

DicifferX

Microarea Edition

微小部X線回折装置



微小領域の解析に、速さと確かさを。



Rigaku

視るチカラで、世界を変える

微小部XRD測定を
研究開発、品質評価の現場へ

DicifferX

Microarea Edition



高まる微小領域の評価ニーズ

電子デバイスの小型化に伴い、積層セラミックコンデンサ (MLCC) などの電子部品は微細化、高密度化が進んでおり、数十 μm レベルの領域の物性評価ニーズが高まっています。

従来のラボ用XRDでは難しかった極微小領域の測定

X線を絞り微小ビーム化することによる強度の低下や、装置の僅かな撓みによる照射位置のずれなどの課題により、ラボ用XRDで100 μm 以下の微小領域の測定をすることは難しく、従来は放射光施設への依存が一般的でした。

微小領域測定をラボで実現する新アプローチ

DicifferX Microarea Edition は、従来の課題を解決するために、高輝度X線源、固定入射光学系、高精度多軸ゴニオメーター、軸交差補正機能によって最適化された、極微小領域の測定が可能なX線回折システムです。

必要な時に、その場で測るという選択肢

従来は外部施設に依存しがちだった微小領域の測定を、お客様のラボで、必要なときに実行可能に。研究開発、不良解析、品質評価のプロセスを加速します。

ラボで完結する微小部XRD測定

高強度



微小領域でも高い回折強度

汎用XRDとの強度比較：

- 高強度設定：約330倍
- 高分解能設定：約100倍

高精度



極微小部も高精度で照射

- 多軸ゴニオメーターの交差精度 $\pm 10\ \mu\text{m}$ 以下を実現
- 数十 μm オーダーの測定が可能

高効率



2D検出器による高効率な測定

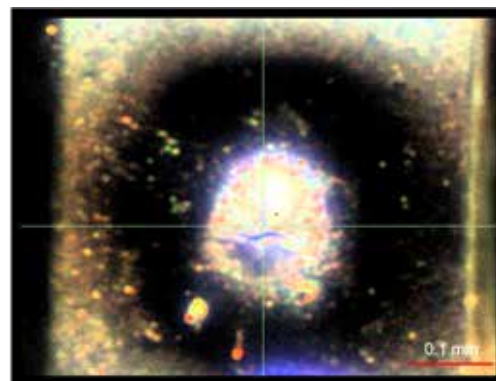
- 広範囲のデバイリングを一度に捉え、微弱な回折線であっても、高SN比で統計精度の高いデータを短時間で取得可能
- 2 θ 方向と β 方向 (リング周方向) の情報を同時に取得できるため、試料の配向状態や粗大粒子の有無を視覚的に評価可能



定性・定量分析

数十 μm レベルの微小異物や析出物の結晶相を同定できます。元素分析では得られない結晶構造情報から材料を識別し、不良解析や材料評価に有効な知見を提供します。

- 電子部品の不良解析
- 微小異物の解析
- 異物混入の原因調査

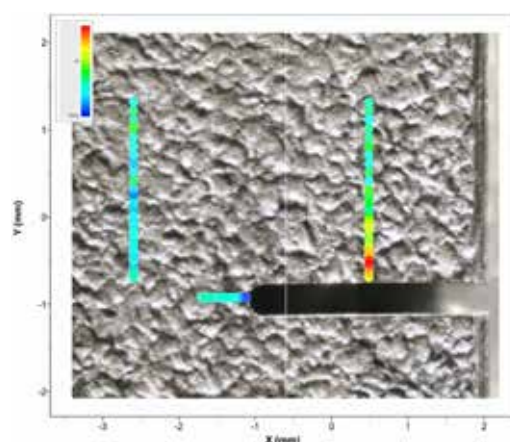


微小領域の定性分析

残留応力評価

小型部品の製造プロセスで生じる応力分布を、微小領域においても高精度に分析することができます。これにより、加工条件や製造工程が部品に与える影響を詳細に評価できるため、品質向上や不良原因の特定、製品の信頼性向上に貢献します。

- 焼成応力
- 熱膨張差による残留応力
- せん断応力

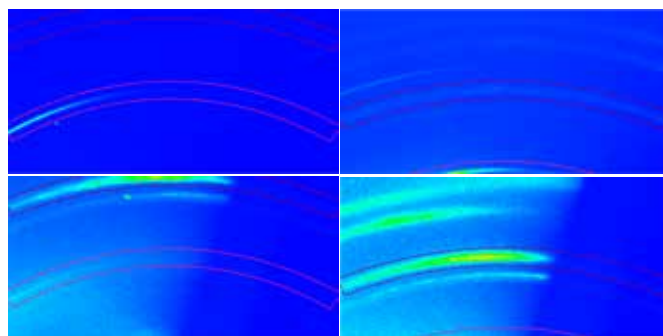


微小部の3軸応力解析

結晶性・配向性評価

樹脂部品やフィラーを含む複合材料の結晶性や配向性を評価できます。材料内部の構造を解析することで、製品性能や品質向上に貢献します。

- 結晶性樹脂、フィラーの配向状態
- 結晶化度
- 配向度

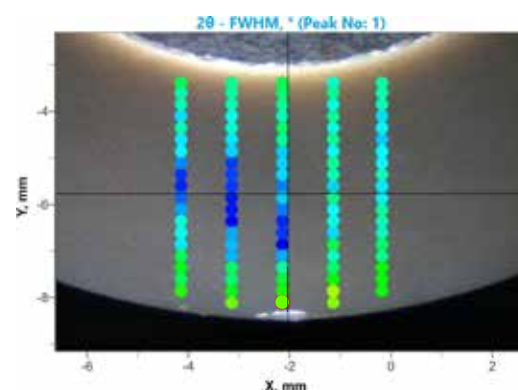


2D露光データ

多点マッピング測定

多点マッピング測定により、結晶性や配向性、残留応力などの分布を空間的に可視化できます。材料や部品のばらつきを視覚的に把握でき、不良解析や製品開発に活用できます。

- 電子部品の構造ばらつき評価
- 半導体パッケージの応力分布評価
- 樹脂・複合材料の配向分布評価
- 接合部・ろう付け部周辺の特性評価

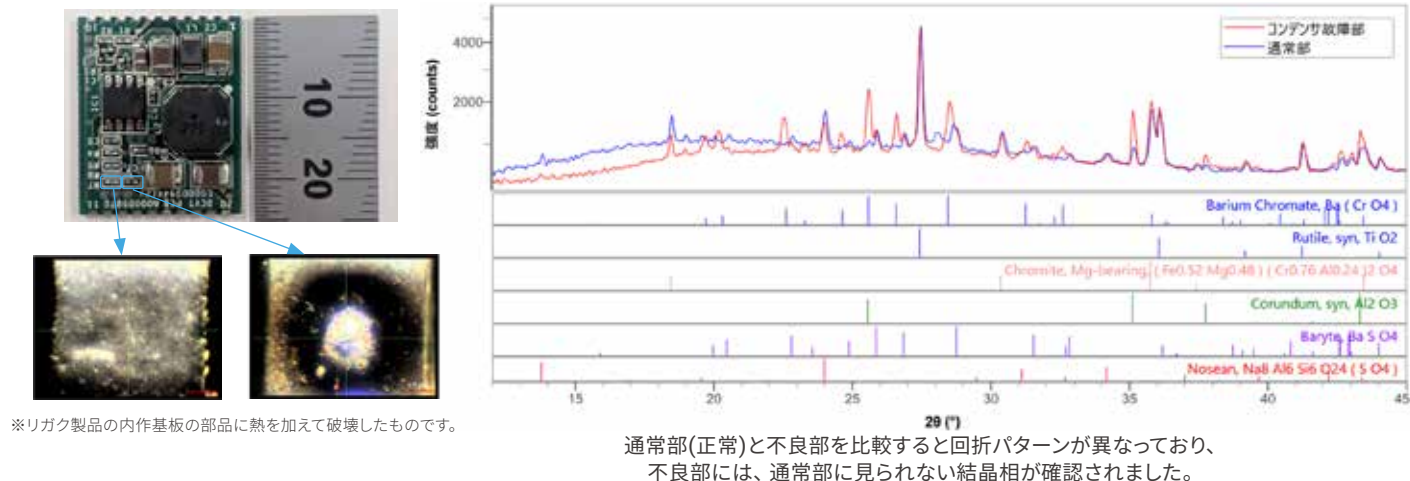


多点マッピング測定による可視化

微小部XRDのアプリケーション

基板上的電子部品の定性分析

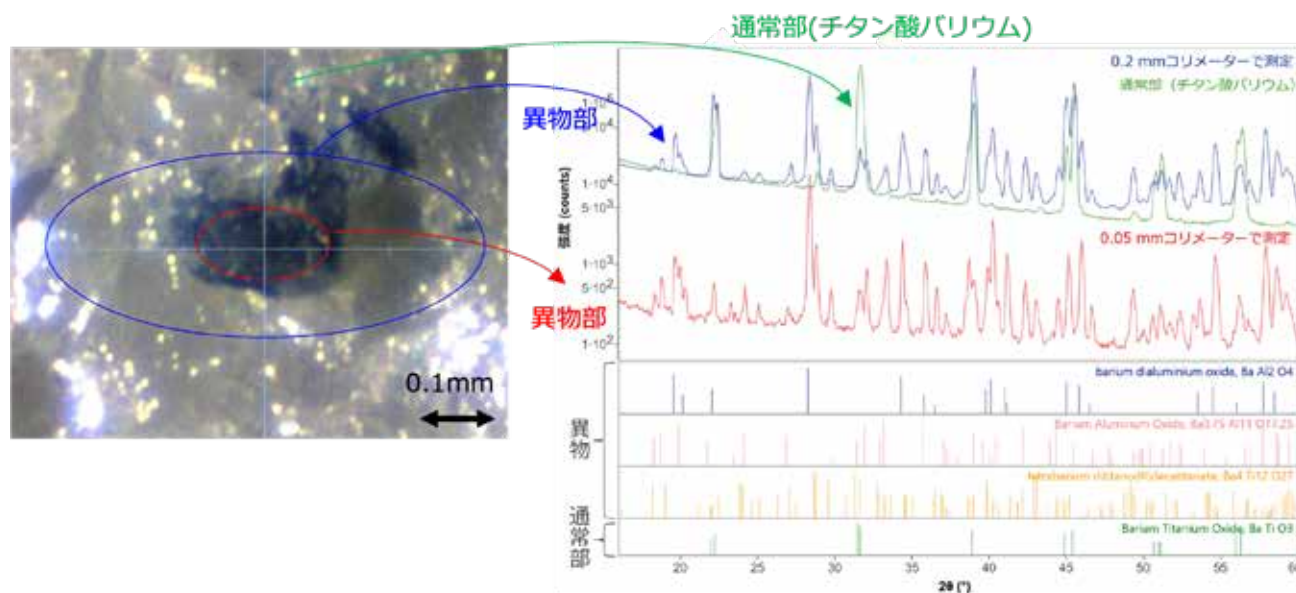
コンデンサ故障箇所の定性分析結果



高密度に実装された電子部品の中から、解析対象となる微小領域へ選択的にX線を照射できます。周辺部品の影響を抑えながら、局所的な結晶構造や結晶配向を評価できるため、不良解析や品質評価、故障原因の究明に有効です。正常部と故障部を比較することで、故障のメカニズムやそれらの原因などを特定する手段の一つとして利用できます。

実装後の部品や故障部品などの評価に利用できます。

チタン酸バリウム上の黒色異物の定性分析

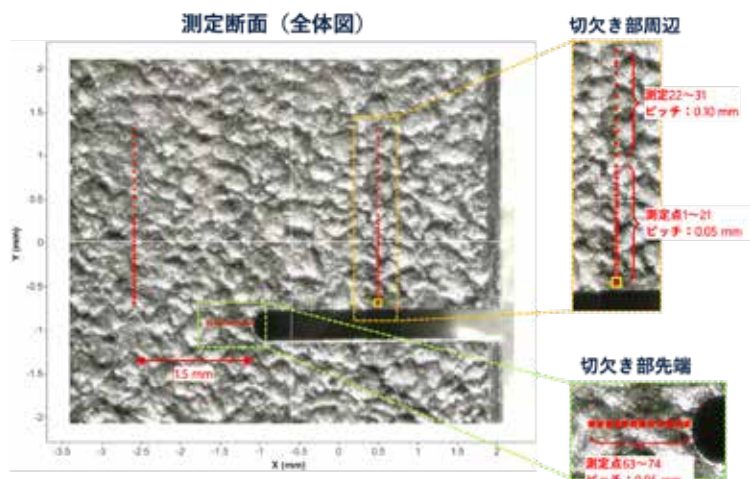


写真の黒い部分は焼結したチタン酸バリウム上に付着した異物で、SEM-EDSではBa Ti Al Oの元素の存在が確認されていました。0.2 mmコリメーターでは、異物以外の部分にもX線が当たり、異物 (グラフ青) と周囲のチタン酸バリウム (グラフ緑) のピークが混在して確認されました。一方、0.05 mmコリメーターにより異物のみにX線を当てた結果、異物部 (グラフ赤) のみの定性分析が可能になりました。

- ・異物の大きさに合わせ、コリメーターを選択可能
- ・ピークが混み合う試料では、照射領域を絞った高分解能設定が有効

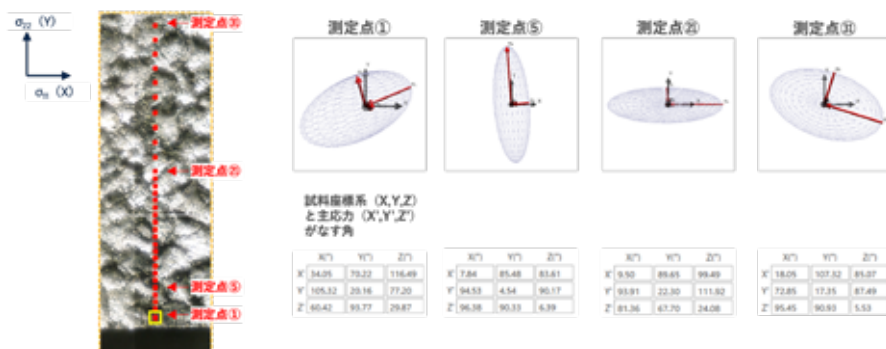
Co線源による、ばね鋼の残留応力評価

ショットピーニング処理を施したばね鋼に3 mmの切り欠きを加工し、切り欠き周辺および切り欠きから離れた位置での残留応力を測定しました。ショットピーニングにより導入された圧縮残留応力は、切り欠き部における応力開放や応力集中の影響を受け、局所的に引張応力へ変化する様子が確認されました。



- ばね鋼にワイヤー放電加工で約3 mmの切り欠きを入れています。
- コリメーターφ0.05 mmを用いて、切り欠き部の周辺からY方向に沿って計31点の残留応力測定を行いました。
- 切り欠き先端からX方向に約1.5 mm離れた位置からY方向に沿って同様に残留応力測定を行い、切り欠き部周辺の測定値と比較しました。

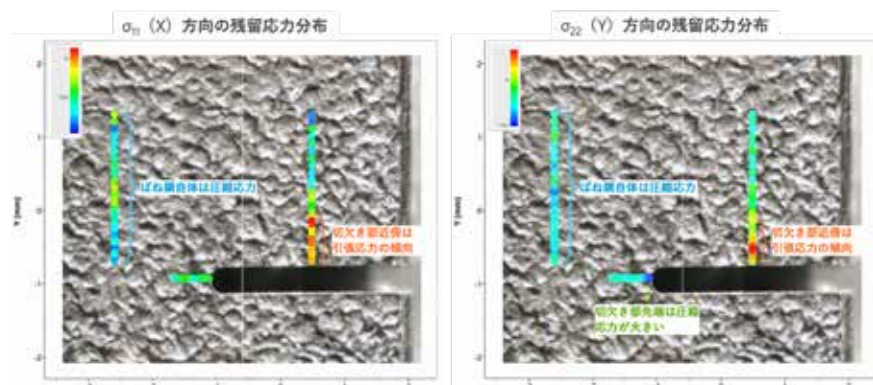
切り欠き部周辺の3軸応力測定結果



- 3軸応力解析により材料内部の応力状態を3次的に評価可能です。
- 切り欠き部周辺（測定点①、⑤、②①、③①）の3軸応力解析結果を示します。σ₃₃がゼロ応力相当に収束していることから、解析値は妥当であると考えられます。

測定点	垂直応力 (MPa)			せん断応力 (MPa)			主応力 (MPa)		
	σ ₁₁	σ ₂₂	σ ₃₃	σ ₁₂	σ ₂₃	σ ₁₃	σ ₁	σ ₂	σ ₃
①	-23.7 ±50.1	12.9 ±50.1	1.0 ±17.5	-16.6 ±19.4	9.6 ±8.2	18.3 ±8.2	-40.3	19.8	10.6
⑤	-72.1 ±57.8	243.9 ±57.8	0.2 ±20.3	-25.2 ±22.4	-1.4 ±9.4	-8.3 ±9.4	-75.0	245.9	1.1
②①	-304.3 ±57.2	-84.5 ±57.1	0.1 ±20.0	6.2 ±22.0	45.5 ±9.3	52.1 ±9.3	-313.0	-103.3	27.6
③①	-342.9 ±39.0	-217.2 ±39.0	0.1 ±13.6	44.6 ±15.1	0.7 ±6.4	-32.3 ±6.4	-359.8	-203.3	3.14

残留応力分布



- マッピング測定により試料全体の残留応力状態を詳細に把握できます。
- 切り欠きのない部分は、圧縮応力が働き、切り欠き近傍は引張応力の傾向がみられます。

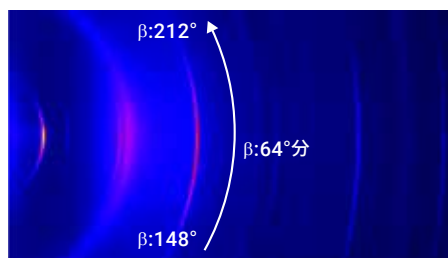
LCPコネクタ中フィラーの簡易的配向性評価および極点測定

配向状態の評価には、2D回折像から得られる β プロファイルのピーク幅（半値幅）を用いて配向度を簡便に比較する方法と、極点測定（Pole Figure）により結晶がどの方向へ配向しているかを広範囲に評価する方法があります。目的に応じて使い分けることで、迅速な配向評価から詳細な配向解析まで対応可能です。

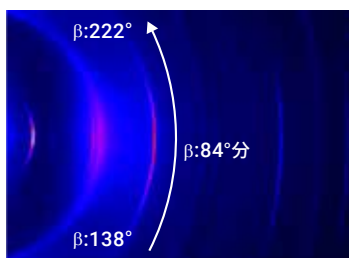
β プロファイルによる配向評価

Talc (006) デバイリングの方位角 (β) プロファイルを解析することで、LCP中に分散したフィラーの配向度を簡便に評価できます。また、試料-検出器間距離（カメラ長）を変更することで、測定可能な角度範囲や角度分解能を用途に応じて最適化できます。

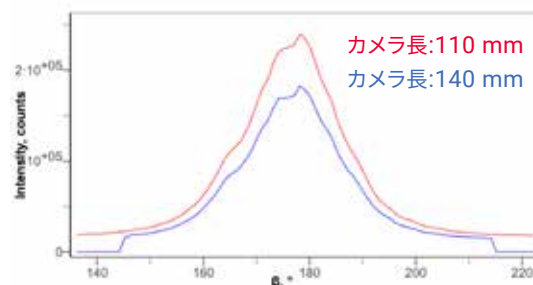
カメラ長140 mm



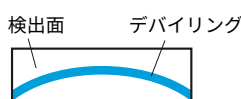
カメラ長110 mm



Talc (006)の β プロファイル



入射側から試料を見た場合



あおり (χ) 方向
ランダムな試料



格子面が試料表面と
平行に強配向



カメラ長は電動で駆動し、ソフトウェア上で変更可能

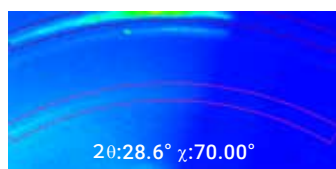
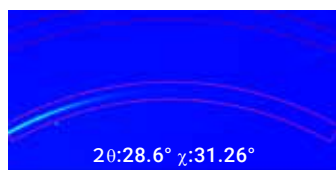
極点測定による配向評価

広い α 角範囲をカバーした極点図を取得することで、配向ピークの半値幅（FWHM）を高精度に算出できます。

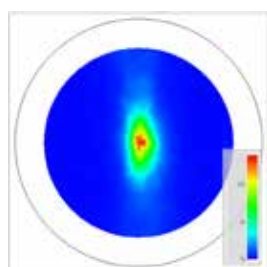


$\phi:0^\circ$ において
RDを検出器方向
にセット

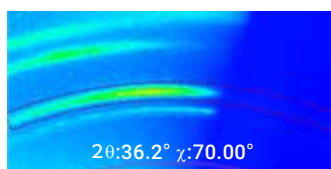
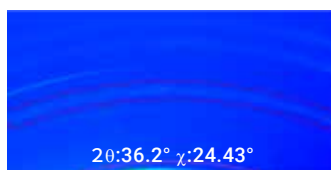
Talc 006



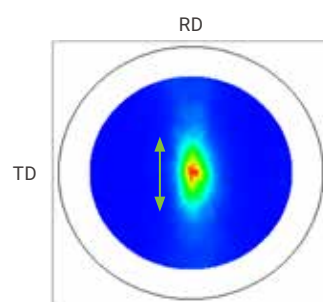
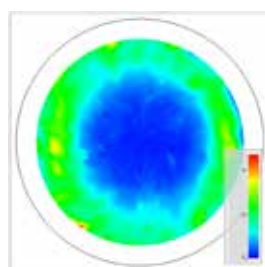
Talc 006 極点図



Talc 132

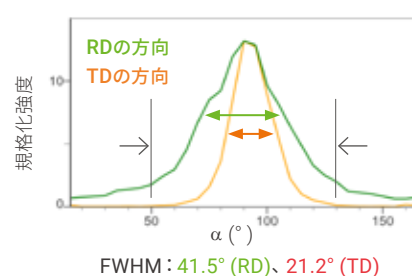


Talc 132 極点図



Talc 006極点図からRDの方向にc軸の
ばらつきが大きい

2D画像1枚で取得できる α 範囲(カメラ長:110 mm)



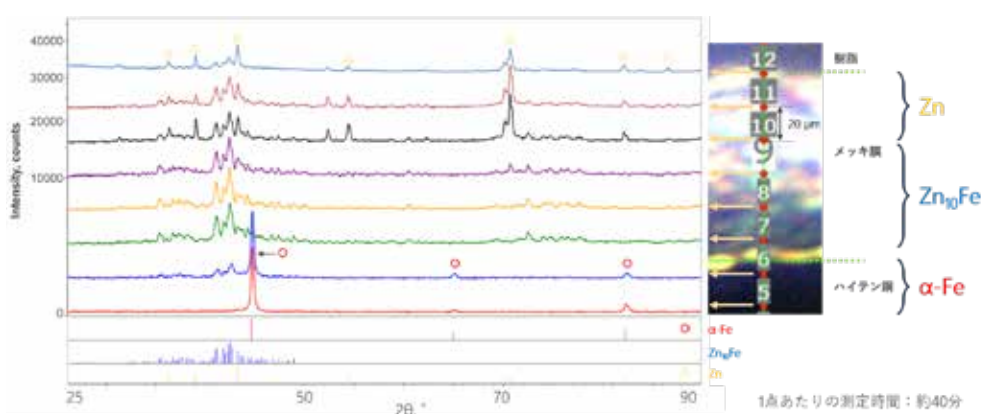
金属部品の微小領域における微小部XRDマッピング

金属部品のめっき膜に対する定性分析や応力評価が可能です。高空間分解能の微小部XRD測定により、めっき層や界面近傍における結晶相分布や残留応力を詳細に可視化できます。

溶融亜鉛めっき断面の微小部XRDマッピング



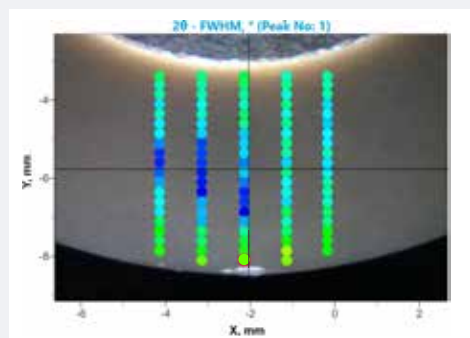
DicifferX Microarea Editionを用いて、溶融亜鉛めっき断面の微小部XRDマッピングを実施しました。φ10 μmコリメーターにより高い空間分解能を実現し、めっき層およびその周辺領域を20 μmピッチで測定。得られた回折パターンをクラスタリング解析することで、めっき層内外の結晶相分布や組織変化を可視化できます。



めっき膜界面から約40 μmの領域ではZn相が主に検出されました。一方、母材であるハイテン鋼に近いめっき層内部ではZn-Fe合金相 (Zn₁₀Fe) が優勢であることが確認されました。DicifferX Microarea Editionはφ10 μmコリメーターによる高い位置分解能を実現しており、膜厚方向における結晶相の変化や分布を可視化し、めっき層の形成状態を詳細に評価できます。

多点マッピング機能

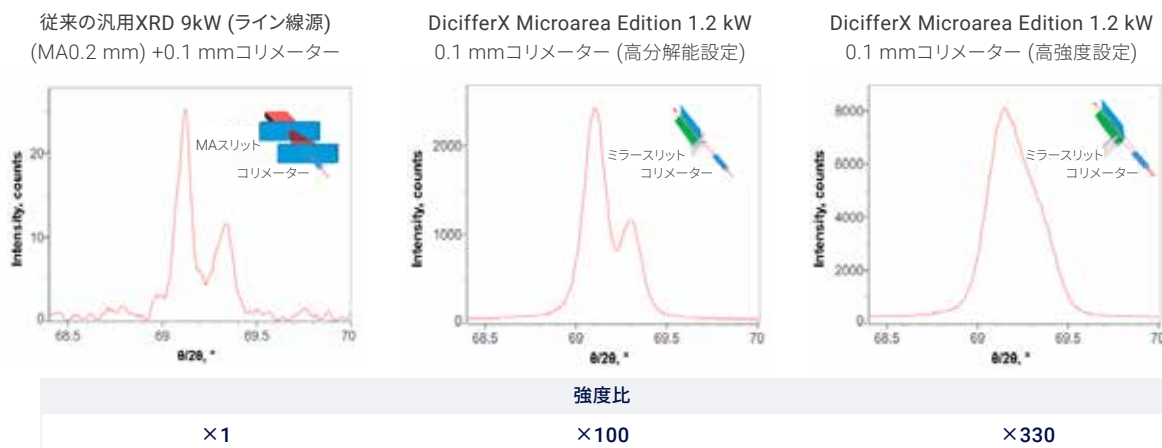
ラインマッピングだけでなく、メッシュ測定にも対応しており、特定の回折ピークの強度や半値幅の分布を可視化することが可能です。



微小領域でも高い回折強度

高輝度X線源と多層膜集光ミラーにより、高強度のX線照射を実現

本装置では、微小領域XRD専用に開発した高輝度ポイントフォーカスX線源と、人工多層膜集光ミラーの組み合わせにより、高強度のX線照射を可能とし、微小領域XRDにおけるX線強度不足の問題を解決しました。ライン線源を採用した汎用XRDと比較すると、高分解能設定の場合で約100倍、高強度設定の場合で約330倍のX線強度を実現し、短時間でも高強度で測定できるため、微小領域XRD測定をお客様のラボ内で日常的に実施頂くことが可能です。



極微小部も高精度で照射 | 試料位置ずれの問題を解決し、数十μmオーダーでの測定を実現

固定入射光学系によりX線ビームを安定して照射

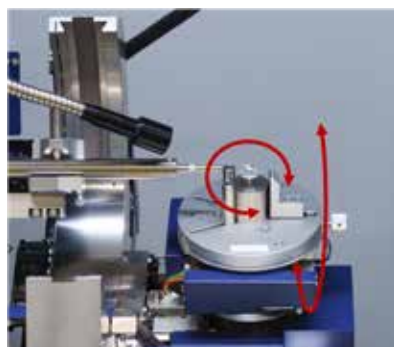
DicifferX Microarea Editionでは放射光ビームラインと同様にX線源が固定された構造を採用することにより、ずれのない正確なビーム照射を実現しました。

微小領域専用の高精度多軸ゴニオメーター

微小領域専用にデザインされた本装置の高精度多軸ゴニオメーターは、試料位置での高い照射精度を実現しました。

軸交差補正機能

機械的精度の高さでは解決しきれない僅かなズレに対しては、ソフトウェアによる補正を組み合わせた独自の軸交差補正機能により交差精度±10 μm以下の精密さを実現しました。これにより、数十μmオーダーの極微小部の正確な測定を可能にしました。



高精度多軸ゴニオメーター

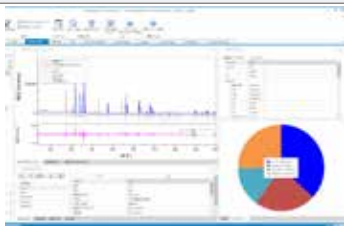
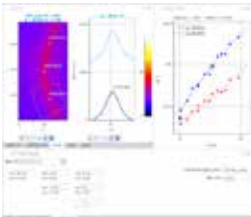
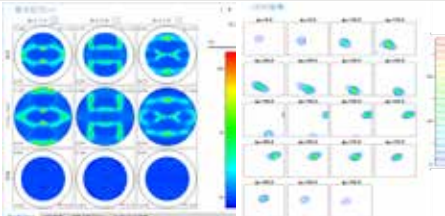
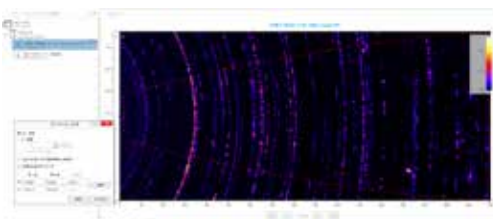
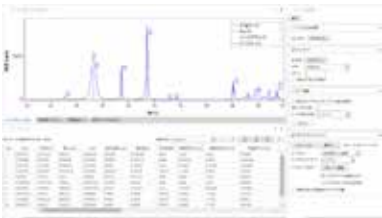
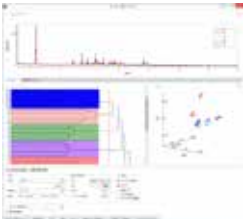


Φ回転から傾けて、回転中心の移動を確認

ソフトウェア

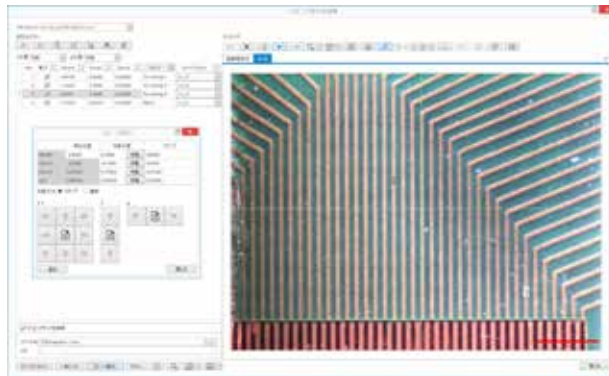
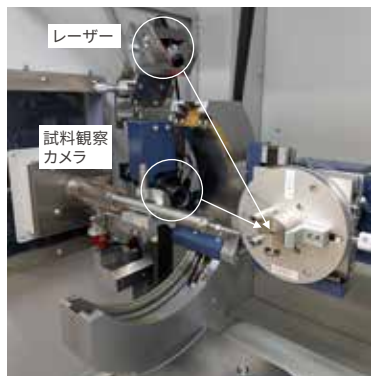


統合X線回折ソフトウェア SmartLab Studio II は、測定だけでなく基本的な回折データ解析から相分析、残留応力解析、極点図・ODF解析まで幅広い解析機能を搭載しています。2D回折画像の1D変換、ICDD PDFデータベースやCODを用いた相同定、 $\sin^2\psi$ 法や3軸応力解析による残留応力評価に対応しており、さらに集合組織解析やクラスタ解析など高度な材料評価を実現します。

主な解析機能/データ処理	機能/評価内容
定性、定量 (Phase Analysis)	• XRDパターンとICDD PDFデータベースの照合結果 • ピークマッチング結果 • 候補結晶相一覧 
残留応力解析	• $\sin^2\psi$プロット • 残留応力値算出結果 • 応力分布マップ • 2D応力解析結果 
極点図・ODF解析	• Pole Figure (極点図) • 3D極点図表示 • ODF (結晶方位分布関数) • 配向度評価結果 
2Dデータ処理	• 2D回折像 (デバイリング) • β方向強度分布 • 2D→1D変換結果 • 積分後の回折パターン 
基本データ処理	• ピーク位置解析 • FWHM評価 • 積分強度評価 • 結晶子サイズ (Scherrer法) 評価 
データ可視化・クラスタ解析	• PCAプロット • クラスタマップ 

操作性・利便性を追求した機能

容易な光学系調整



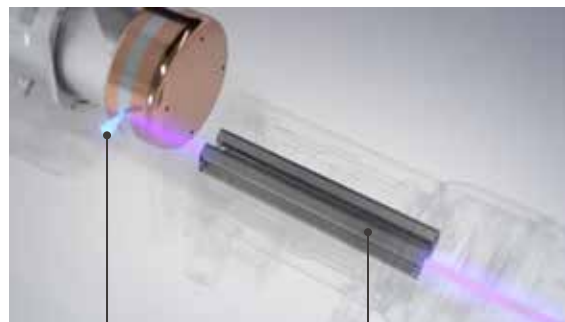
照射位置の設定は、測定する位置を光学ズーム式可変試料観察カメラで確認しながら行います。倍率は試料や照射領域のサイズに応じ、ソフトウェアで25倍、150倍、300倍の3種類から選択します。また、レーザーを使用して試料の位置 (Z値) を簡単に設定することが可能です。

2波長切換え機能

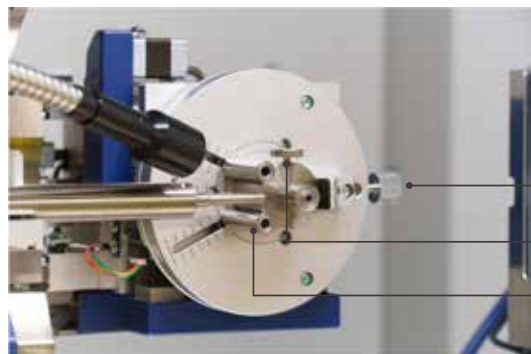
ターゲットとミラーは電動軸を搭載しており、評価目的に応じて簡単に波長を切替えることができます。

組み合わせ : Cu - Mo
組み合わせ : Cu - Co
組み合わせ : Cu - Cr

Cu : 全ての測定
Mo : 定性分析、極点測定、および高い透過率を必要とする測定
Co : 定性分析、極点測定、および残留応力測定
Cr : 残留応力測定



試料ホルダー



汎用試料ホルダー



粉末試料用 (深さ0.5 mm)



バルク試料用 (φ18 mm)



小サンプル用 (φ3 mm)



仕様

X線発生装置およびミラー

回転対陰極材質	Cu	Mo	Co	Cr	Cu/Cr	Cu/Co	Cu/Cr
X線発生器	RA-Micro7 HFE				RA-Micro7 HFE DW		
最大電圧/電流	40 kV、30 mA	50 kV、24 mA	40 kV、15 mA	35 kV、25 mA	各材質に対する電圧/電流はシングルと同じ		
最大出力	1.2 kW	1.2 kW	0.6 kW	0.875 kW	各材質に対する出力はシングルと同じ		
X線ミラー	VariMax mirror HF				VariMax mirror HF DW		

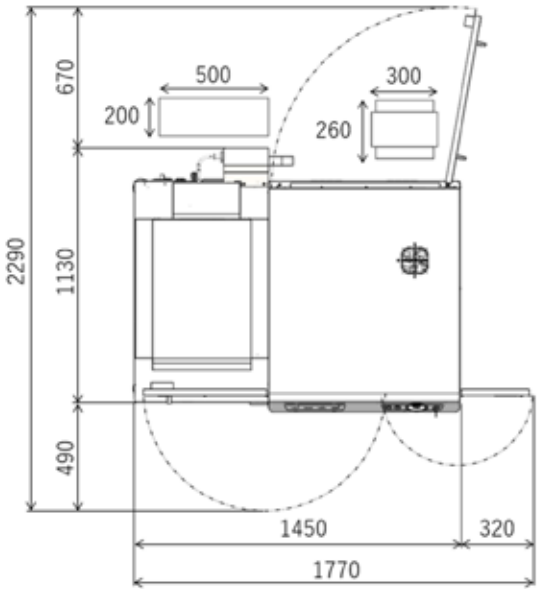
検出器

検出器	HyPix-3000	HyPix-3000HE
検出方式	直接検出型フォトンカウンティング	
検出素子	ピクセル型シリコン半導体素子	
ピクセルサイズ	100 μm×100 μm	
有効面積	77.5 × 38.5 mm	
冷却方式	空冷	

ゴニオメーター

ゴニオメーター	仕様
システム	±50 μm精度 システム (50 μmコリメーター) ±10 μm精度 システム (10 μmコリメーター)
ゴニオメーター軸	5軸ステージ 2θ、ω、χ、Φ、Z軸
カメラ長	65～150 mm
試料ステージ	X・Y軸
最大試料重量	1000 g (±50 μm精度) 300 g (±10 μm精度)
付属品	汎用試料ホルダー、光学顕微鏡カメラ及びレーザー搭載

外形寸法 (単位: mm)



	幅	奥行	高さ	重量
本体	1,450 mm	1,100 mm	1,850 mm	約750 kg
ロータリーポンプ	170 mm	490 mm	340 mm	25 kg

DicifferX Microarea Edition

微小部X線回折装置

- * カタログ中に掲載されている性能上の数値は、株式会社リガクによるテスト結果であり、他の環境下で常に同様の結果となることを保証するものではありません。
- * 「DicifferX」、「SmartLab Studio」、「HyPix」、「VariMax」は、株式会社リガクまたはその関連会社の商標または登録商標です。
- * カタログ中の社名、製品名は各社の商標および登録商標です。
- * このカタログに掲載されている製品は、外国為替および外国貿易法の安全保障輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出する場合、または日本国外に持ち出す際は、日本国政府への輸出許可申請等、必要な手続きをお取りください。

製品改良にともない、やむをえず仕様・外観などを予告なく
変更させていただく場合があります。ご了承ください。

株式会社リガク 〒196-8666 東京都昭島市松原町3-9-12
☎ (042) 545-8111 (代表電話案内) FAX. (042) 544-9795

東京支店	〒151-0051 渋谷区千駄ヶ谷5-32-10	☎ (03) 5312-7077	FAX. (03) 5312-7078
大阪支店	〒564-0063 吹田市江坂町1-23-101	☎ (06) 6879-1660	FAX. (06) 6879-1664
東北営業所	〒980-0804 仙台市青葉区大町1-2-16	☎ (022) 264-0446	FAX. (022) 223-1977
名古屋営業所	〒461-0002 名古屋市東区代官町35-16	☎ (052) 931-8441	FAX. (052) 931-2689
九州営業所	〒802-0005 北九州市小倉北区堺町2-1-1	☎ (093) 541-5111	FAX. (093) 541-5288