

平成16年度原子力安全基盤調査研究  
X線顕微鏡による迅速材料診断技術の開発（概要）

【要 旨】

本報告書は、試料走査を行うことなく応力分布を得ることのできる新技術であるX線応力顕微鏡を試作開発した成果をまとめたものである。

原子力分野を含む多くの構造材料において、余寿命を評価することは、科学技術的のみならず、社会的に持つ意味がきわめて大きい。X線応力解析はその有力な方法の1つである。現状では測定試料全体の平均応力を与えるに過ぎないが、これを顕微鏡化し、応力の分布を求めることができれば、検査・診断技術としての付加価値は非常に高まると考えられる。X線を小さく絞って照射領域を制限し試料をXY走査する方法では走査に膨大な時間がかかるため、本事業では、(独)物質・材料研究機構において考案された非走査型の新しい技術によるX線応力顕微鏡の試作開発を行った。

平成16年度は、チューナブルな単色X線（主にシンクロトン放射光）を用いるX線応力顕微鏡の試作開発を行った。異なる2つの方式のX線応力顕微鏡を完成させるとともに、高エネルギー加速器研究機構 放射光科学研究施設のビームラインにおいて検証実験を行った。その結果、鋼材の溶接部周辺の応力分布をきわめて短時間で取得できることが明らかになった。データは、実用市販装置により、代表的な部位を選んで微小部分分析をオフラインで行った結果ともよく対応している。この新しいX線応力顕微鏡の最大の利点は、なんと言っても桁違いの迅速性にあり、従来技術では計算上何日もかかる解析を秒あるいは分のオーダーで実行することができる。

平成17年度は、このように原理的な検討が順調に進んだことを踏まえ、実用レベルで広い応用を実現するための技術検討、特にチューナブルではない単色X線または白色X線（主にX線管）を用いるX線応力顕微鏡の試作開発とその検証を行い、原子力施設等での応用を想定した技術的なガイドラインを提示する予定である。

【本 文】

1. 背景

わが国は、第2次世界大戦の終わった後、焼け野原から再出発し、驚異的な復興を遂げ、50年余りの後には、経済大国として世界をリードするまでに至っている。その間、東海道新幹線(1964)に代表される高速鉄道、名神(1965)および東名高速道路(1969)に代表される高速道路網、霞ヶ関ビル(1968)に始まる大都市の超高層ビル群等が1960～1970年代に集中的に建設された。多くの工場プラント等も同様である。さらに、1980年代後半には、青函トンネル(1985)や瀬戸大橋(1988)といった世界最大級の巨大建築物も建設されている。他方、当然のことながら、こうした高水準の社会インフラストラクチャは、いかに優れた技術が用いられているとしても、その寿命は有限である。わが国が著しい経済成長を達成した時期に作られた重要なインフラの多くが、2010～2030年頃には、約50～70年目を迎える。わが国は、今後も経済発展を継続し、新たな建設を進めてゆくであろうが、その際

に、同時に老朽化してゆく社会インフラの安全な管理を念頭に置き、その更新、世代交代という文脈で新規の建設を位置づけるようになってゆかなくてはならないであろう<sup>1)</sup>。

わが国における原子力発電所の設置状況をみると、多くの発電所が、1970年代後半～1990年に建設されていることが確かめられる。原子力は1基あたりの生み出す発電量が著しく高く、いまや電力の約1/3を支える重要なエネルギー供給源になった。しかし、放射性物質を扱うことの特異性に由来する厳しい安全管理が求められる状況下で、安定な稼働を長期間継続すること自体、当初想定されていたほどは容易ではないようである。小さなトラブルでも慎重な点検が必要であり、国民の理解を得るためには、やむを得ず稼働率を少々犠牲にすることもしばしば起きている。さらに、一般のプラントと同様に老朽化も進行するため、やはり2010年代半ばくらいから、多くの原子力施設で一層いろいろな形で安全で安心な管理をどうするのかという問題は顕在化してくると考えられる。すなわち、今後、社会インフラの老朽化問題は、わが国のジェネラルな課題として急速に浮上してくるが、原子力施設は、その最大のポイントの1つになる可能性がある。

信頼性の高い構造材料を開発し提供する立場の論理としては、検査・診断技術に依存するべきではないとする主張がある。この考え方によれば、多くの事故やトラブルは、起こるべくして起きており、過失の自覚のレベルを別として材料の性質に関する知識を正しく適用していなかったのが真の原因である。従って、よくリファインされた材料とそのあらゆる知識・情報が提供されており、設計段階において適切に用いられるとすれば、今日までに起きているほとんどの事故やトラブルは回避できたはずであると考えられる。設計段階をきちんとすることの方が、できあがってしまったから検査・診断を試みるよりも、はるかに重要ということになる。もちろん、これは1つの正論である。有力な構造材料は、先端的な材料科学に裏打ちされており、その知識を正しく適用することに失敗しないように努力することは、安全で安心な社会インフラを維持してゆくために不可欠である。検査・診断技術は、本来は、あくまで、その上でのフェイル・セーフ機構としての位置を求めべきである。他方、現実には、先に述べたとおり、まもなく原子力発電所を含む、多くの社会インフラが本格的に老朽化の現実と向き合わざるを得なくなる時代を迎えようとしている。そこでは、余寿命、すなわち、いったいあとどれくらいそのまま使い続けることができるのか、どのような折にどのような修復を行うことが必要で、それによって最終的にいつまで大丈夫なのか、という情報を把握したいという文脈での検査・診断が求められている。

## 2. 目的

余寿命の評価方法は、当然のことながら、対象とする材料や使用される応用分野によって異なっている。配管に使用されるパイプのようなものでは、管壁の厚さ、すなわち減肉を監視することで余寿命を見積もることができる。微小な亀裂の検出と監視ももちろん有力な観点の1つである。さらに、大きな力が作用することによる破壊、あるいは非常に小さい力であっても、繰り返し作用することによる疲労に関しては、応力の評価が重要である。減肉、亀裂等は、物理的な形状の変化を伴っていることから、超音波やX線を用いる、いわゆる非破壊検査による画像評価にも良く馴染み、評価技術として比較的確立されてい

る。これに対し、応力は、物理的には材料組織の微小変形にとどまるものであり、可視的な形状変化とはやや質が異なるため、必ずしも評価は容易ではない。余寿命評価の技術は、プラント内部の実際の施設内部の部材、あるいはフィールドで適用されることを念頭に置き、また複数の技術群を併用もしくは複合させること等も視野に入れなくてはならないが、それ以前の問題として、将来のキーテクノロジーとして育成するための基礎技術の開発も欠かせない。例えば、残留応力の平均値あるいは代表値だけではなく、場所的な分布を知ることができるか、迅速にデータを取得できるか、多くの対象に適用することができるか、等を考慮した技術開発は、重要性が高い。

余寿命評価の技術のなかでも、技術開発の必要性が高いと思われる応力については、現在までのところ、次のような測定方法が知られている<sup>2)</sup>：(1) 破壊法、(2) そり変形、(3) 光弾性法、(4) 音弾性法、(5) 赤外線法、(6) 磁気ひずみ法、(7) X線応力解析法、(8) 中性子応力解析法。

それでは、こうした技術は、原子力施設における検査・診断において、どのような貢献が期待できるのであろうか。2002年8月の東京電力の炉心シュラウドのひび割れ問題は大きな社会ニュースにもなったが、視認可能な程度に成長したひび割れを検出することは、技術的には非破壊検査の技術を駆使すればひとまず可能と考えられる。しかし、ひび割れが進展する以前、もっと初期の過程で、ある程度リスク予測をすることはできないのだろうか。これがなされれば、安全性への貢献はかなり大きいと考えられる。すなわち、残留応力を評価する技術、それも、どの部分に応力の集中が生じているかが明らかになるような応力分布の評価技術が重要と考えられる。事故解析の場合でも、ひび割れのメカニズムを解明する上で貢献できるはずである。こうした問題について、法政大学工学部の井野博満教授は「応力状態を知るにはX線回折法による歪の検出がもっとも有力な方法であるが局所的状況を知ることは難しい。中性子回折の試みがあるが、現場での利用は困難で研究段階を出ていない。このようにひび割れの駆動力である内部応力の様子は、過去の知見をもとに有限要素法などの計算によって推定しているに過ぎない。新しいひび割れの現象に対して、従来と同じ推定の仕方がどれ程有効か疑わしい。」と指摘している。

X線法を含め、多くの応力測定技術によって得られるのは、ある特定の点の情報であり、あるいは、ある領域の平均情報である。点ではなく、面の情報、すなわち応力分布がわかるようになれば、こうした問題の解決にも近づくことができる。ここで、そのような分布像を得るために、1点ずつデータを取得し、多数の点の情報を集めるという方法も当然、考えられよう。しかし、この場合は、点の数だけ測定を行うのであるから、多数の点になると、測定時間があまりに膨大になることが問題になる。すなわち、分布像を得ようとするとき、測定の迅速化という技術課題と向き合わざるを得なくなるのである。この制約のために、分布測定を断念するか、もしくは長時間の測定も辞さない方針を選ぶことになる。

本事業は、こうした現状を打開することを意図し、(独)物質・材料研究機構により初めて実現されたXY走査不要の迅速なX線回折顕微鏡の技術を応力測定に応用することを試みようとするものである。

### 3. 実施内容

## 1) 平成16年度実施概要

平成16年度は、チューナブルな単色X線（主にシンクロトロン放射光）を用いて、いわゆる $2\theta$ 走査の代わりに、入射X線のエネルギー（波長）走査を行うことによりピークエネルギー（波長）の変化量を求めるX線応力顕微鏡の試作開発を行った。以下に、個々の実施項目を示す。

(a) X線応力顕微鏡の主要構成部（高速X線カメラ、試料ステージ、コントローラ）の設計：

- ・原子力施設等の現場においてX線応力顕微鏡を用いるためには、高速かつ高感度のカメラシステムが必要不可欠である。そこで、カメラの素子には、e2V Technologies 社製の電子増倍型背面照射型CCDであるCCD97-00を採用した。電子増倍型CCDは高感度化を実現するための新技術である。
- ・X線応力顕微鏡の機械的な構造については、2式検討した。第1は、カメラがフレームに固定され、直下の試料を見下ろすタイプである（図-1）。回折強度の分布、従って格子面間隔の歪み分布を画像として得ることはできるが、応力解析の観点では、回折角 $2\theta$ が約 $90^\circ$ に固定される点が問題になる。第2は、ゴニオメータを立て、それにカメラを組み付け、直下の試料を見下ろしつつ、その角度を変化させることのできるタイプである（図-2）。本事業では、シンクロトロン放射光施設の限られたビームタイムの機会における検証を行う関係上、この2式両方を同時に準備した。
- ・コントローラは、試料ステージ等を外部制御するための機器であり、ステッピングモータに電力を供給するドライバと、そのドライバにパルス駆動命令を送るステッピングモーターコントローラからなる。

(b) X線応力顕微鏡の部品群の設計・製作

X線応力顕微鏡を完成させるためには、高速カメラや試料ステージ等の主要機器を組み付けるための架台、フレーム、遮蔽カバー、試料ホルダー、カメラカバー等、多数の部品群が必要である。本事業では、これらのすべての工作を実施した。

(c) X線応力顕微鏡の組み立て・完成

図-1および図-2に示したX線応力顕微鏡を組み立て、完成させた。図-3にタイプ1、図-4～6にタイプ2の装置写真を示す。いずれも高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設のビームラインに設置して実験中の様子を示している。試料に対するX線の視射角は $1\sim$ 数度であり、粉末X線回折におけるいわゆる薄膜配置と同じである。試料を置いて調整する段階ではこの角度も変更するが、いったん測定を行うことになれば固定される。通常のX線応力解析法では、 $\psi$ 角を変更するために視射角を大きく変化させ、特定の回折角 $2\theta$ に着目し、その近傍で走査を行ってブラッグピーク位置の変化を求めることにより、特定の格子面間隔の歪みを求めるが、本事業で開発したX線応力顕微鏡では、視射角を固定する。回折角 $2\theta$ については、タイプ1では約 $90^\circ$ に固定され、タイプ2ではいろいろな角度を選ぶことができるが、いずれの場合も、回折角の走査は行わない。ブラッグピーク位置は入射X線のエネルギー（波長）走査により求めることができる。また、XY走査は行わなくても、試料の位置と1対1に対応するX線像を得ることができる。

## (2) X線応力顕微鏡の測定試験

2004年12月および2005年1月に、高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設のBL16A1において、シンクロトロン放射光を用い、タイプ2のX線応力顕微鏡のテストを行う機会を得た。このテストでは、鋼材の溶接部近傍の応力分布が、X線応力顕微鏡によりどのように観察されるかを主に検討した。図-7にテストに用いた試料の写真を示す。

図-8は、通常のX線回折パターンである。これは実験室系の銅のX線管を備えたX線回折装置により測定された。溶接部のみというわけではなく、鋼材の広い面積にわたってX線を照射して、平均的な結晶構造を見ていることになる。このデータより、この試料が $\alpha$ 鉄を主成分とすることがわかる。本事業では、この図で約65度のところにピークが見られる(200)反射に注目して検討を行った。

図-9は(200)回折条件を満たすエネルギーのX線像を、78度、90度、105度の3つの角度で撮像した結果を示している。積分強度をX線エネルギーの関数としてプロットすると回折図形が得られる。そのピーク位置での画像もあわせて示してある。なお、75度ではなく78度を選んでいるのは、75度では回折を満足するX線エネルギーが上述の鉄吸収端7111eVを超え、蛍光X線と回折を足し合わせた画像になってしまうのを避けるためである。こうして3種類の回折角 $2\theta$ において、入射X線のエネルギー(波長)を変化させたときのX線画像群が得られたので、視野を適当な区画に分割すれば、それぞれの区画におけるピーク位置(波長)を求めることができる。その結果を図-10に示す。場所によりピーク位置(波長)が異なっており、溶接部ではブラッグピークのシフトが目立つことがわかる。この3枚の画像を用いると、それぞれの区画における $\sin^2\psi - \lambda/\lambda_0$ プロットを行うことにより、その直線の傾きを求めることができる。この傾きの値の分布を求めた結果を図-11に示す。この図より、溶接材の応力分布は一目瞭然である。なお、この試料はそもそも加工材であり、しかも表面が機械研磨されているので、溶接による残留応力だけを見ているわけではない。ここでは、場所による応力の違いが画像として識別されているという点が、最重要ポイントであり、従来はできなかったことを初めて可能にしている。

## (3) 単体試験データ及びテストデータの画像処理

X線応力顕微鏡によって撮像される画像は、試料上の点と1対1に対応する回折X線強度の分布像である。もし、ある回折条件の近傍で1枚の画像を得たとすれば、その画像は、その回折ピークに対応する格子面間隔の値が試料上でどのように違っているかを示すものになる。すなわち、もし基本的に同じ組成・構造の試料であれば、歪み分布に対応する画像と言える。このような画像を異なる $\psi$ 角について集め、X線応力解析と同様の方法で、 $\sin^2\psi$ の関数として変化を議論することにより、応力分布に翻訳することができる。こうした一連の作業には、非常に多くの画像処理が必要である。本事業では、画像処理ソフトウェア環境で動かすことのできるマクロプログラムや、Windows上で動作する独立のデータ処理プログラムを作成し、画像処理を行った。

例えば、入射X線のエネルギー（波長）を走査してブラッグピークを見出そうとするとき、1つのエネルギー点に対し、複数の画像を繰り返し撮像することにより、データの精度を向上させようとすることがある。実際、1枚あたり1秒の撮像を3回繰り返し、1つのエネルギー点で3秒費やし、3枚の画像を得るとこのような条件での走査を行う例は多くある。そのような時には、その3枚分の和を1つの画像に直し、そのエネルギー点の情報として扱えるように直す必要がある。また、X線応力顕微鏡の扱う生データは、1000×1000とか512×512といった非常に多くの画素数からなる画像である。応力分布を解析するとき、ある大きさを持つ区画を単位として試料全体を分割して議論すると便利であることが多い。例えば、10×10とか、20×20である。最初から、10×10のような測定をするのではなく、1000×1000程度の情報をおさえた上で、その結果を見ながら、区画の大きさや分割の仕方を決め、生データの画像を積分するようにする。その結果、それぞれの区画について、横軸をX線エネルギー、縦軸を強度とするグラフ（回折図形）が得られる。こうした非常に多数のデータファイルが生じるので、その1つ1つを順番に自動的に読み出し、プロファイル解析をして、ピーク位置を求め、また作図をし、そのような図を含む全結果を出力するソフトウェアも必要になる。そのほか、区画ごとに得られたピーク位置（波長）を $\sin^2\psi$ の関数としてプロットし、その傾きから応力を求め、さらに、その値を画像化する処理が行われる。

#### （4）従来のX線応力解析技術との比較

X線応力顕微鏡を開発し、シンクロトロン放射光を用いて応力分布の測定を試行し、良好な結果を得たことはすでに述べた。従来のX線応力解析技術を用いた場合、応力分布の画像を得ることは用意ではないが、いくつかの代表的な点についてのデータを得ることは可能である。そこで、同一の試料を市販装置（島津製作所製XR D-7000）を用い、従来のX線応力解析技術との比較を行った。

図-12に、今回測定を行った測定点5点を示した。従来技術では、1点ずつ測定を行うほかなく、またX線強度を犠牲にしてビームサイズを小さくする必要があるため、膨大な測定時間がかかる。今回は、X線応力顕微鏡による検討によって、溶接部（No.3の周辺）とそれ以外の部分とで差が出るのが予想できたため、それを検証することを目的とした。技術的な理由により、測定している領域はX線応力顕微鏡の視野と同じではないが、図-12で上下ほぼ対称の関係にある。

No.1~No.5の5点のそれぞれについて、 $\psi$ 角を変化させ、回折角 $2\theta$ 走査を行ってピーク位置を求めた。求めたピーク位置を $\sin^2\psi$ プロットし、その直線の傾きから、応力を算出した。図-13は、こうして求められた応力を示しており、溶接部No.3が他の点に異なる高い値を示すことが確かめられた。

本事業では、新技術であるX線応力顕微鏡が、X線で取得できる応力に関する情報を迅速に画像化することをめざしている関係上、従来のX線応力解析技術との対応関係を取りあえず検討した。より本格的な応用に向けた検討を進めるためには、さらに他の技術による検討データを照合することが必要と考えられる。非破壊的に応力分布を得る技術は、事実上、本事業で開発されたX線応力顕微鏡以外にはないと思われ、それだけに、定量的な

技術として確立するためには、さまざまな比較データの検討が重要である。

#### (5) まとめ

X線応力顕微鏡は全く新しい技術である。X線応力解析法は、残留応力を定量解析する有力な方法としてよく知られているが、応力分布を得るにはあまり適していないと長く考えられてきた。迅速化に向け、 $2\theta$ 走査のみを2次元検出器を用いることにより省略する技術は知られている。しかし、分布を求めるために試料のXY走査を行う場合は、迅速化と言ってもそれほど速いものにはならない。そのようななかで、XY走査を全く行うことなく応力分布を得ることができる新技术が登場したことはきわめて意義が大きい。

(独)物質・材料研究機構により開発されたX線回折顕微鏡は、通常の光学顕微鏡のようにX線カメラが試料の直上から覗き込む配置を採用しており(図-1)、また入射X線は試料に対し低角度で入射し、従って回折角が約90度(ブラッグ角が約45度)の回折に注目するものであった。本事業のX線応力顕微鏡は、このX線回折顕微鏡を発展させたものである。できるだけこれまでに培ってきた技術との連続性を重視し、着実な一步前進を踏みしめる観点から、平成16年度は、チューナブルな単色X線を使う検討に集中することとした。この場合の際立った利点は、撮像時にはまったく動く部分がないという点である。これは、ブラッグピークの位置変化を探すのに、回折角 $2\theta$ の走査をするのではなく、入射X線のエネルギー(波長)を走査するため、光の通り道には変化が生じないためである。X線は固定角度で試料に入射する。回折X線は、やはり固定された(しかしあらかじめ定めた複数の)角度にカメラを置いて撮像する。従来の(独)物質・材料研究機構のX線回折顕微鏡とは異なり、約90度という配置に制約されず、ゴニオメータを用いて $\pm 30$ 度程度動かせるようにしてある(図-2あるいは図-4~6)。

高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設のビームラインにおいて検証実験を行った結果、鋼材の溶接部周辺の応力分布をきわめて短時間で取得できることが明らかになった。データは、実用市販装置により、代表的な部位を選んで微小部分分析をオフラインで行った結果ともよく対応している。この新しいX線応力顕微鏡の最大の利点は、なんと言っても桁違いの迅速性にあり、従来技術では計算上何日もかかる解析を秒あるいは分のオーダーで実行することができる。表-1に本事業で試作開発されたX線応力顕微鏡の特徴を従来技術と比較して示した。

チューナブルな単色X線を供給するシンクロトロン放射光は大変優れた光源であるが、制約も多くある。原子力施設等の現場において検査・診断を行おうとする場合には、そのX線源は、現場に設置して使用できるものでなくてはならない。(独)物質・材料研究機構およびその前身である科学技術庁金属材料技術研究所では、実験室系でチューナブルな単色X線を発生させることのできる機器をこれまでも多く開発しているが、それなりに強度の取れるX線を得ることは必ずしも容易ではない。検査しようとするポイントに接近してX線を照射するためには、ある程度小型・軽量でなくてはならず、X線強度を取るために、こうした点をあまりにも犠牲にすることは避けなくてはならないであろう。

図-14に、平成16年度の検討事項をふまえて今後いかに展開するかをまとめた。平成17年度は、チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡試作開発とその検証

を行い、原子力施設等での応用を想定した技術的なガイドラインを提示する予定である。

### 謝辞

本事業の一部は、高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設を用いて実施された（共同利用実験課題 2002S2-003）。同施設の澤博助教授、若林祐助助手、内田佳伯技官の協力を得たことを記して感謝する。

### 【研究者一覧】

研究者名	所属機関
桜井 健次 (代表研究者)	(独) 物質・材料研究機構 材料研究所
江場 宏美	(独) 物質・材料研究機構 材料研究所
水沢多鶴子	(独) 物質・材料研究機構 材料研究所

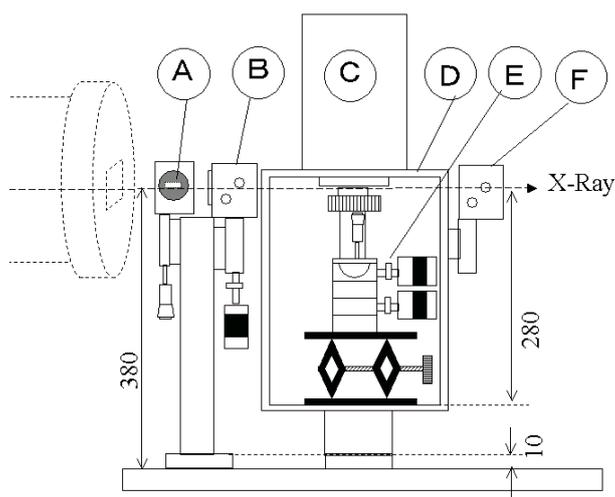


図-1 X線顕微鏡（タイプ1）。A 高速シャッター；B スリットホルダを装着した入射側イオンチェンバ（モータ駆動ステージで上下動する）；C CCDカメラ；D フレーム（カメラおよび試料を搭載）；E 試料ステージ（高さ調整、面内回転（手動）、X-Yおよび傾斜角調整（モータ駆動））；F 出射側イオンチェンバ。各要素は極力近接させ、減衰によるロスを防止する。

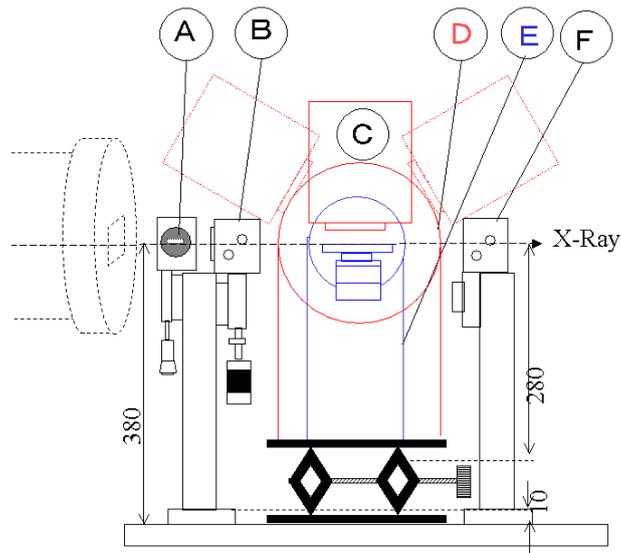


図-2 X線顕微鏡（タイプ2）。カメラをゴニオメータに組み付け、その見込む角度（回折角）を変更可能にしたもの。A 高速シャッター；B スリットホルダを装着した入射側イオンチェンバ（モータ駆動ステージで上下動）；C CCDカメラ；D カメラ傾斜角制御用ゴニオメータ（試料-CCD距離を変更可能）；E 試料ステージ、（高さ調整、面内回転（手動）、X-Yおよび傾斜角調整（DとEは光軸をはさんで対面。回転中心は同じ高さで一致している。））；F 出射側イオンチェンバ。各要素は極力近接させ、減衰によるロスを防止する。

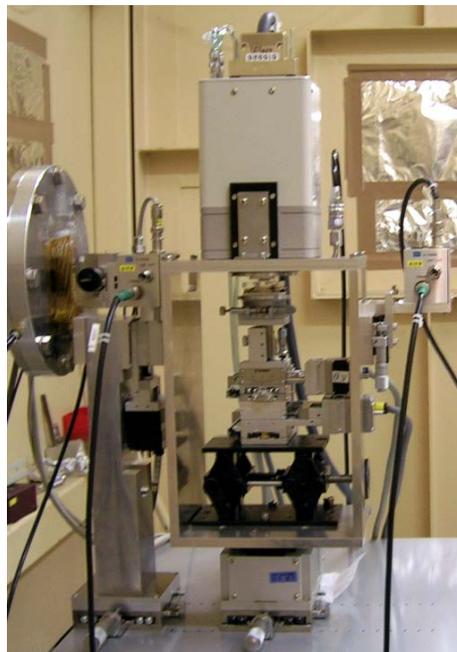


図-3 完成したX線応力顕微鏡（タイプ1）。高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設において実験中の様子を示している。

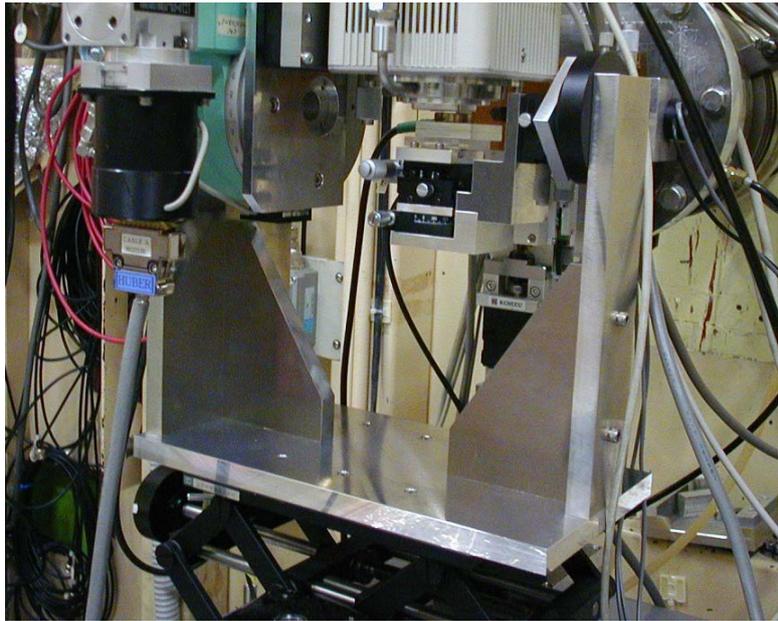


図-4 完成したX線応力顕微鏡（タイプ2）、標準状態（回折角90度）。高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設において実験中の様子を示している。



図-5 完成したX線応力顕微鏡（タイプ2）、上流側に30度傾いた状態（回折角120度）。高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設において実験中の様子を示している。



図-6 完成したX線応力顕微鏡(タイプ2)、下流側に30度傾いた状態(回折角60度)。高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設において実験中の様子を示している。

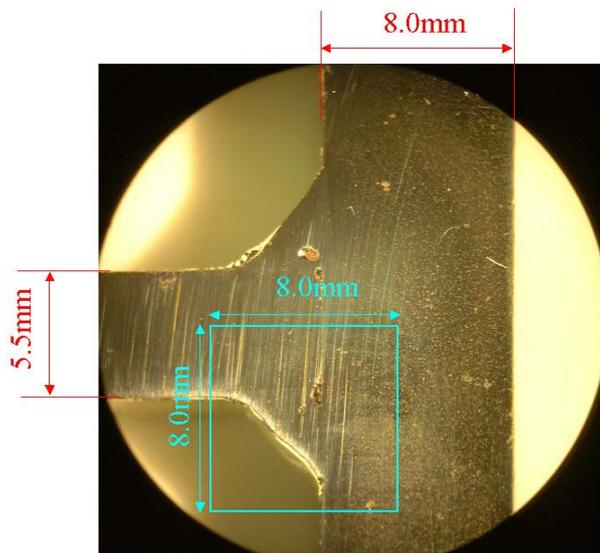
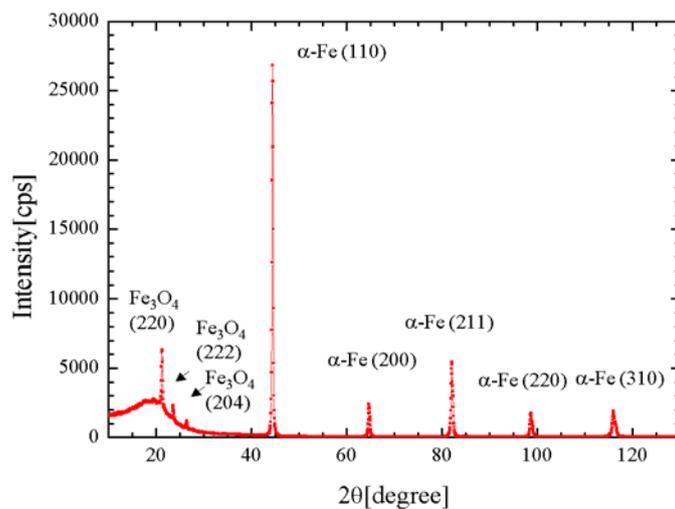
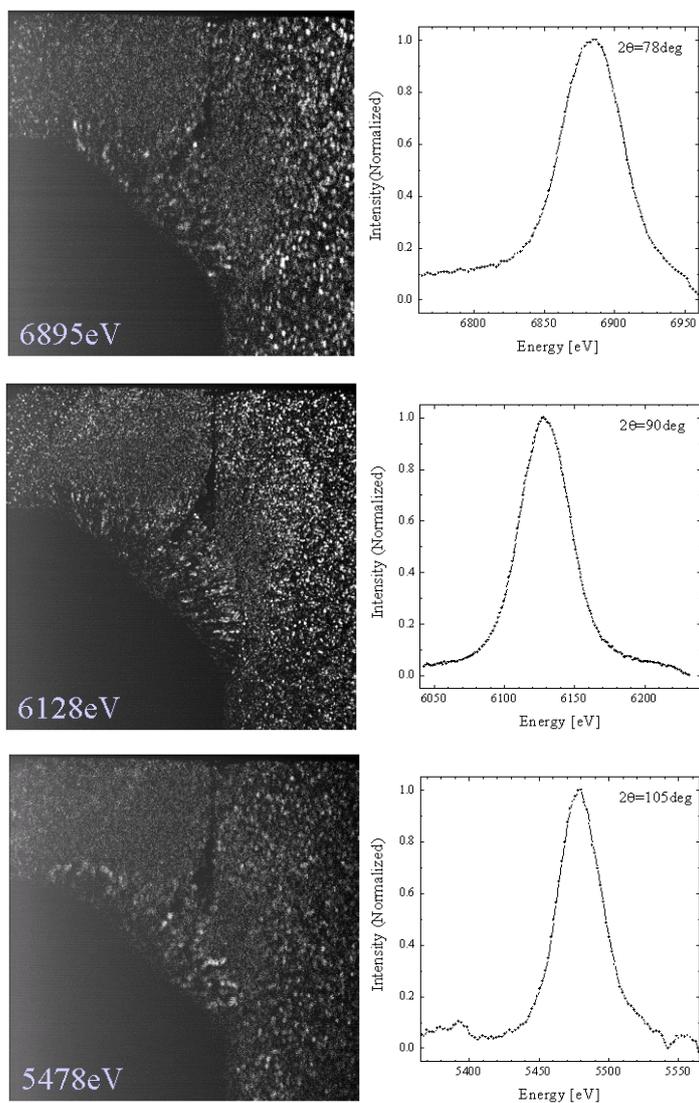


図-7 テストに使用した溶接材試料。8ミリ幅と5.5ミリ幅の鋼材を溶接したもの。溶接部を見込む8ミリ角の領域の応力分布を観察した。



図－8 溶接材のX線回折図形。銅のX線管を備えた通常のX線回折装置（CuK $\alpha$ 線、40kV-200mA、1点1秒）の角度走査を用いて取得された。



図－9 78度(上)、90度(中)、105度(下)におけるX線回折像。カメラを固定して、入射

X線のエネルギー（波長）を走査した。撮像時間1秒。今回は同じエネルギー一点で5回撮像し、たしあわせた。積分強度をX線エネルギーの関数としてプロットすると右図のようなグラフ（回折図形）が得られる。そのピーク位置での画像をそれぞれ左図に示す。

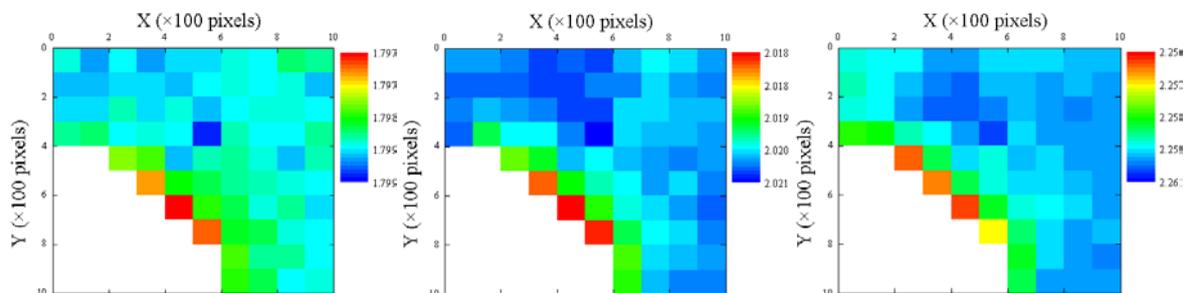


図-10 78度(左)、90度(中)、105度(右)における回折ピーク波長の分布。赤っぽい色の部分が波長が短く(エネルギーが高く)、青っぽい色の部分が波長が長い(エネルギーが低い)

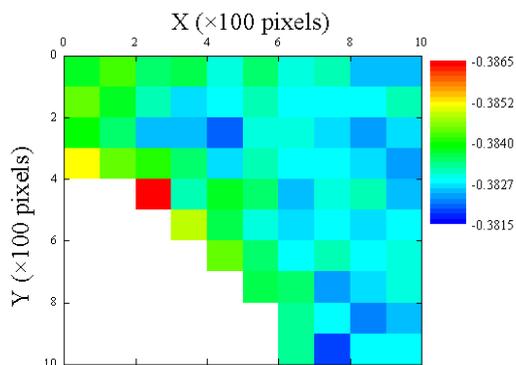


図-11 応力分布。 $\sin^2\psi - \lambda/\lambda_0$ プロットの傾きマッピング。

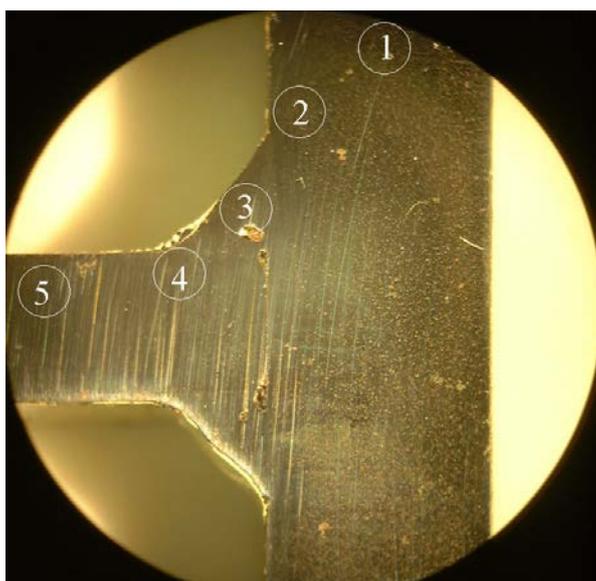


図-12 テストに使用した溶接材試料。図3.1-16に示したものと同一溶接材について、市販装置を用いて、図中の①～⑤の各点の応力解析を行った。

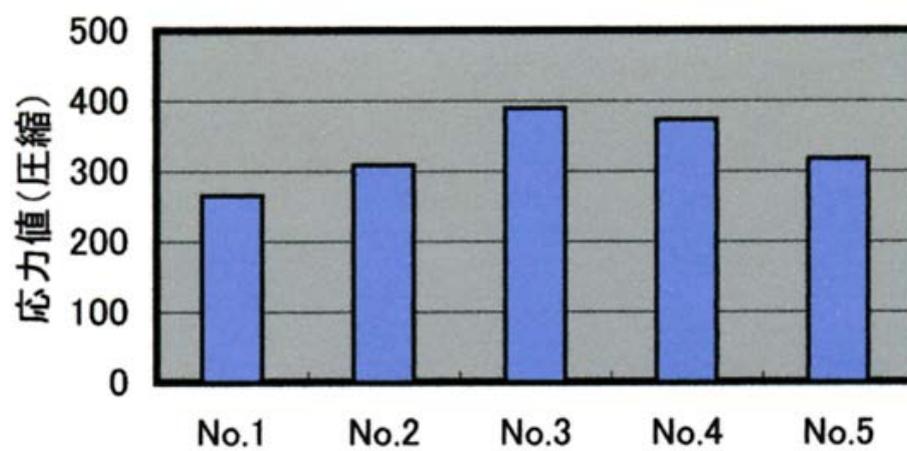


図-13 5つの測定点における応力値の違い。

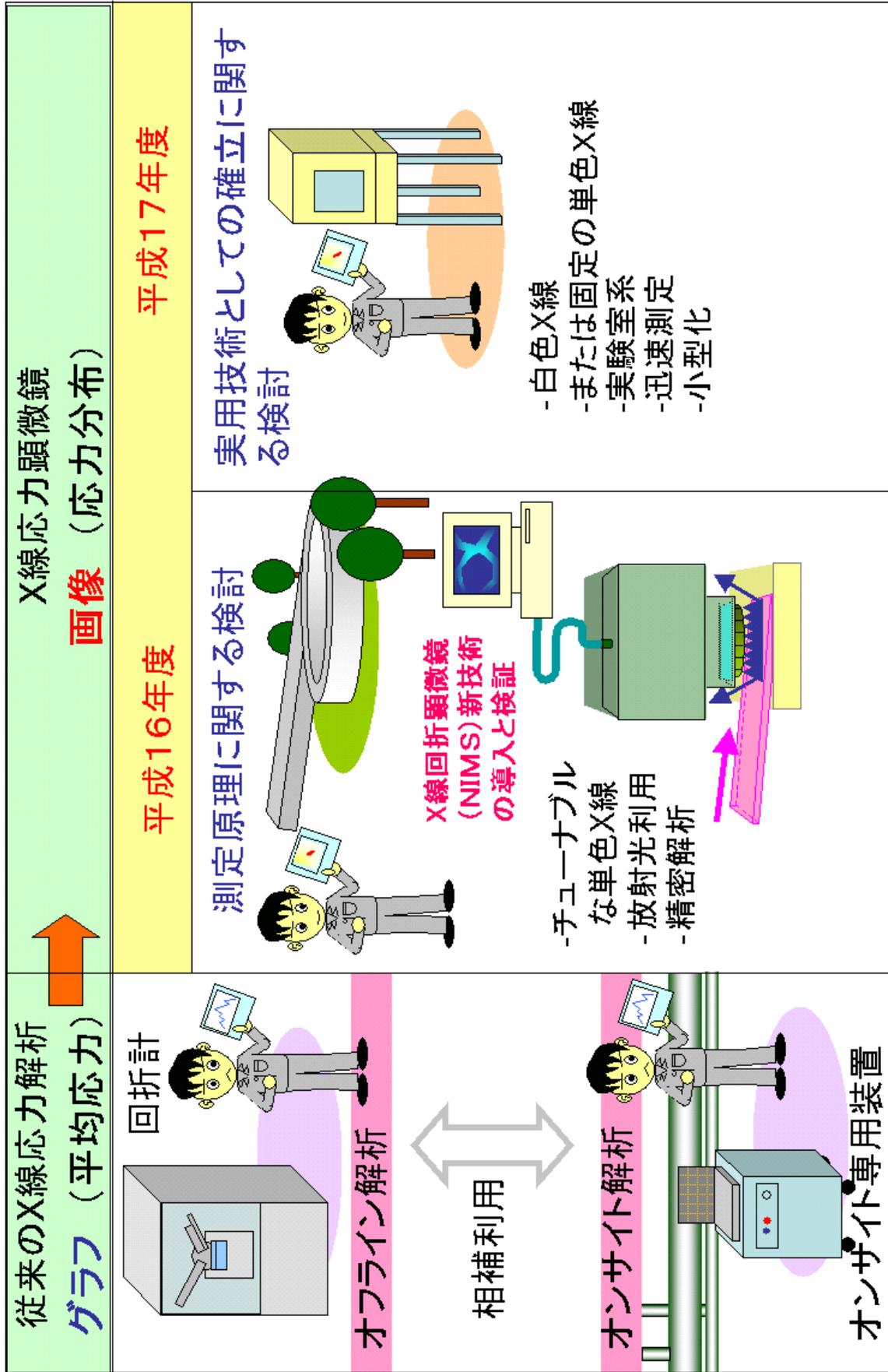


図-14 平成16年度の検討事項及び平成17年度以降の展開。

表-1 本事業で試作開発されたX線応力顕微鏡の特徴（従来技術との比較）

	従来技術 (X線応力解析装置)	本事業・平成16年度 (X線応力顕微鏡)
得られる情報	mm～cmオーダーの観察領域全体の平均応力	約1cmの観察領域の応力分布
得られるデータタイプ	数値（応力の値）	画像（応力の分布）
X線のエネルギー（波長）	固定（多くの場合、X線管の特性X線）	チューナブルな単色X線（シンクロトロン放射光を主に使用）
空間分解能	ビームサイズ（0.2mm～2cm）	20～100μm
画素数	1	512×512～1000×1000
入射X線と試料のなす角	多くの場合、大きく変化させる（そのことによりψ角を変化させる）	1～3度に固定（いわゆる薄膜配置と同じ）
検出器	シンチレーション検出器またはPSPC	高速CCDカメラ
検出器の配置（2θ角）	注目している格子面間隔に対応する回折角を1点選ぶ。2θ走査によりピーク変化を求める。	90度近傍を中心に複数点の回折角を選ぶ（そのことによりψ角を変化させる）。2θ走査は行わない。
ピーク位置変化の求め方	2θ走査	入射X線のエネルギー走査
応力決定の方法	$\sin^2\psi$ -2θプロットの傾き	$\sin^2\psi$ - $\lambda/\lambda_0$ プロットの傾き
XY走査	分布測定をしたいときは試料のXY走査が必要	不要。走査しなくても、試料上の点と1対1対応する画像が得られる。
測定時間	装置により差があるが、典型的には試料上の1点あたりの応力算出に10分～40分程度。 多点測定を行うと、点数に比例して測定時間がかかる。例えば、10×10の100点なら、16.6時間～66.7時間、100×100だと、69日～280日。	画像1枚あたり1秒。 入射X線エネルギー走査を行うと1回の走査は1～5分程度。 ψ角の点数ぶんだけ繰り返すと全部で7～35分。

参考文献

- 1) 日本学術会議物質創製工学研究連絡委員会金属材料専門委員会：材料の21世紀へのストラテジー-金属系材料の視点から見た提言（物質創製工学研究連絡委員会金属材料専門委員会報告），平成12年6月26日。
- 2) 河田幸三監修：最新応力・ひずみ測定・評価技術，イーティーエス総合技術センター

- (1992).
- 3) 井野博満: *金属*, **73**(11), 62-72 (2003).
  - 4) C.S.Barrett, T.B.Massalski: *Structure of Metals - Crystallographic Methods, Principles and Data* (Third Revised Edition), Pergamon Press, Oxford (1980).
  - 5) M.E.Hilley, J.A.Larson, C.F.Jaczak, R.E.Ricklefs (eds.): *Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction* (SAE Information Report J 784a), the Society of Automotive Engineers, Inc., Warrendale (1971).
  - 6) D.B.Cullity (村松源太郎訳): *X線回折要論* (新版), アグネ, 東京 (1980), 第16章; B.D.Cullity: *Elements of X-Ray Diffraction* (Second Edition), Addison-Wesley, Reading (1978).
  - 7) I.C.Noyan, J.B.Cohen: *Residual Stress - Measurement by Diffraction and Interpretation*, Springer-Verlag, New York (1987).
  - 8) 日本材料学会編: *X線応力測定法* (改著), 養賢堂, 東京 (1981); 日本材料学会 X線材料強度部門委員会: *X線応力測定法標準* (1997年版); 日本材料学会 X線材料強度部門委員会編: *X線応力測定法標準 -セラミックス編-*, 日本材料学会, 京都 (2000).
  - 9) Ch.Genzel, C.Stock, W.Reimers: *Mater. Sci. Eng. A*, **372**, 28-43 (2004).
  - 10) V.Hauk: *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, Elsevier, Amsterdam (1997).
  - 11) Y.Yoshioka, K.Hasegawa, K.Mochiki: *Adv. in X-Ray Anal.*, **26**, 209-216 (1983).
  - 12) Y.Chikaura, Y.Yoneda, G.Hildebrandt: *J. Appl. Cryst.*, **15**, 48 (1982).
  - 13) 近浦良則, 飯田敏, 川戸清爾, 尾崎徹, 鈴木良文: *応用物理*, **71**, 1386 (2002).
  - 14) T.Wroblewski, S.Geier, R.Hessmer, M.Schreck, B.Rauschenbach: *Rev. Sci. Instrum.*, **66**, 3560 (1995).
  - 15) T.Wroblewski: *Synchrotron Rad. News*, **9**, 14 (1996).
  - 16) K.Sakurai: *Spectrochimica Acta B*, **54**, 1497 (1999).
  - 17) 桜井健次: *X線分析の進歩*, **33**, 245 (2002).
  - 18) K.Sakurai: *Photon Factory Activity Report 2001 A Highlights*, 33 (2002).
  - 19) 桜井健次, 江場宏美, 水沢まり: *まてりあ*, **41**, 616 (2002).
  - 20) 桜井健次, 江場宏美, 水沢まり: *ぶんせき*, (11), 644 (2003).
  - 21) K.Sakurai, H.Eba: *Anal. Chem.*, **75**, 355 (2003).
  - 22) K.Sakurai, M.Mizusawa: *Nanotechnology*, **15**, S428 (2004).
  - 23) 桜井健次: *応用物理*, **73**, 754 (2004).