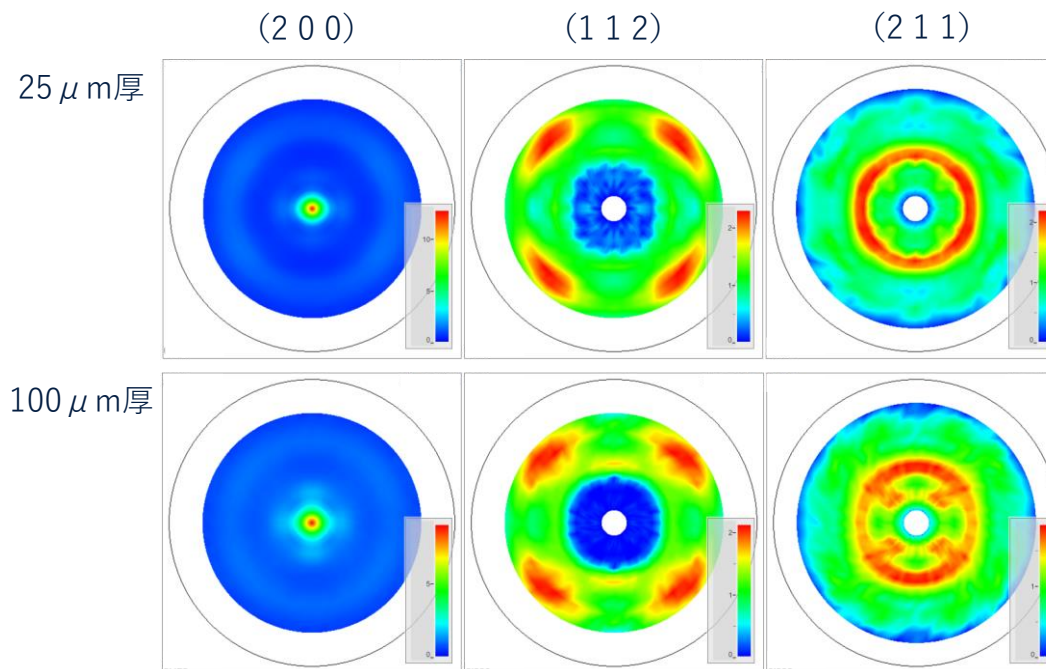
$\omega(^{\circ})$	$2\theta(^{\circ})$	$\chi(^{\circ})$	$\phi(^{\circ})$	露光時間
14.85	21.50	43.29	0-355	15秒/image
		70.00	0-355	15秒/image

 $\phi: 5^{\circ}$ ステップで取得

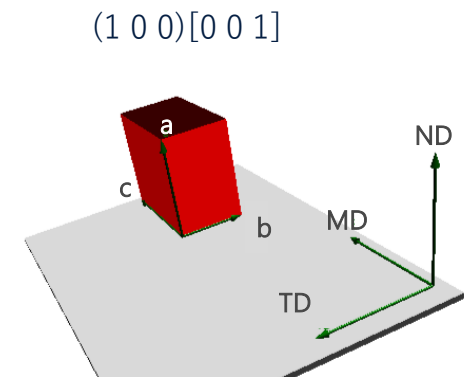
2D画像



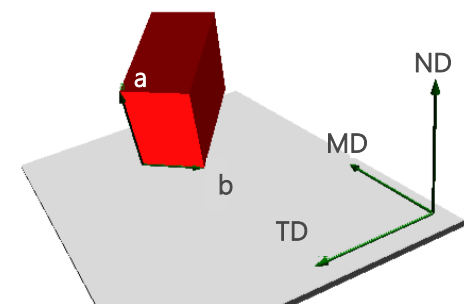
PPSフィルムの極点図


100 μm 厚PPSフィルムは(1 0 0)[0 0 1]以外にマイナーな優先方位(12 -1 5)[-1 -2 2]が存在する。

⇒ 2D測定モードは複数の極点図を迅速に取得できるため、ODF解析による優先方位の情報を、時間をかけずに解釈できる。

100 μm 厚PPSフィルムのODF解析


(12 -1 5)[-1 -2 2]


MD: フィルムの成形方向
ND: 試料表面の法線方向
TD: MDに対して試料面内方向に直交

- 1枚あたり15秒で異なる α , β 位置の強度が取得可能。
- 広い検出面積を活かし、複数の指数の極点図を同時に作成可能。



😊 高輝度X線源

😊 高精度ゴニオメーター＋XZオフセット機能
による安定した位置精度

😊 2次元検出器による高速/高強度測定



**DicifferX Microarea Editionは、
微小領域をラボ環境で高精度に評価できる！**



リガクウェブサイトの右上のボタン 「専門家に相談する」より お問い合わせください



見るチカラで、世界を変える

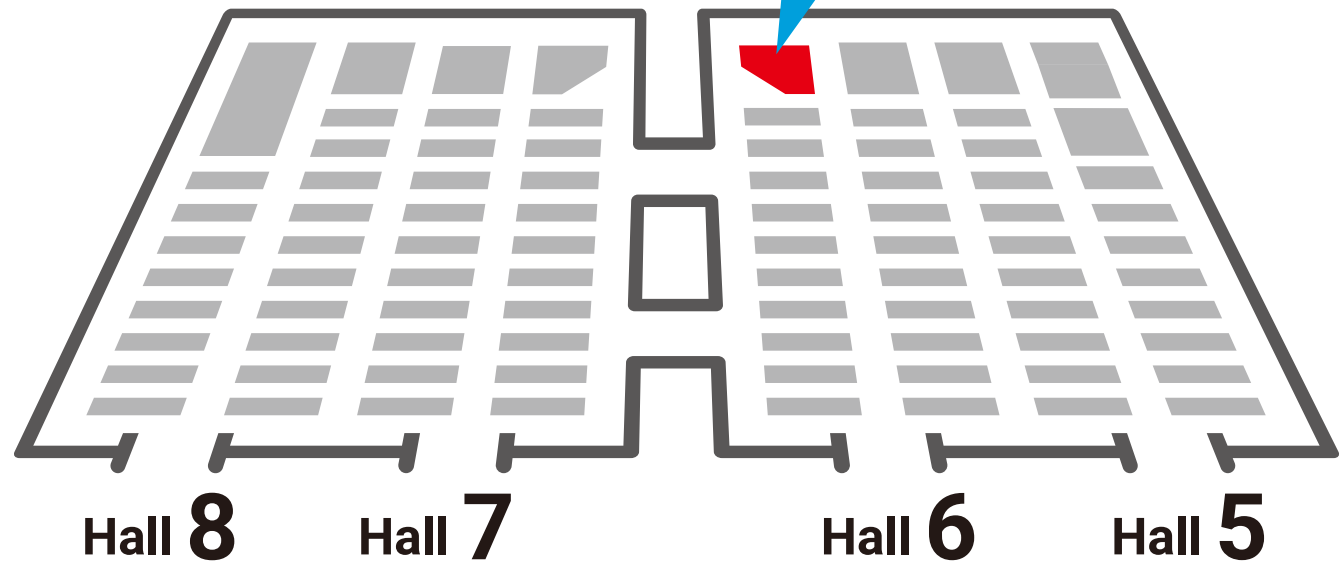
[すべての製品をみる](#)

[リガクHDについて知る](#)

材料分析の難しさを
理解しているから
わたしたちリガクは提供したい



ぜひ、リガクブースへ
お立ち寄りください！



 Rigaku

6 ホール 入って直進！

6B-1001

