

## MAXima\_X XRD-7000

## 使用多毛细管平行光束系统的测定实例（机械部件篇）

多毛细管由许多 (poly) 导向 X 射线的毛细管 (Capillary) 构成, 使用多毛细管可将点 X 射线源发出的 X 射线以大立体角接收并从出口得到平行的 X 射线光束。这种光学系统与传统的聚焦束光学系统 (Bragg-Brentano 法) 比较, 能够有效地利用从 X 射线光管产生的 X 射线, 因此, 可得到高衍射 X 射线强度。光学系统采用平行束光学系统, 即使样品测定面位置产生偏离, 衍射角度也不发生变化。所以, 即使是曲面或凹凸不平的样品面, 也可进行高灵敏度·高精度的测定, 解决了在聚焦束光学系统中容易产生衍射 X 射线强度的衰减、衍射角度偏离等问题, 达到了机械部件实用测定的水平。

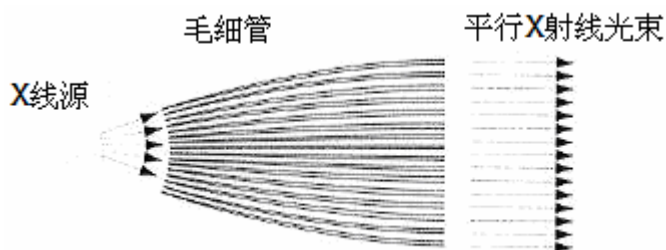


图 1. 多毛细管平行光束原理图

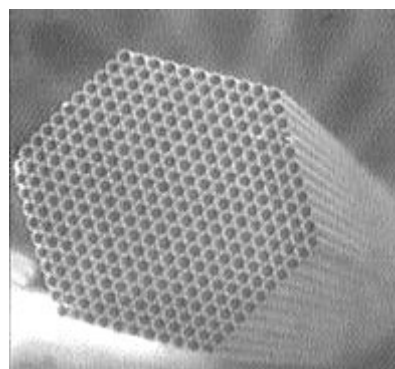


图 2. 多毛细管的扫描电镜照片

## 沸石催化剂的测定例

作为凹凸不平的样品的测定例, 举例说明用于汽车尾气净化的沸石类催化剂的测定例。使用通常方法 (聚焦束光学系统) 测定的数据表示在图 4 的下部, 发生衍射角度位置的偏离、衍射射线的衰减。图 1 表示衍射角度发生低角度偏离, 推测原因是在样品面上的孔的内部反射的衍射线发生了重叠。而在多毛细管平行束光学系统中, 测定的衍射线的角度位置与 ICDD 数据库卡 No. 46-1600 Mg<sub>2</sub>A<sub>14</sub>Si<sub>5</sub>O<sub>18</sub> (图中以垂直线表示) 完全一致, 表明分析未受样品形状的影响。并且, 衍射强度大, 微小峰也可清晰地捕捉到。



图 3. 沸石催化剂照片

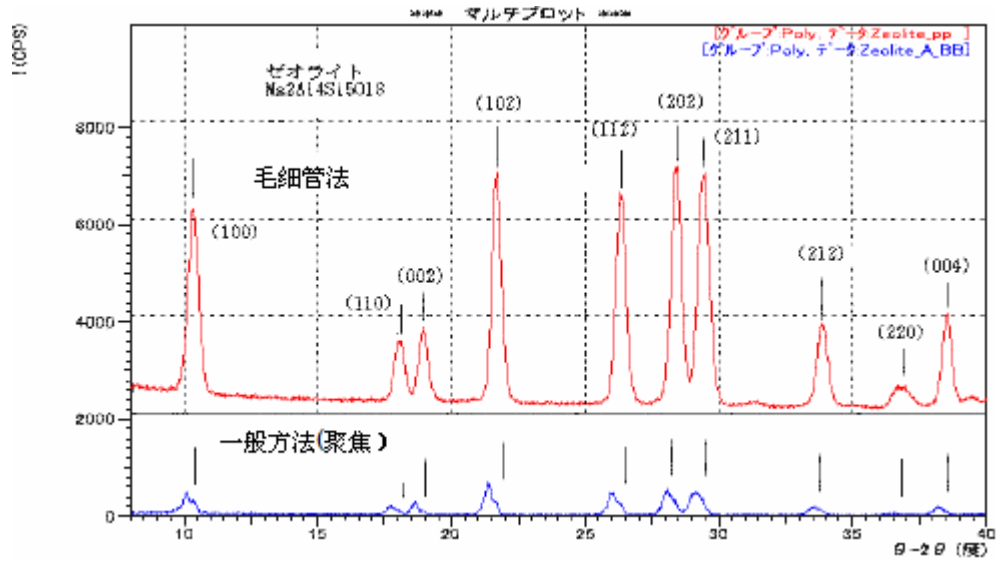


图 4. 沸石催化剂的测定数据

### 焊缝的测定

图 6 表示焊缝的腐蚀部分的测定例。腐蚀生成物主成分为四氧化三铁 ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), 并检测出  $\text{Fe}_2\text{O}_3, \text{FeO}$  等的氧化物。在衍射角度  $2\theta = 45^\circ$  附近检测出的  $\alpha\text{-Fe}$  为基材。使用定量值检索软件进行了简易定量(使用在 ICDD 数据库卡中登录的 I/Ic 刚玉比的简易计算)。使用多毛细管法的测定无需担心样品的凹凸不平, 所以扩大了测定样品范围。同时可获得衍射强度非常高的数据, 可以提高检索精度。



图 5. 焊缝部件照片

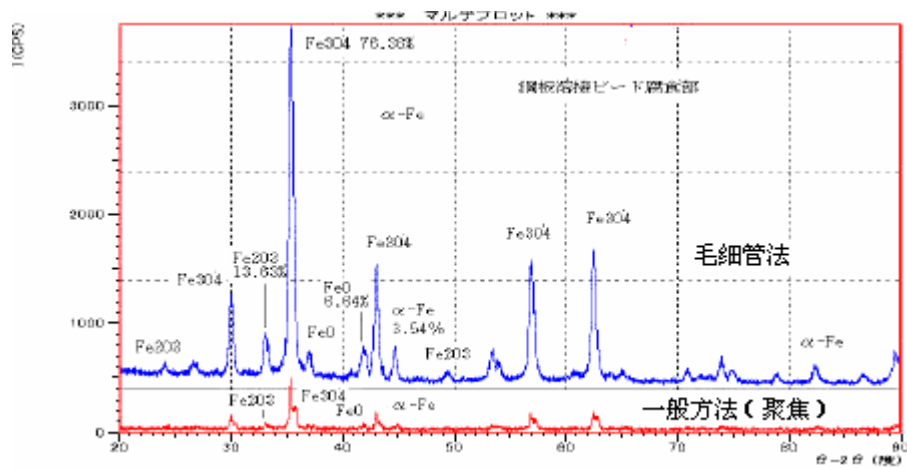


图 6. 焊缝腐蚀部分的测定数据

### 钢珠的残余奥氏体的测定例

样品是直径约 2mm 的微型滚珠轴承，对钢珠进行残余奥氏体定量的测定例。此时，样品面为球面且曲率小，使用一般方法时，只能检测来自样品顶点附近的衍射线，灵敏度显著降低。而使用多毛细管法时，可检测来自较大面积的衍射线，可进行高灵敏度测定。在此测定中，可确定  $\gamma$  (200)、 $\gamma$  (220) 面的衍射线(图 8 最上段)。在以直接比较法进行的定量分析中，能以 5 根衍射线的平均值获得 1.01% 的残余奥氏体。从这个结果可知在凹凸不平样品的微小峰检测中，多毛细管平行光束法是极为行之有效的。



图 7. 钢珠照片

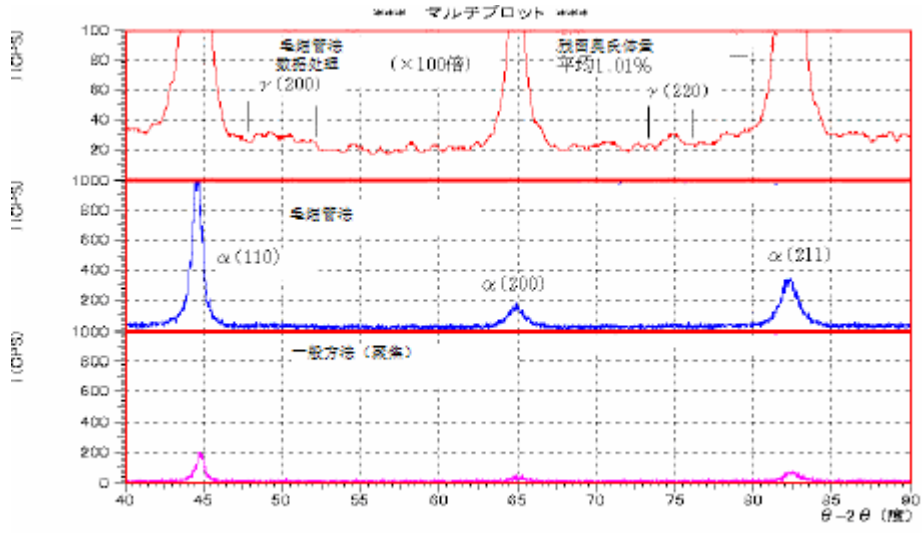


图 8. 钢珠的测定数据