

全視野型XRDイメージング法の開発と 銅の高温酸化過程のその場観察

(原題: Development of Full-field XRD (FFXRD) Imaging Method Realized in the Laboratory Using a Straight Polycapillary and *in situ* Observation of the Oxidation Process of Cu by Heat Treatment)

金属系チーム 山梨 眞生
大阪市立大学 辻 幸一

要 旨

金属材料の“腐食”のような化学反応は酸化物や水酸化物の生成をともなう結晶構造変化に起因するところが大きい。X線分析法の一つであるX線回折法(XRD: X-ray diffraction)は試料に照射されたX線が干渉する現象を利用し、結晶構造情報が得られるため、上記のような化学反応の解析に用いられている。従来、XRDは試料全体の平均的な情報を得る手法であったが、近年、X線光学素子の発達により、“どこに”、“どのような”、結晶構造が分布しているか判別可能なXRDイメージング法が放射光施設を中心に開発されつつある。しかし、放射光X線分析を利用するためには、コストや利便性の面からさまざまなハードルが存在する。よって、実験室環境においてもユーザーが求める情報を提供可能なXRDイメージング法の開発が求められ、特に、広視野領域の結晶構造分布(本研究では25 mm²以上の結晶構造分布取得を目指す)を短時間に得られる全視野型XRDイメージング法への要望が強くなっている。本研究では、高出力X線管やX線光学素子、二次元検出器を組み合わせた全視野型XRDイメージング法を開発し、分析特性評価を行った。無数のガラス管を束ねた構造をもつストレートポリキャピラリーを利用することで位置分解能が向上し、汎用の二次元ソーラスリットでは計算不可能であった空間分解能を算出することができた(575 μm @ Cu(200))。また、短時間に広視野領域の結晶構造分布が得られることから、銅の高温酸化過程における結晶構造分布変化をその場分析した。CuやCu₂O、CuOの各格子面に対するXRD強度分布を取得し、酸化挙動を解析した。さらに、微小部XRD分析を行うことで、得られた結晶構造分布の妥当性を評価した。広視野領域における結晶構造分布を得るために、全視野型XRDイメージング法はX線露光時間の短時間化とその場分析が可能なることから有効な手法であることが示された。

(本研究は、e-Journal of Surface and Nanotechnology, 18, pp. 1-7 (2020). に掲載された)