

平成17年度原子力安全基盤調査研究  
(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))

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术である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、性能の優れた材料の開発に加え、フェイル・セーフ機構としての安全性の検査・診断技術を確立することは、科学技術的のみならず、社会的な意味がきわめて大きい。最先端のX線技術を用いることは、非破壊的に材料の残留応力を知ることができ、大変有望と考えられる。X線回折法を用いて広い測定視野全体の平均の応力を計測できることはよく知られているが、これを顕微鏡化し、応力の分布画像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。(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X線顕微鏡の技術によれば、これまでのように、X線を小さく絞って照射領域を制限し試料をXY走査する必要がなくなり、きわめて迅速な画像化が可能である。本事業では、X線応力顕微鏡の試作開発と安全性の検査・診断技術の検討を行っている。

シンクロトロン放射光を用いるX線応力顕微鏡の試作開発が順調であったことを受け、平成17年度は、実用的な見地からコンパクトな可搬型X線管を採用したハードウェアの検討を行うとともに、ひずみゲージ法により得られる応力値との差異や研磨の影響等について、多くの実験データを取得して定量的な検討を行った。さらに、非常に多量の画像群を効率的に扱うX線顕微鏡専用の新しい画像処理ソフトウェアを開発し、きわめて効率的かつ迅速に解析を行えるようにした。すなわち、新しいX線顕微鏡技術を検査・診断技術として発展させることを意図し、そのために必要な事項の検討を網羅的に実施してきた。

新しいX線顕微鏡技術の最大の利点は、なんと言っても桁違いの迅速性にある。他方、どのような優れた技術にも必ず弱点や制約要因や、さまざまな注意事項が存在する。平成18年度は、可搬型X線顕微鏡による詳細な検証や検査・診断法等に関わる検討を継続し、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。

## 目 次

1. 背景	1
1.1 迅速材料診断技術の必要性	1
1.2 X線応力解析法の最近の研究動向	10
1.2.1 シンクロトロン放射光の利用による高度なX線応力解析	10
1.2.2 溶接や応力腐食割れの問題についての検討例	16
2. 全体計画	23
3. 実施内容	26
3.1 平成17年度事業の実施内容	26
3.1.1 X線回折顕微鏡の技術に関する総合的考察	26
3.1.2 チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡の設計・製作	38
3.1.3 チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡の組み立て・完成	40
3.1.4 チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡によるX線応力 分布測定に関する技術検討	42
3.1.5 X線応力解析法の定量評価に関する技術検討	48
3.1.6 X線応力顕微鏡により取得される多量の画像データの取り扱いに関する 技術検討	77
3.1.7 その他	95
3.2 平成17年度事業の実施内容をふまえたX線応力顕微鏡の今後の展開	97
3.3 原子力施設等においてX線応力顕微鏡による検査・診断を行うためのガイ ドラインについて	99
4. まとめ	102
引用(参考)文献	106

## 1. 背景

### 1.1 迅速材料診断技術の必要性

独立行政法人科学技術振興機構（JST）が、内外における科学技術分野の事故や失敗の事例を分析し、そこから得られる教訓を整理したものを「失敗知識データベース」（<http://shippai.jst.go.jp/>）として提供している。2005年11月現在、1135件ほど登録されているが、内、原子力分野に分類されるものは28件にとどまっている。興味深いので以下列挙してみる。

- 1) 原子力発電所の配管破裂で蒸気噴出（2004年8月9日、関西電力株式会社美浜原子力発電所3号機）
- 2) 敦賀2号機加圧器逃し弁管台溶接部からの漏洩事故（2003年9月9日、日本原子力発電(株)敦賀原子力発電所2号機）
- 3) 原子力発電所がスチームタービンの軸受け保温材の小火により緊急停止（2002年12月12日、日本原子力発電(株)敦賀原子力発電所2号機）
- 4) 原子力発電所のトラブル隠し（2002年8月、東京電力株式会社福島第一原子力発電所、福島第二原子力発電所、柏崎刈羽原子力発電所）
- 5) 浜岡原子力発電所1号機制御棒駆動機構ハウジング貫通部のスタブチューブ取付け溶接部の応力腐食割れ（2001年11月9日、中部電力株式会社浜岡原子力発電所1号機）
- 6) 浜岡原子力発電所1号機高圧注入系分岐蒸気配管の破断による蒸気漏洩（2001年11月7日、中部電力株式会社浜岡原子力発電所1号機）
- 7) サンオノフレ原子力発電所で火災が発生し、緊急停止（2001年2月3日、米国、カリフォルニア州、サンオノフレ原子力発電所）
- 8) 爆発によるロシア原子力潜水艦クルスク沈没事故（2000年8月12日、ロシア、セベロモルスク軍港の沖合い140km）
- 9) 美浜発電所2号機化学体積制御系配管からのキャビテーションによる一次冷却水漏えい（2000年4月7日、関西電力株式会社美浜発電所2号機）
- 10) 敦賀発電所1号機シュラウドサポートのひび割れについて（1999年12月9日、日本原子力発電株式会社敦賀発電所1号機）
- 11) JCO ウラン加工工場での臨界事故（1999年9月30日、茨城県東海村）
- 12) 敦賀原子力発電所2号機化学体積制御系再生熱交換器連絡配管からの一次冷却水漏

- 洩（1999年7月12日、日本原子力発電株式会社敦賀原子力発電所2号機）
- 13) 敦賀発電所1号機動作不良制御棒22-23の点検に伴う原子炉停止について（1997年10月24日、日本原子力発電株式会社敦賀発電所1号機）
  - 14) 放射性廃棄物のアスファルト固化処理施設における異常反応による火災と爆発（1997年3月11日、茨城県東海村、核燃料再処理工場）
  - 15) 敦賀発電所2号機化学体積制御系配管からの一次冷却水漏えい（1996年12月24日、日本原子力発電株式会社敦賀発電所2号機）
  - 16) 高速増殖原型炉もんじゅの2次系ナトリウム漏洩（1995年12月8日、動力炉・核燃料開発事業団高速増殖原型炉もんじゅ）
  - 17) 高速増殖炉の冷却系配管からの冷却剤の溶融ナトリウムの漏洩による火災（1995年12月8日、動力炉・核燃料開発事業団高速増殖原型炉もんじゅ）
  - 18) 逃し管の亀裂によるリアクター冷却水の漏出（1994年12月10日、カナダ、トロント、原子力発電所 Pickering 2）
  - 19) プルトニウム分離工場での爆発事故（1993年4月7日、ロシア、Siberia、Tomsk-7）
  - 20) 福島第一原子力発電所1号機原子炉格納容器気密試験に係る不正（1991年6月13日、東京電力株式会社福島第一原子力発電所1号機）
  - 21) 原子力発電所蒸気発生器の伝熱細管破断（1991年2月9日、関西電力株式会社美浜発電所2号機）
  - 22) 浜岡原子力発電所1号機のインコアモニタハウジングの応力腐食割れ（1988年9月17日、中部電力株式会社浜岡原子力発電所1号機）
  - 23) 原子力発電所二次系配管のギロチン破断（1986年12月9日、米国、バージニア電力会社サリー原子力発電所2号機）
  - 24) チェルノブイリ原発の爆発（1986年4月26日、ソ連、ウクライナ共和国、キエフ市、チェルノブイリ原子力発電所）
  - 25) 複合要因によるスリーマイル島（TMI）原子力発電所の炉心溶融事故（1979年3月28日、米国、ペンシルバニア州、スリーマイル島（TMI）原子力発電所2号炉）
  - 26) 原子力船むつ放射線漏れ（1974年9月1日、青森県沖太平洋上）
  - 27) 低圧タービンのバースト事故（1969年9月19日、英国、イングランド、サマセット、Hinkley Point “A” 原子力発電所5号ユニット）
  - 28) 原子力潜水艦スレッシャー号沈没事故（1963年4月10日、米国、マサチューセツ

ツ州、ケーブコッドの東沖 350Km の大西洋)

いずれも新聞やテレビ等で大々的に報道されたものばかりである。過去の思わぬ大きな事故から教訓をくみとり、将来に生かしてゆくために、今後のいっそうの充実を期待したい。専門的な立場から、原子力分野の失敗の詳細な技術的知識のデータベースを作ることも検討されると更に有用と思われる。

さて、上記にリストされた事例を眺めて、すぐに気づくことは、半数以上が使用されている材料の力学的、機械的性質に関連するものであり、共通のキーワードとして「応力」が浮かび上がってくる。特に、応力腐食割れ (SCC, Stress Corrosion Cracking) に関するものは 11 件もある。他に、データベースには出ていない古い事例であるが、1989～1998 年度に報告されたものとしては、表 1.1-1 に示すようなものもある。

応力腐食割れは、材料因子 (析出等による粒界の変化、いわゆる鋭敏化)、応力因子 (残留引張応力)、さらに環境因子 (高圧高温水中の溶存酸素) が複合することにより生じると考えられており<sup>1)</sup> (図 1.1-1、図 1.1-2)、3 つのうちの 1 つの因子に関する対策を徹底的に行うことにより防止できると考えられている。材料因子に関する対策が、いまのところ最も精力的に行われており、溶接部周辺の熱影響部でのクロム炭化物析出に伴う粒界クロム欠乏を抑える狙いから (図 1.1-3、図 1.1-4)、ステンレス鋼の炭素量を 0.020% 以下とする低炭素ステンレス鋼 (316L 及び 316 (LC)) が採用されるようになった。他方、低炭素ステンレス鋼を導入しても、実際には応力腐食割れが生じることが知られており、わが国では 2001 年以降に炉心シュラウドや再循環系配管の溶接部近傍での事例が多く報告されている。従来の高炭素ステンレス鋼とは異なり、粒界クロム欠乏は見られない反面、表面の硬化層で粒内型応力腐食割れが生じ、その下の母相からは粒界型応力腐食割れとして進展していること、また溶接金属内に進展している場合もあることなどが明らかにされている (図 1.1-5)。本稿を執筆しているさなかにも「傷は応力腐食割れ 伊方 2 号機の原子炉容器」(2006 年 1 月 10 日、共同通信) という記事が踊った。本件は、2005 年 11 月 9 日に四国電力株式会社伊方原発 2 号機の定期検査中に見出され、直ちに発表された原子炉容器入口管台内表面の傷 (図 1.1-6) のことを報道したものであろう。応力腐食割れにも大小いろいろなレベルがあると思われるが、なかなか抜本的な解決の難しい問題である。

ところで、上記の失敗知識データベースのなかには、事故の教訓を引き出すことを目的として、専門家によるさまざまなコメントが書かれている。そのなかに、次のような一節があった。材料の安全神話についての警鐘とも受け取れる一文である。

「応力腐食割れが典型的な例である。応力腐食割れは、材料、環境と引張応力の3つの因子の重畳効果によって生ずる。したがって、応力腐食割れは、一つの因子に関する対策によって、完全に防止できるとされている。最も容易なのが材料に関する対策であり、新しい材料の開発または従来材料の特性向上によって、特定の環境と引張応力のもとで、応力腐食割れを生じない材料選定が可能とされている。これが、絶対に応力腐食割れをしないという材料の安全神話である。ところが、この神話は予測であって、実績がない。現実には、予測の限度によって、応力腐食割れを生ずる結果となる。そして、再び新しい材料の開発または従来材料の特性向上によって、新しく材料の安全神話が誕生し、この繰り返しが永遠に続く。

同様に、材料の破壊特性が向上すれば、絶対に壊れないという安全神話が生まれる。その結果、限界を超えた使用がなされ、壊れるだけではなく、逆に大きな二次災害を生ずる。材料の特性に絶対の安全神話はない。材料は生き物である。材料は変わる。材料は腐る。材料は壊れる。そして、材料には寿命がある。これが自然界の鉄則である。」

もちろん、物質・材料の科学は、確実に進歩しており、優れた性能を持つ材料が今後も続々提案され、そのなかでも特に良いものが実用化されてゆくことは疑いない。その上で、しかし、その性能を過信しないこと、その限界をよく把握することが重要であるという指摘であろうかと思われる。すなわち、性能の優れた材料は、ある種のフェイル・セーフ機構とセットで用いられることにより、真価を発揮することができると考えられる。ここでのフェイル・セーフ機構とは、材料が壊れてしまっても大丈夫な仕組みという意味ではない。何がしかの理由で、材料の性能が理論的な予測から外れてしまっていたとしよう。しかし、壊れる前にそれが分かれば、いくらでも手が打てるのである。そのような診断システムが、ここで言うフェイル・セーフ機構である。壊れたときに、その原因を深く解明し、データベース化して教訓化することももちろん必要であるが、予測に反して壊れるかもしれないことを診断し、壊れる前に対策を講じることは、特に原子力施設のような社会的影響の大きいインフラストラクチャでは、非常に有効と考えられる。

応力腐食割れの問題について言えば、材料の性能を超えるような大きな引張応力が発生または残留していないか、予測を超えるような大きな変形やひずみが生じていないか等を診断することが求められる。いかに優れた材料を採用したとしても、その経年劣化に関しては読みきれない部分が常にあると思われ、こうした診断により、余寿命を確認しながら材料の使用を継続することが望まれる。応力腐食割れを解決するため、もしくは少なくとも

もこの問題を緩和するためには、材料因子とあわせ、環境因子や応力因子への積極的なアプローチも重要である。そのため、冷却水中の溶存酸素を低減する水素注入やピーニングや高周波加熱による圧縮応力の付与<sup>2)</sup>（引張応力を相殺する効果を期待）等も試みられている。そのような効果を検証する観点からも、余寿命を診断する技術を確立することは重要である。

本事業は、(独)物質・材料研究機構において発明・考案され、実用化に向けて技術開発が進められている迅速なX線回折顕微鏡をこうした分野に適用することをめざし、必要な検討を行うものである。

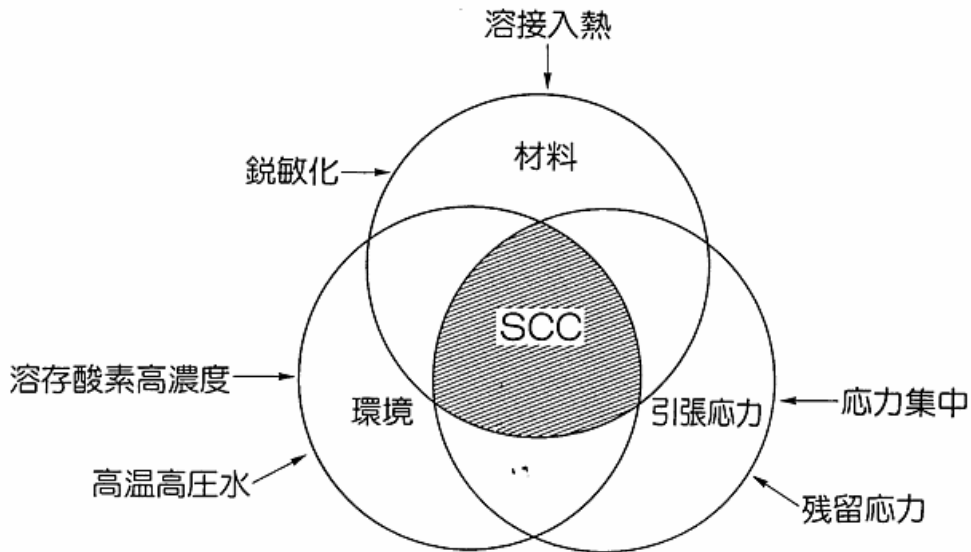
表 1.1-1 1989年～1998年度の応力腐食割れの発生例。

(<http://mext-atm.jst.go.jp/atomica/pict/02/02070215/01.gif> を引用)

原子炉	炉型	発見日	事象
		1989～1992年度	応力腐食割れによる損傷の報告例なし
東海-1	BWR	1993年 4月14日	低圧タービン動翼取付け部の損傷
福島1-5	BWR	1993年 4月26日	再循環系計測用配管取出し口のひび割れ
福島2-3	BWR	1994年 5月29日	ジェットポンプ押さえ金具の折損
福島1-2	BWR	1994年 6月29日	シュラウド中間部内表面溶接近傍部のひび割れ
		1995年度	応力腐食割れによる損傷の報告例なし
大飯-4	PWR	1996年10月 8日	燃料集合体上部ノズルリースプリングのひび割れ
川内-1	PWR	1996年10月27日	制御棒駆動装置ハウジングの中間キャンピール部の割れ
高浜-2	PWR	1996年11月20日	高圧給水伝熱管の漏洩
福島-1-1	BWR	1996年11月26日	圧力容器内ジェットポンプ入り口配管のひび
福島1-4	BWR	1997年10月13日	中性子計測装置収納管内表面のひび割れ
福島1-3	BWR	1997年12月 4日	中性子計測装置収納管内表面のひび割れ
大飯-2	PWR	1998年 8月29日	炉内計装用温度計ハウジングの溶接部キャンピール部近傍に亀裂確認
玄海-2	PWR	1998年10月18日	蒸気発生器伝熱管管板拡管部の伝熱管内面に欠陥確認

下記の出典をもとに作成した。

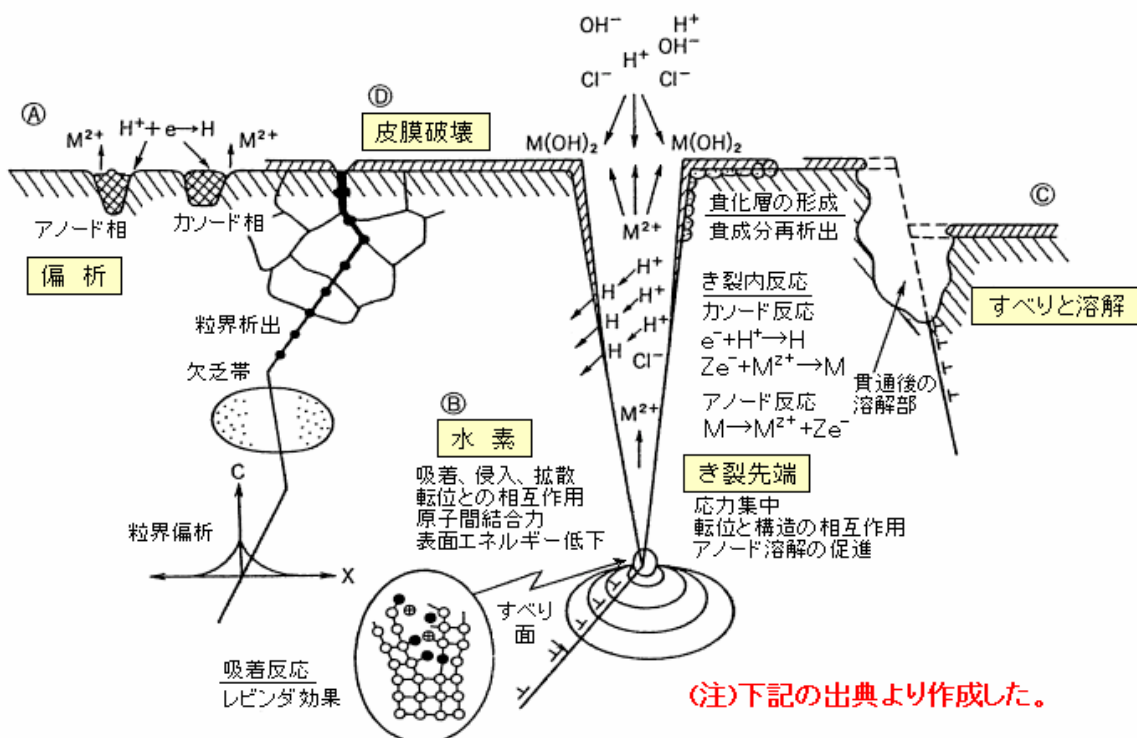
【出典】原子力発電技術機構：わが国の原子力発電所におけるトラブルについて（平成元年～平成9年度）  
 通商産業省資源エネルギー庁公益事業部原子力発電安全管理課（編）：平成11年度原子力発電所  
 運転管理年報、(社)火力原子力発電技術協会、(1999年10月) p.208-209, p.235-236



〔出典〕動力炉・核燃料開発事業団：動燃技報 No69 「ふげん」特集（1989.3）。

図 1.1-1 応力腐食割れ（SCC）発生要因。

(<http://mext-atm.jst.go.jp/atomica/pict/06/06010304/02.gif> を引用)



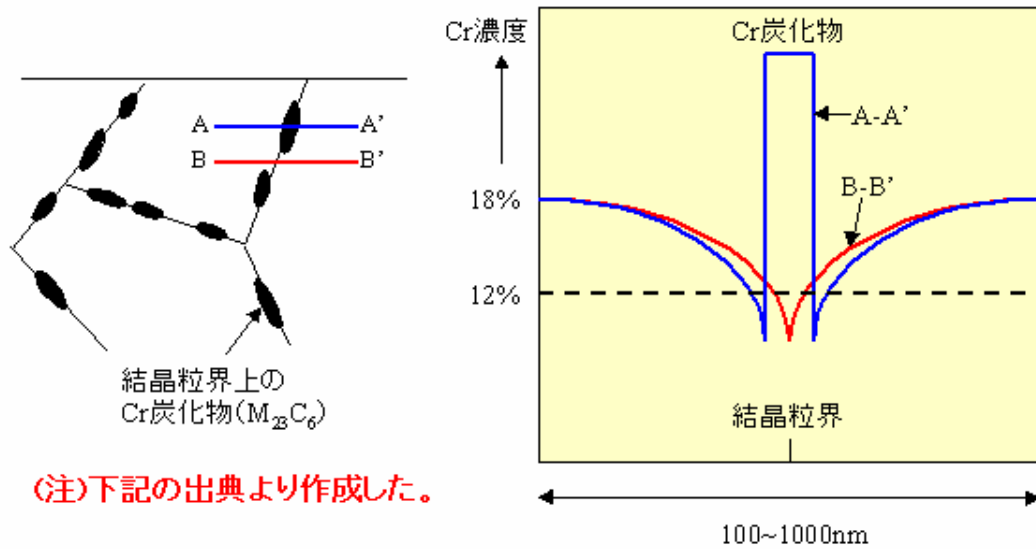
(注)下記の出典より作成した。

〔出典〕R.W.Staehe: Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking, eds. R.W.Staehe et al, NACE, p.7 (1969)

図 1.1-2 応力腐食割れに関わる様々な過程。

(<http://mext-atm.jst.go.jp/atomica/pict/02/02070222/03.gif> を引用)



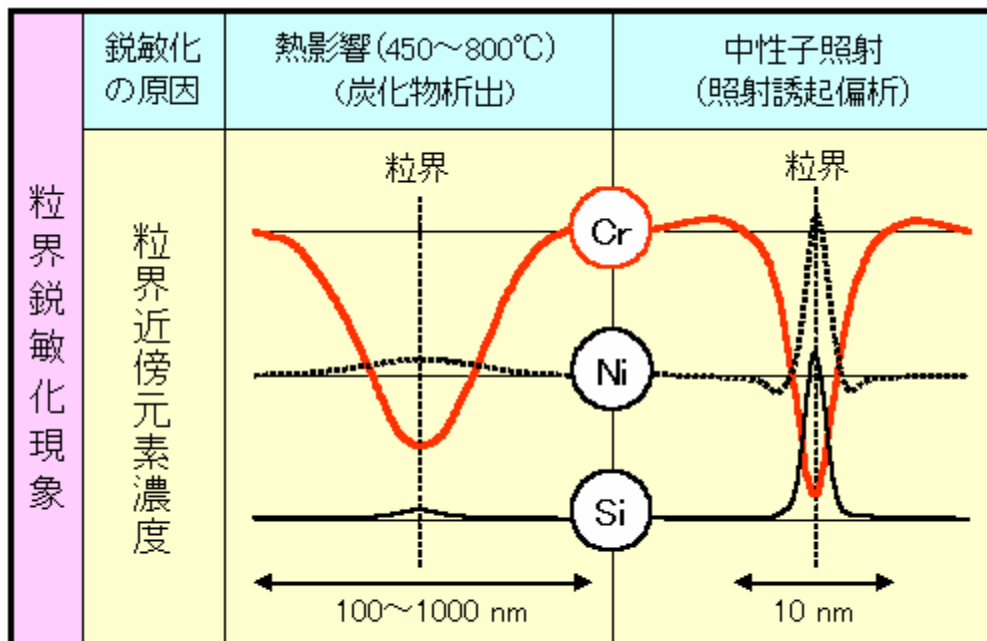


(注)下記の出典より作成した。

[出典]小若 正倫:新版 金属の腐食損傷と防食技術、アグネ承風社(1995年)

図 1.1-3 高炭素ステンレス鋼の鋭敏化 (Cr 欠乏層の形成)。

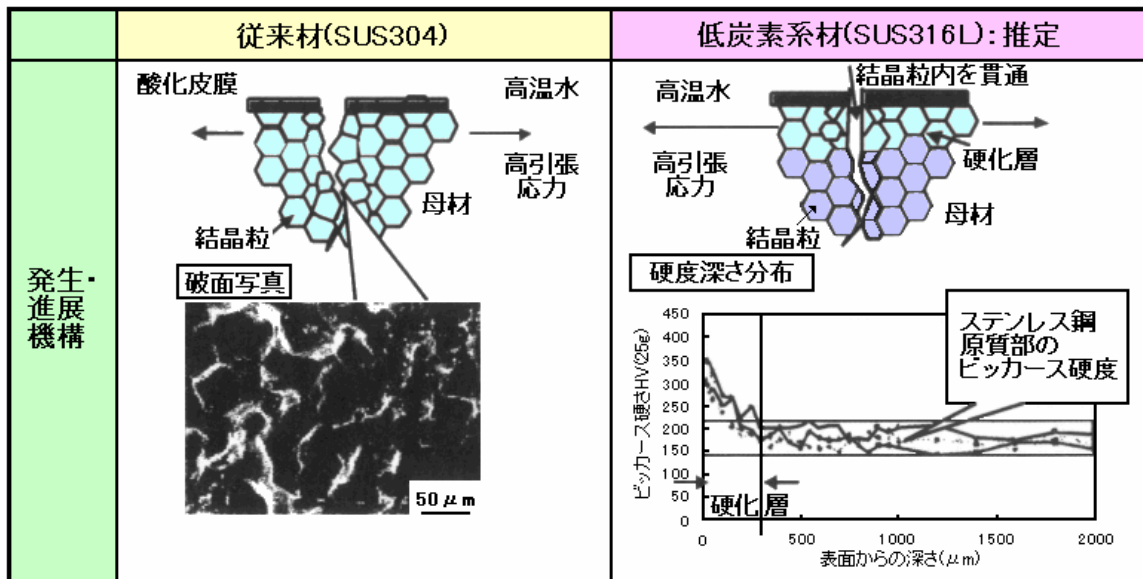
(<http://mext-atm.jst.go.jp/atomica/pict/02/02070222/04.gif> を引用)



[資料提供]日本原子力研究所

図 1.1-4 応力腐食割れ発生の原因となる粒界近傍の合金組成変化。

(<http://mext-atm.jst.go.jp/atomica/pict/02/02070221/08.gif> を引用)



[出典] 長谷川雅幸(ほか): 特集 より高い信頼性を求めた原子炉材料の最近の研究動向、  
 金属、アグネ技術センター、Vol.73, No.8, p.732(2003)

図 1.1-5 低炭素ステンレス鋼の応力腐食割れの要因。

(<http://mext-atm.jst.go.jp/atomica/pict/02/02070222/05.gif> を引用)

### 原子炉容器入口管台内表面の微小な傷の概要

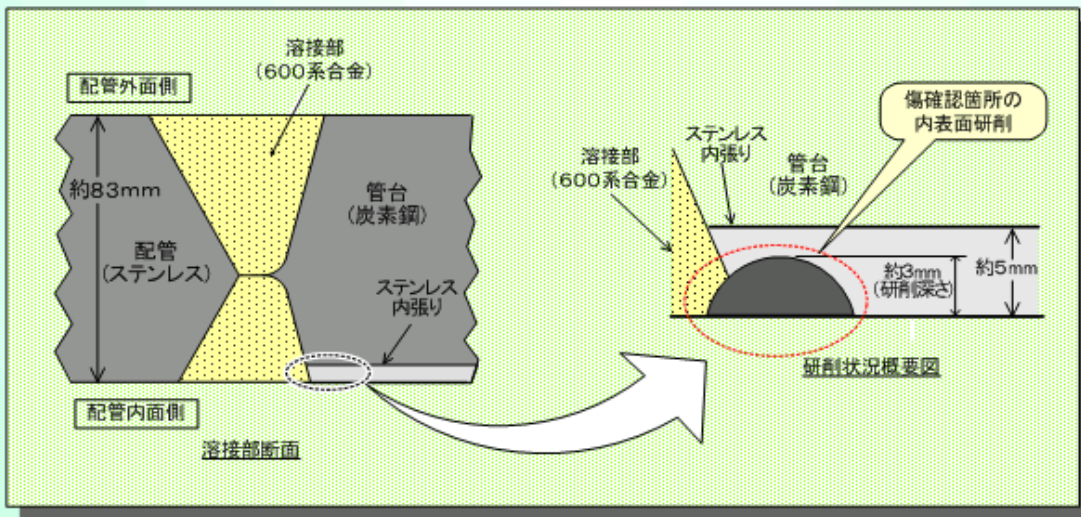
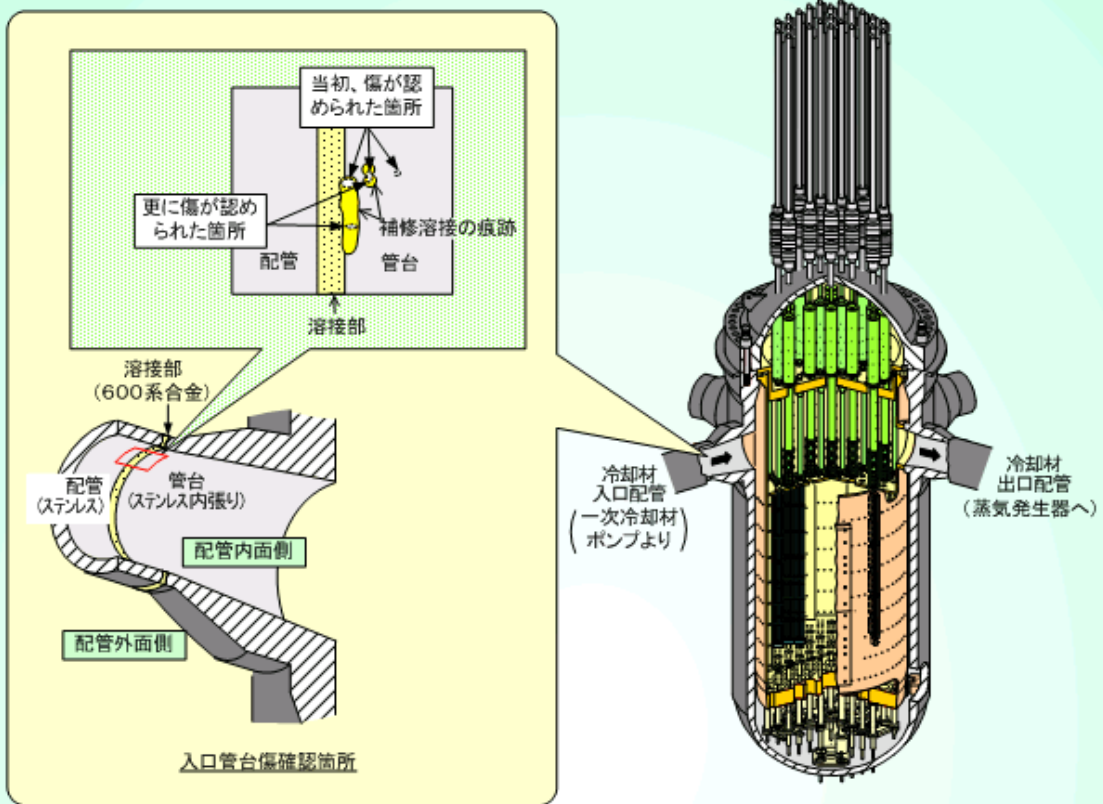


図 1.1-6 伊方発電所 2 号機原子炉容器入口管台内表面の微小な傷の概要。

(平成 18 年 1 月 10 日付四国電力株式会社プレスリリースより引用)

## 1.2 X線応力解析法の最近の研究動向

X線応力解析法は、X線回折を用いて多結晶体の表層の結晶格子面間隔を測定し、そのひずみ量から試料表面層に存在する応力を算出する技術である<sup>3)-7)</sup>。以下、最近の研究動向を述べる。X線応力解析法の原理および実用技術として利用されている市販のX線応力解析装置に関する事項については、平成16年度の報告書において詳しく記載しているので、ここでは触れない。

### 1.2.1 シンクロトロン放射光の利用による高度なX線応力解析

X線応力解析法は、成熟した実用技術であり、それだけに新たな研究の余地がそれほど多くなくも見えた一時期もあったが、1994年に、グルノーブルのヨーロッパ放射光施設（ESRF、European Synchrotron Radiation Facility）が運転を開始し、シンクロトロン放射光を用いたX線応力解析が一躍注目を集めるようになった。ESRFは、6GeVの電子蓄積リングを備えたいわゆる第3世代放射光施設である。その特徴は、光源が高輝度であること（単位面積、単位立体角あたりのフォトン数が多い）、およびそのスペクトル分布が高エネルギー領域（波長の短い領域）にまで及んでいることにある。すなわち、前者に関しては、微小なビームを用いた微小領域解析、平行ビームを用いた薄膜・表面界面解析、後者に関しては、高エネルギー（短波長）X線による深い侵入を用いた材料内部の解析が可能になる。ESRFでは、このような魅力的な特徴をもつ新しいX線応力解析の取り組みが活発に行われている<sup>8)</sup>。シンクロトロン放射光を使う技術は、当然にも、そのビームラインに試料を持ってゆかなくてはならず、それができない、または著しく困難な場合もあるから、応用上の制約はある。しかし、シンクロトロン放射光を活用した先駆的な研究が刺激になって、通常の実験室系X線源を用いるX線応力解析も、新たな視点で見直される機運が高まり、また新たな応用分野も広がってきている。

わが国でも1997年から稼動を始めたSPring-8を活用した研究の機運が高まっており、2003年4月に「放射光応力評価の実用化に関する研究会」が発足している。その第8回研究会が、SPring-8利用推進協議会研究開発委員会等との共同主催で「SPring-8利用シンポジウム 放射光による応力評価の実用化」として2005年7月1日にメルパルク大阪において開催された。そのプログラムは次の通りであった。

#### 1. 放射光による応力測定法 10:00～11:30

##### 1-1. 放射光応力測定的基础

名古屋大学大学院 工学研究科 田中 啓介

1-2. 高エネルギー放射光を用いたひずみスキャニング法

名古屋大学大学院 工学研究科 町屋修太郎

2. 微小部応力、応力マッピング 11:30~12:30

2-1. 微小領域応力マッピングによる疲労き裂進展挙動の評価

名古屋大学大学院 工学研究科 秋庭 義明

2-2. セラミックスのき裂先端近傍の応力マッピングによる靱性評価

静岡大学 工学部 坂井田 喜久

3. 表面改質材への適用 13:30~15:00

3-1. ナノサイズ薄膜の応力評価

徳島大学 工学部 英 崇夫

3-2. コーティング、TBC の応力評価

新潟大学 教育人間科学部 鈴木 賢治

3-3. ピーニング施工部の応力評価

(株)東芝 電力・社会システム技術開発センター 佐野 雄二

4. 実用化への展開 15:10~16:40

4-1. 固体酸化物形燃料電池の温度及び酸化還元サイクルに伴う内部応力の変化  
(放射光を用いたその場測定による評価)

東邦ガス(株) 基盤技術研究部 鵜飼 健司

4-2. 工具用硬質被膜の応力深さ分布測定

三菱マテリアル(株) 分析評価研究部 土屋 新

4-3. プリント基板の金属配線部の残留応力の非破壊測定

(株)デンソー 材料技術部 浅井 洋光

5. SPring-8 と応力評価研究会 16:40~17:00

(財)高輝度光科学研究センター 利用業務部 古池 治孝

高エネルギー(短波長)のX線の利用は、ESRF や SPring-8 が登場する前には、ほとんど行われていなかった領域である。SPring-8 の BL02B1 (偏向電磁石光源) では、約 72~73keV のX線を用い、物質への侵入深さが通常のエネルギーのX線よりも深いことに着目して、材料内部の応力を求める研究が活発に行なわれている。従来は、材料内部の応力、特に深さ分布を調べるときは、電解研磨を行いながらX線応力測定を繰り返す逐次研磨法

等で検討されることが多かったが、高エネルギーX線の利用により、研磨を行うことなく内部応力の深さ分布を求めることも現実的になってきた。他方、従来の $2\theta$ - $\sin^2\psi$ プロットを行うために、 $\psi$ を変えようとする、その際に侵入深さが変わってしまう。そこで、SPring-8では、ひずみスキヤニング法(図 1.2-1)や侵入深さ一定法(図 1.2-2)と呼ばれる測定技術が、新たに導入され、用いられている。後者は、従来から知られている並傾法と側傾法を巧妙に組み合わせた測定技術と言えよう(並傾法、側傾法の詳細については、平成16年度報告書の1.2.1を参照)。

並傾法では、 $2\theta_0$ 一定の条件で $\omega$ 軸を変化させ、 $2\theta$ - $\sin^2\psi$ 図( $\psi=\theta-\omega$ )の傾きより応力を求める。このとき、X線が試料を透過する距離 $x$ は、厚さ方向のX線侵入深さ $z$ を用いて

$$\begin{aligned} x &= \frac{z}{\sin \omega} + \frac{z}{\sin(2\theta_0 - \omega)} \\ &= \frac{z}{\sin(\theta_0 - \psi)} + \frac{z}{\sin(\theta_0 + \psi)} = \frac{2z \sin \theta_0 \cos \psi}{\sin^2 \theta_0 - \sin^2 \psi} \end{aligned} \quad (1.2.1)$$

で表される。透過距離 $x$ が一定のとき、 $\psi$ を変化させると、侵入深さ $z$ が変化することは、容易に確かめられる。一方、側傾法は $\chi$ ( $=\psi$ )を変化させて応力を求める方法であり、X線透過距離 $x$ は

$$x \cos \chi = x \cos \psi = \frac{2z}{\sin \theta_0} \quad (1.2.2)$$

となる。 $\psi$ を変化させると $z$ が変化するのは明らかであろう。そこで、 $\omega$ と $\chi$ の両方を変化させることを念頭に置くと、X線透過距離 $x$ は

$$x \cos \chi = \frac{z}{\sin \omega} + \frac{z}{\sin(2\theta_0 - \omega)} \quad (1.2.3)$$

となる。もともと侵入深さとは、吸収によってX線の強度が元の強度の $1/e$ 倍に減衰する距離を意味するから、その距離が $1/\mu$ ( $\mu$ は線吸収係数)に等しくなるときの $z$ を $\tau$ と書くと

$$\tau = \frac{\cos \chi}{\mu} \frac{\sin \omega \sin(2\theta_0 - \omega)}{\sin \omega + \sin(2\theta_0 - \omega)} \quad (1.2.4)$$

のように変形できる。この式の右辺には $\omega$ と $\chi$ の2つの変数があるため、 $\omega$ と $\chi$ の両方を変化させることにより、あらかじめ注目している $\tau$ を固定した状態で(あるいは、 $\tau$ を後でいろいろ変えることも含め) $\sin^2\psi$ 法が適用できることがわかる。このとき、 $\psi$ は

$$\cos\psi = \cos\chi \cos(\theta_0 - \omega) \quad (1.2.5)$$

のように書ける。

他方、SPring-8のBL09XUやBL46XU（ともにアンジュレータ光源）高強度単色X線を用い、50~100 $\mu\text{m}$ 角程度の微小部の応力を求め、あるいはビームの照射位置を変化させることにより分布を求めようとする研究も活発に行われている。名古屋大学の秋庭・田中グループは、S超細粒鋼（SUF鋼、Surface layer with Ultra Fine grain microstructure）およびSiC長繊維強化チタン合金等について、亀裂先端近傍での応力分布を研究している（図1.2-3）。静岡大学の坂井田らは、多結晶アルミナセラミックスについて亀裂先端部分の2次元的な応力分布を、応力付加の状態で測定している（図1.2-4）。また、東芝の佐野らは、この技術を応用して、レーザーピーニングによる機械的性質の改善効果<sup>9)</sup>の検証を行っている（図1.2-5）。これらの研究は、やはりESRFやSPring-8の登場以前にはほとんど考えられなかったものであり、亀裂進展機構についての理解を深め、材料の寿命予測、あるいは耐力予測のための基礎的な知見を得ることにつながるものと期待される。

しかし、こうした試料上でのXY走査と、応力測定のためのいわゆる $2\theta\text{-sin}^2\psi$ プロットのための走査の両方を行うため、膨大な測定時間が必要になり、多数の試料について、あるいは同じ試料の多数の測定点について検討を行うことは困難であり、あまり現実的ではない。

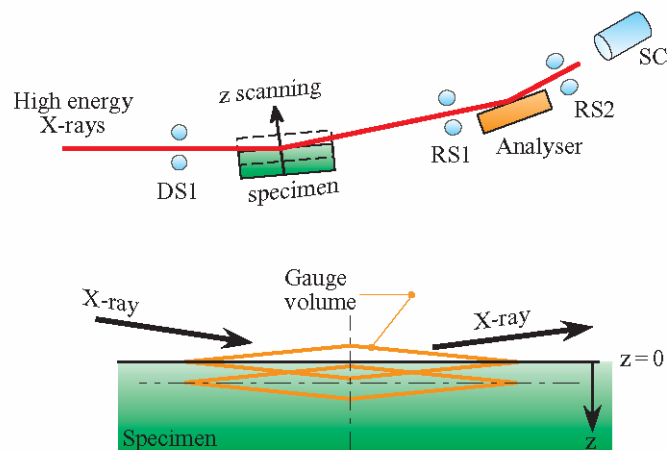


図 1.2-1 ひずみスキャンニング法のための光学系とゲージ体積。サンプルステージの  $z$  スキャンによってひずみ分布を測定する。（K. Suzuki and K. Tanaka, *SPring-8 Research Frontiers* 2003, 112-113 (2004)より引用）

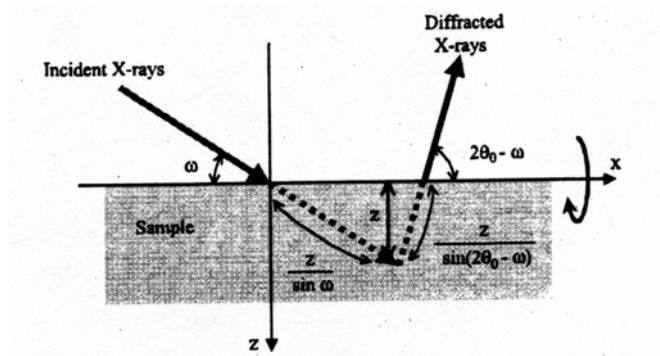


図 1.2-2 試料内へ侵入する X 線の模式図。 $\psi$  の変更を  $\chi$  の変更で実現することにより異なる  $\psi$  値に対して X 線の侵入深さ  $z$  を一定に維持することができる。(秋庭他, 材料, 52, 764-769 (2003)から引用)

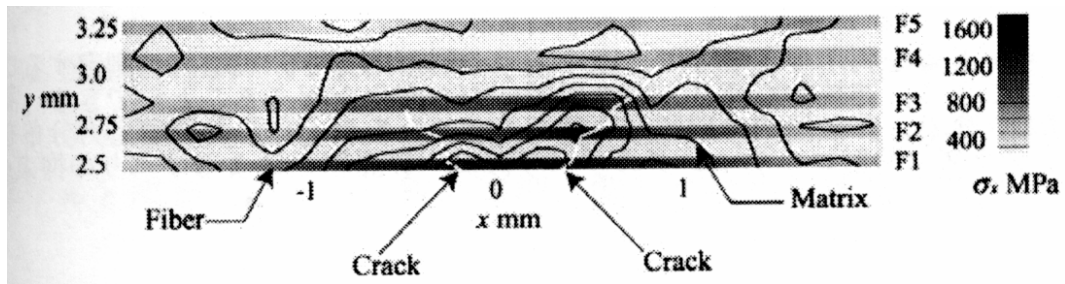


図 1.2-3 炭化ケイ素連続繊維により一方向に強化されたチタン合金の片側切欠き材の疲労き裂まわりの応力マッピング。(秋庭他, 第19回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム予稿集, 149 (2006)より引用)



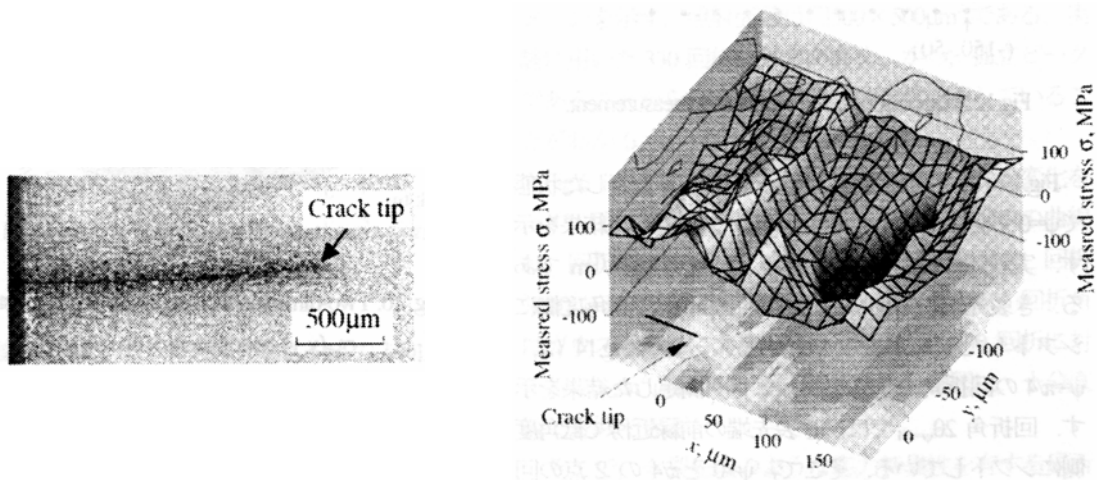


図 1.2-4 (左) 常圧焼結アルミナの SEPB(Single edge pre-cracked beam)試験片の SEM 写真。(右) SEPB 試験片に一定荷重を負荷した状態で、 $50 \times 50 \mu\text{m}^2$  のマイクロビーム X 線を使用してき裂先端を原点として  $(-50 \mu\text{m}, -150 \mu\text{m}) \sim (200 \mu\text{m}, 50 \mu\text{m})$  の範囲を 2 次元走査 (合計 179 点) して得た  $\psi=0, \pi/4$  での回折角から求めたき裂先端近傍の 2 次元応力分布。  
(坂井田喜久, 「SPring-8 利用シンポジウム 放射光による応力評価の実用化」予稿集, 29-35 (2005)より引用)

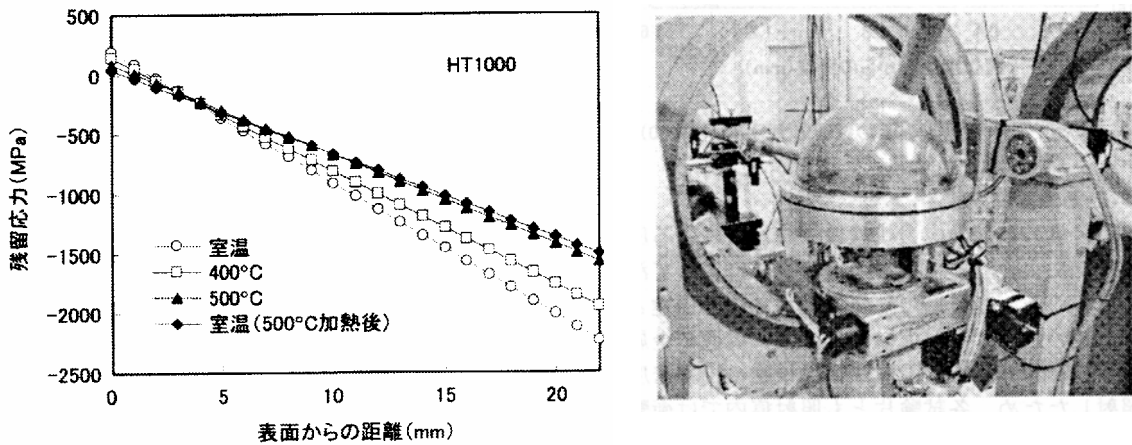


図 1.2-5 (左) 2 次的にレーザーピーニング施工した HT1000 試験片の残留応力深さ分布 (侵入深さ一定法による)。(右) SPring-8 BL19B2 の実験装置。(佐野雄二, 「SPring-8 利用シンポジウム 放射光による応力評価の実用化」予稿集, 56-60 (2005)より引用)

### 1.2.2 溶接や応力腐食割れの問題についての検討例

X線応力解析法は、さまざまな材料の問題に対して適用可能である。ここでは、本研究において開発中の新しいX線イメージング技術をいずれ原子力施設等における迅速材料診断技術として活用しようとする際に、参考になりそうな興味ある事例を取り上げ、整理する。

溶接部近傍の局所的な応力集中や組織変化の分布の診断は、最も重要な課題の1つである(表 1.2-1)。図 1.2-6 は、バネ鋼 (SK-5) のレーザービーム溶接について検討を行った例を示している。母材部 (図中の点①) の表面は、材料を圧延加工した際に導入された圧縮残留応力を示しているのに対し、溶接部 (図中の点②、③) では圧縮応力の絶対値が小さくなっている。すなわち、全体として母材よりも引張り方向へ変化している。これは溶接時の入熱による引張応力の影響によるものであり、溶接時の熱応力やその他の条件に依存する。ここで、注意を喚起したいのは、X線応力解析法は、非破壊的に残留応力を測定できる利点を持ちながらも、通常のX線の波長 (1~2Å) では数 $\mu\text{m}$ ~数 10 $\mu\text{m}$  程度の表層しか見ていないことである。特に、X線測定の都合上、表面を研磨した場合、その研磨による新たな圧縮残留応力の導入の効果が相対的に大きく見えてしまうことには注意を払うべきである。そのため、機械的な研磨を行った後に、電解研磨を行う手順が推奨されることが多い。他方、電解研磨により研磨を進めすぎるともとの残留応力を解放してしまう結果も心配され、結局、ケースバイケースでの処理とするしかないようである。

図 1.2-7 は、厚肉溶接鋼の突き合せ溶接材の検討例である。表面の凹凸の影響を避けるために、エメリーペーパーで研磨して表面を平滑にし、上述の理由から、電解研磨でさらに約 50 $\mu\text{m}$  除去したものである。先の例と同様に、母材では高い圧縮残留応力を示し、ビードに接近すると、60mm 地点から引張り側に変化し、約 20mm 付近でピークをなしている。こうしたことから、60mm くらいまでがX線応力の観点から見た熱影響部と言えそうである。20mm 地点よりもビード側では再び圧縮側に向かい、ビード中央部では、母材よりも大きな圧縮応力を示している。これは組織変化を反映したものと解釈される。X線回折プロファイルにも変化が現れており、半価幅は母材中では大きな変化はみられないが、ビード部では有意な広がりが見られた。材料診断の観点では、図 1.2-7 ではビード部から約 20mm までの領域に注意を払うべきである。なお、こうした溶接部近傍の残留応力測定は、(独)日本原子力研究機構のグループにより、SPring-8 の同機構専用ビームライン BL22XU において最近、精力的に行われている (図 1.2-8)。

応力腐食割れ問題の検討に関しても、X線応力解析法による検討はかなり以前から行われている<sup>10)</sup>。図 1.2-9 は、繊維類の染色槽として用いられた容器の応力腐食割れを検討した結果を示している。素材は SUS304 (熱間圧延) 材である。オーステナイト系ステンレス鋼 ( $\gamma$  相) は塑性変形に伴う加工誘起変態によりマルテンサイト ( $\alpha$  相) を生じやすい。溶接ビード付近で、 $\gamma$  相および  $\alpha$  相の回折ピークの分布を調べると、 $\alpha$  相はビードから 10mm 付近で最大になることがわかる。ビード近くでは熱影響により減少し、また遠方では加工量の減少により減るものと考察される。容器内面側表面の残留応力分布では、ビードの直近で  $\alpha$  相より引張応力を検出しているが、他の位置では値としてはすべて圧縮残留応力になっている。 $\gamma$  相より  $\alpha$  相の方が圧縮残留応力の値が小さく、従って引張側に寄っていると考えられる。ビードから 9mm 付近の深さ方向の残留応力分布では、20~30 $\mu\text{m}$  以上表層を除去すると引張応力に転じている。切断による応力の開放、表層除去による深さ方向の応力分布の変化などの影響もあるため、使用時の真の応力分布を示すものではないが、ごく表層の部分以外は少なくとも全体としては引張応力を持っていることを示すものと理解できる。深さ 1mm では、160 $\mu\text{m}$  の値とほぼ等しく、深さによる変化はほとんど見られていない。

図 1.2-10 は、兵庫県立大の寺澤、山本らが、シュラウド用 SUS316L ステンレス鋼について、小型オートクレーブを用いて応力腐食割れ条件を人為的にシミュレートし、SPRING-8 の BL24XU の高輝度放射光を用いて解析した結果を示している。この研究では、約 200MPa の圧縮残留応力のみが観測され、1 万時間程度の時効では、明瞭な変化が認められなかった。他方、X線回折プロファイルの観察では、冷間圧延後時効したものでは、母相 (オーステナイト) 以外に炭化物と思われるピークが見られたが、加工なしで時効したものは母相のピークのみであった。

以上の例は、ごく一部を取り上げたに過ぎないが、X線応力解析の技術は、溶接や応力腐食割れの問題に関する有力な検討手段であることは明らかであろう<sup>11)-13)</sup>。しかし、ビード中央からの距離等、位置による残留応力の違い等が重要であり、従って、実際には、そのような分布を迅速に測定する必要がある。特に、応力集中が起きている部位を発見するといったことが実際上、非常に重要であり、そのためには多数の点を測定することが望まれる。現在用いられている X線応力解析の技術では、残念ながら、迅速さに欠け、そのような多数の点の測定は困難である。まず応力を知るために  $2\theta$ - $\sin^2\psi$  プロットが必要であり、そのために複数の  $\psi$  に対し、回折ピークを見つけるための  $2\theta$  走査を行い、さらに、場所に

よる分布を調べるためにXY走査を行わなくてはならない。いかに2θ走査を省略する迅速技術を採用したとしても、XY走査のために莫大な時間がかかるため、実際に、現場での診断で問題発見を行うところまでの実用化は困難である。もちろん、基礎検討や事故が起きた場合の検証実験に活用することは可能であり、現在は、そのような使われ方が一般的である。すなわち、その材料が機械的性質の点で問題があるかどうか、あるとすれば、どの地点であるか等が、直ちに明らかにできるような迅速材料診断技術を確立することは非常に重要な課題であるといえよう。

表 1.2-1 主な溶接欠陥の特性。

(<http://mext-atm.jst.go.jp/atomica/pict/02/02020311/01.gif> を引用)

欠陥の種類	寸法	発生場所	強度に与える影響
アンダーカット	小	表面	いちじるしく疲労強度を低下させる
溶込み不良	大から小	内部	疲労寿命を低下させる
熱影響部のクラック	大から小	表面および内部	クラック発生点となる
多孔性	大から小	内部および表面	一般的には危険性の少ない欠陥であるが、表面にあるものは繰返し荷重によりクラックになる
スラグ巻き込み	大から小	内部	小さい場合は、多孔性と同じであるが、大きくなると溶込み不足と同様に疲労寿命を低下させる

[出典] 内ヶ崎ほか：原子力と設計技術、大河出版、(1980)p244

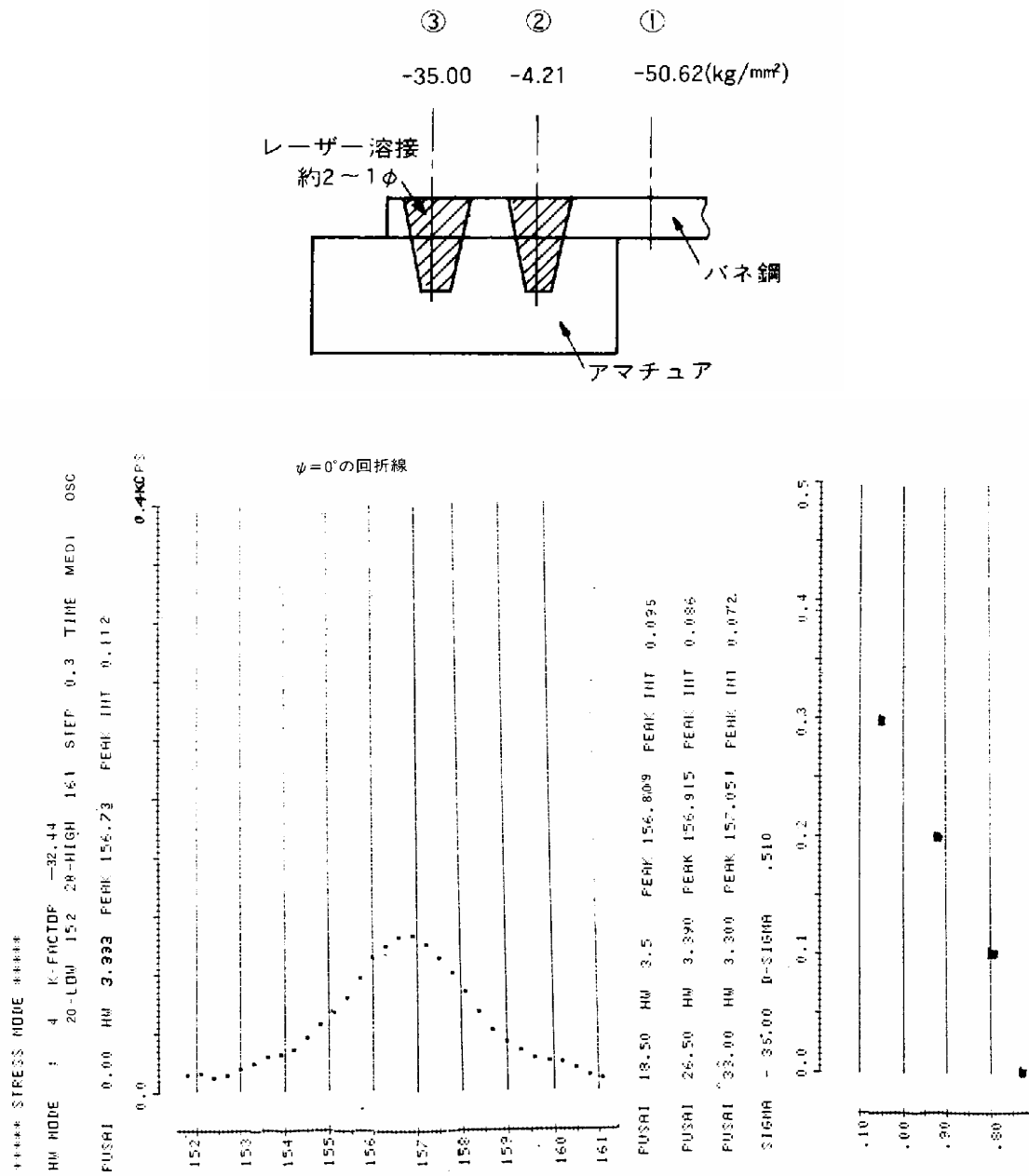


図 1.2-6 (上) バネ鋼 (SK-5) 試料の形状及び測定値。(下) レーザービーム溶接部の応力値。(「島津アプリケーションニュース105」より引用)

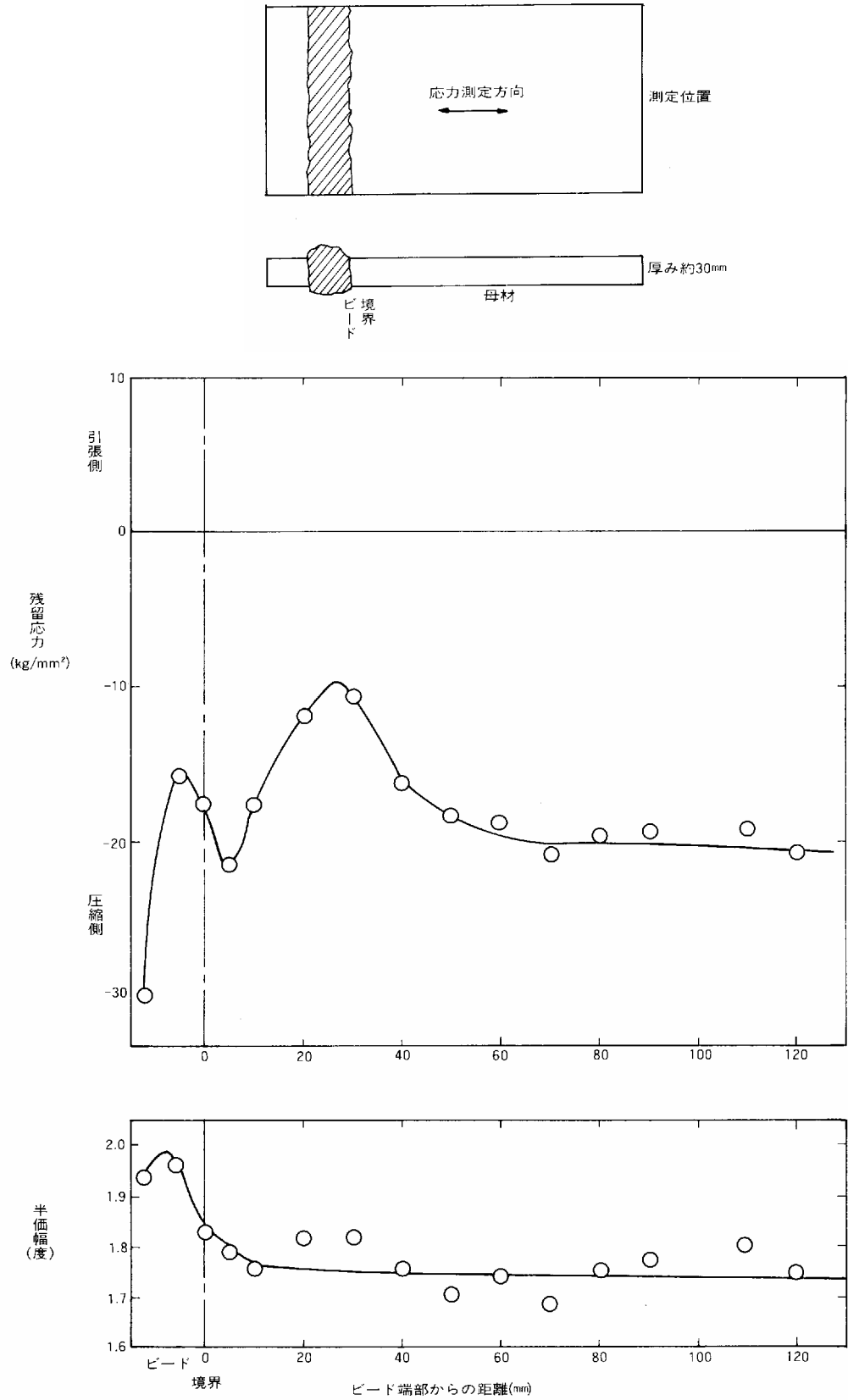


図 1.2-7 (上) 厚肉溶接鋼試料の形状 (平面図及び側面図) と測定点。(中、下) 溶接部の残留応力値と半価幅値。(「島津アプリケーションニュース105」より引用)

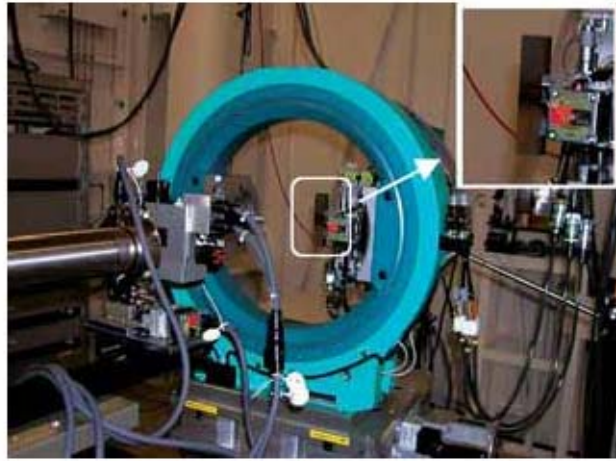


図 1.2-8 SPring-8 BL22XU における SUS304 を母材とした溶接材の溶接部近傍の残留応力測定の様子。(SPring-8 年報 2004 年度, 116 (2005)より引用)

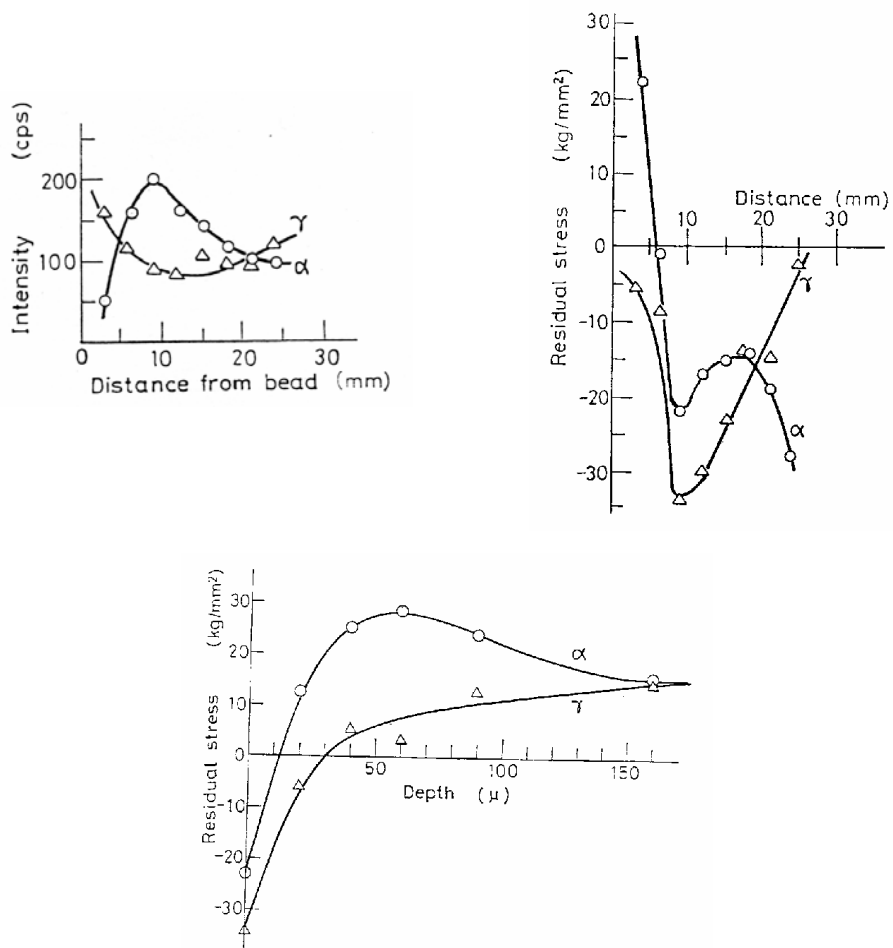


図 1.2-9 (左上)  $\alpha$  相、 $\gamma$  相それぞれの回折強度分布。(右上) ビードからの距離に対する  $\alpha$  相、 $\gamma$  相それぞれの残留応力分布。(下) 表面からの深さに対しての残留応力分布。(加藤他, 材料, 25, 33-37 (1976)より引用)

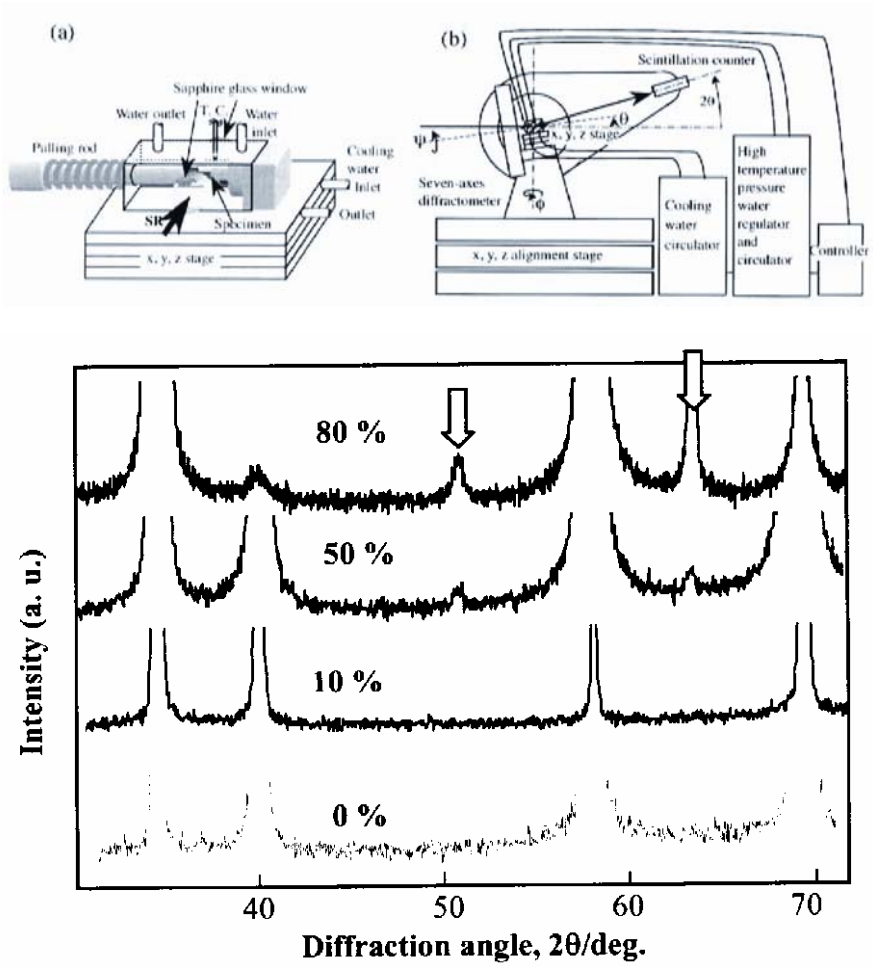


図 1.2-10 (上図 a) in-situ SCC デバイスの概略図。(上図 b) 実験配置の概略図。(下図) 種々の圧下率で冷間圧延後、573K、36Ms 時効を施した SUS316L ステンレス鋼試料の回折プロファイル (図中の数字は圧下率)。(上図は H. Tsubakino et al., *SPring-8 User Experiment Report No. 13 (2004A)*, 17 (2004)より引用。下図は、寺澤他, *第 19 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム予稿集*, 149 (2006)より引用)



## 2. 全体計画

(独) 物質・材料研究機構において開発された X 線顕微鏡を材料の応力分布を迅速に得る技術として利用し、新しい検査・診断技術として確立することを目的とし、平成 16 年度から平成 18 年度までの 3 ヶ年で、次の 3 つの大項目の内容に関する技術検討を実施する。実際には、(2) と (3) は同じ検討内容を含んでいる。しかし、学術的な事項にとどまらず、積極的な実用化に進むためのガイドラインを検討するために (3) を明示的に挙げた。

### (1) 新技術に基づく X 線応力顕微鏡の試作開発

多結晶組織内に生じた応力は、弾性変形によるひずみ、すなわち格子面間隔の変化と関連づけられ、X 線回折法によるブラッグピーク位置の変化として検出される。その変化量を定量的に扱うことにより、応力の絶対値を算出することができる。X 線を用いる方法の利点は、要求される試料の形態に自由度が大きく測定条件等が緩やかであること、および測定が非破壊的であることである。すでに加工され、構造体の一部品として組みつけられたものについても比較的応用が容易であるし、X 線法での評価の後に同一試料を他の方法により追加検証することを可能としている点も好都合である。

原子力分野を含む、多くのプラント等で使用される構造材料において、余寿命を評価することは、科学技術的に興味深いばかりでなく、社会的に持つ意味がきわめて大きい。上記の X 線応力解析は、その意味で、非常に重要な技術であるが、現状では、測定試料全体の平均応力を与えるに過ぎない。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ため、X 線を小さく絞って照射領域を制限し試料を X Y 走査する方法との組み合わせが試みられているが、これでは走査に膨大な時間がかかる。もっと迅速な技術はないか、ということになると、走査を行わずに等価な情報を得ることが必要である。

(独) 物質・材料研究機構では、すでに非走査型の迅速な X 線回折顕微鏡の技術を完成させており、多結晶不均一組織の観察を多数行っている実績がある。本事業では、この経験と実績をもとに、X 線回折技法群の 1 つである X 線応力解析への拡張発展をはかり、応力分布の迅速な画像化を行うことをめざした非走査型の X 線応力顕微鏡を試作開発する。この X 線応力顕微鏡は、シンクロトロン放射光や実験室系の X 線源を使用し、原子力施設等で特に関心の高い材料について、所定の大きさの試験片の応力分布が画像化されること

を実証する。

## (2) X線応力顕微鏡による材料検査・診断法の検討

X線応力顕微鏡は、試料内の応力の分布を画像として迅速に取得しようとする新しい計測装置である。ハードウェアが完成しても、実際に検査や診断を行うためには、広義のソフトウェアが必要である。画像取得のためのコンピュータプログラムの類を開発するほか、得られた画像を定量的に解釈し、実際の材料の機械的性質との詳しい関連を議論できるようにするための手順・方法の確立が必要である。そのため、従来の画像を伴わないX線応力解析法による測定や、他の種々の機械的性質の諸データとのつきあわせを行う。また、機械的性質に関して、材料設計時には予測できなかったような難解な問題に対して答えを与えることのできる技術としての全体的な完成度の検証を行う。

## (3) 原子力施設においてX線応力顕微鏡による検査・診断を行うためのガイドラインの提示

新技術によるX線応力顕微鏡が、従来のX線応力解析の能力を大幅に拡張できることが実証された後は、画像を伴わない従来のX線応力解析と同様、試験片の測定にとどまるべきではなく、原子力施設の現場で使用できる技術への展開が期待される。その装置は、移動式のX線発生装置や、さまざまな幾何学的な取り付けに対して自由度が保障される顕微鏡等を備える必要があり、当然、本事業において試作開発されるX線応力顕微鏡とは異なる全く別の構成を持つものとして設計されなくてはならないため、本事業において直接に検証されるのは、装置的には、根幹にかかわる最重要の原理的な部分のみにとどまることになる。しかし、他のさまざまな部分については、画像を伴わない従来のX線応力解析の応用事例等も踏まえて技術的なガイドラインを提示することは可能であり、これらができるだけ網羅し、X線応力顕微鏡を現場で採用する場合に想定される諸問題とその対策を列挙することにより、本事業で得られるであろう成果を原子力施設での実際の検査・診断技術として活用しやすくする。

平成16年度から平成18年度までの3カ年の年次計画を表2-1に示す。大項目(1)は、装置開発を行うものであり、チューナブルな単色X線(主にシンクロトロン放射光)を用いるものと、用いないものがある。学術的に解釈の見通しのよいデータは前者の方法

で得られると期待されるが、実用レベルで広い応用を検討してゆくためには、後者の方法が必要である。本事業では、まず、前者の方法によるX線応力顕微鏡を完成させ、実際に応力分布を画像化できることを検証した後に、後者の方法によっても同様にできることを示すような開発の道筋を選択する。すなわち、前者が平成16年度、後者が平成17、18年度の検討事項である。後者の方法のなかにも、白色X線を利用するものとチューナブルでない単色X線を利用するものの両方があるので、平成17年度は、特に、白色X線を利用する場合の装置技術についての検討を行い、平成18年度は、特に、チューナブルでない単色X線の利用について検討する。また、大項目(2)は、(1)がX線応力顕微鏡の装置・ハードウェアの開発に関するものであるのに対し、方法・ソフトウェアにあたる。従って、装置の検討が進み、実データが取得できるようになった後、上述のどのようなX線源を用いる装置技術であるかにはとらわれず、要は、データをどのように解釈し、安全性診断にどうつなげてゆくか、という点の検討を平成17年度と平成18年度の2カ年にわたって行う。大項目(3)は、(2)と同じ内容を含んでいるが、本事業の結論に関わる特に重要な部分である。最終年度である平成18年度末にガイドラインを示すが、平成17年度末にも主な項目や方向性を検討する。

表 2-1 本事業の全体計画。

	平成16年度	平成17年度	平成18年度
(1) 新技術に基づくX線応力顕微鏡の試作開発	チューナブルな単色X線(主にシンクロトロン放射光)を用いるX線応力顕微鏡の試作開発を行う。	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を行う。	チューナブルではない単色X線(主にX線管)を用いるX線応力顕微鏡の試作開発および改良を行う。
(2) X線応力顕微鏡による材料検査・診断法の検討		X線法による定量評価の実際的な課題を他の手法との比較を通して検討するとともにX線応力顕微鏡の画像処理技術を開発する。	X線応力顕微鏡による検査・診断を行う手順や方法を明らかにする。
(3) 原子力施設においてX線応力顕微鏡による検査・診断を行うためのガイドラインの提示		主な項目や方向性を検討する	ガイドラインを提示する

### 3. 実施内容

#### 3.1 平成17年度事業の実施内容

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）を用いるX線応力顕微鏡の試作開発と原理的な検討を順調に進めることができた。そこで、平成17年度は、それを踏まえ、その基礎を確実なものとするためのX線回折顕微鏡としての技術検討とあわせ、実用レベルで広い応用を実現するための技術検討を実施した。具体的には、チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡に関する検討として、小型・軽量のマイクロフォーカスX線管からの固定の単色X線(特性X線)と連続X線の利用を検討し、装置の試作開発を行うとともに、広義のソフトウェアにあたる材料検査・診断法としての検討を実施した。以下、個々の実施項目の内容を詳細に述べる。

##### 3.1.1 X線回折顕微鏡の技術に関する総合的考察

多結晶体を対象とするX線回折の技術は、非常に広範に用いられている。その多くは、物質・材料の結晶構造の解析にかかわるものである。格子面間隔  $d$  とX線波長  $\lambda$ 、回折角  $2\theta$  の間には単純な関係式（ブラッグの式、 $2d\sin\theta=\lambda$ ）があり、これを用いて、実測される回折図形から結晶系および格子定数を決定することができる<sup>14)</sup>。どんな構造の物質であるかをあらかじめ予測することができる場合には、既知の回折図形との比較により結晶構造を同定し、予測を確認したり、修正したりすることができる。このような便利さ、汎用性ゆえに、X線回折法は物質・材料の研究において最も重要な基本ツールとしての地位を占めている。他方、図3.1-1に示すように、自然界に存在する生物や鉱物、その他のいろいろな物質、また工業的に生産される材料では、均一な純物質であるということはめったにない。その多くは、不均一系であり、場所により異なる結晶構造の物質が分布していることはむしろ普通であり、結晶粒界のようなところで、材料的に興味ある現象の多くが見られる。X線回折法の原理は、非常に優れているが、こうした不均一系を対象とするとき、均一系に対して従来行っているのと同じやり方でデータを取り扱っていると、さまざまな異なる構造情報を足し合わせることになり、分布を無視した平均のようなものを議論することになる。そのようなものをその観察視野の代表として良いかどうかは、常に吟味しなくてはならない。このような問題を解決しようとする技術が、X線回折顕微鏡である<sup>15)</sup>。観察視野の個々の部分の構造情報をたしあわせるのではなく、画像として取得し、いかに不均一であるか、どのように分布しているかを一目瞭然とするものである。

図 3.1-2 に示すように、X線回折顕微鏡の技術には、走査型（従来技術）と反射投影型（（独）物質・材料研究機構において発明された新技術<sup>16)</sup>）の大きく2通りが考えられる。多結晶体のX線回折測定では、回折図形を得るために、単色X線を用い、 $\theta/2\theta$  走査または単純な  $2\theta$  走査を行うのが一般的である。その際、試料上に照射するX線のビームサイズを小さくし、かつ試料をXY走査して、試料上のX線照射位置を変化させることにすれば、上述のX線回折図形をそのすべての位置において得ることができる。これが走査型であり、実際にこの方法によって多くの測定が行われており、専用の測定装置も市販されている。しかし、残念ながら、回折図形を得るための角度走査と試料のXY走査の両方を行うとなると、特に試料のXY走査の点数が増えると、測定時間が膨大なものになる（角度走査は、1次元または2次元検出器の採用によりある程度迅速化できる）。このため、どんなに優れた光源、例えばシンクロトン放射光等を用いたとしても、高画素数の画像を容易に得ることはできないという問題を宿命的に抱えている。

反射投影型の技術は、走査型と全く異なる発想にたつものである。微小ビームを作って限定された領域にX線を照射するのではなく、観察視野全体を照射する。そして、試料上の各点で回折するX線を2次元検出器で受け止め、試料上の位置と画像上の座標を1対1対応させる。もちろん、単結晶の回折の場合には、結晶方位がそろっているので、このような単純な配置で画像化できることはよく知られており、実際に用いられている。問題は、さまざまな（理想的にはランダムな）方位を持つ多結晶体の場合の画像化である。後述するように、2次元検出器の前にコリメータプレートを置くことにより、特定の位置から放出されるX線のうち、特定の方向のもののみを選択的に観測し、画像上のXY座標と対応づけることができる。詳しく言えば、方位がランダムであれば、全く同じ結晶構造であっても、ある場所からの回折X線はX線検出器前のコリメータプレートを通るが、あるものは通らないことになる。すなわち、純物質の多結晶粉末をできるだけ均一に分散させた試料からの回折X線像は、モノトーンではなく、ランダムなスポットが多数現れるはずである。そして、そのスポットサイズは、結晶粒の大きさと相関する。ドイツ、ハンブルグのWroblewskiらは、こうした反射投影型のX線回折顕微鏡についての先駆的な研究を行った<sup>17),18)</sup>。その当時の技術では、試料のXY走査は行わないが、 $2\theta$  走査のほうは必要であった。（独）物質・材料研究機構が発明した新技術は、これを更に推し進めたものであり、特に、試料も検出器も全く動かさずに、特定の格子面間隔の回折ピークについての画像を取得できる点が優れている。

図 3.1-3 は、チューナブルな単色 X 線を用いた反射投影型の X 線回折顕微鏡の撮像原理を示している。通常、回折図形は、固定波長の単色 X 線を用い、角度走査によって格子面間隔に対応した回折ピークを見出すことにより取得される。しかし、ブラッグの式から明らかのように、固定角度として、単色 X 線の波長を掃引することによっても、相応する回折図形を得ることができる。従って、試料の観察視野内に異なる結晶相が別々の場所に存在するとき、入射 X 線の波長を掃引すれば、それぞれの格子面間隔のブラッグ条件に対応する波長になったとき、その領域が明るくなる。このように、試料も検出器も全く動かさなくても、X 線回折法で得られる構造情報の画像化が可能である。図 3.1-4 の左図は、試料上の位置と画像上の座標をいかにして 1 対 1 対応させているかを詳しく示している。本技術では、コリメータプレート（内径  $r$  のコリメータの集合体。厚さを  $t$  とすると、試料上の各点から発生する X 線のうち、実際に検出器に到達する成分のコリメーションは  $r/t$  におさえられる）と 2 次元検出器（CCD カメラ）を組み合わせている。試料表面と検出素子との距離を  $d$  とすれば、空間分解能は、近似的に  $rd/t$  のように表されるので、良い空間分解能を得るためには、光量を犠牲にしつつコリメーションをできるだけ小さくするか、試料-検出器間距離を小さくするかのどちらか、またはその両方が必要である。特に、後者は重要であり、距離を近づけることは、空間分解能だけでなく、検出効率（すなわち光量）の点でも有利になる。0.5 度～3 度程度の低角入射とし、かつ回折角  $2\theta$  を 90 度とすれば、検出器自身の大きさによる制約を最小にするレイアウトになり、極端な密着配置が可能になる。最も高い空間分解能は、こうした配置により得られる。回折角が 90 度から外れるに従い、検出器を試料から遠ざけざるを得なくなり、そのために空間分解能は犠牲になる。90 度±30 度で使うことにした場合の典型的な空間分解能は 15～120 $\mu\text{m}$  である。走査を行わないため、測定は常に 1 ショットであり、撮像時間は走査型と比較すると桁違いに短時間である。画素数は検出器の仕様により決まっており、高画素数になっても測定時間が著しく変わるようなことはない。図 3.1-4 の右図は、高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設内のビームラインに本装置を据付けた様子を示している。観察したい試料を水平に置き、上から CCD カメラで回折 X 線を観察するようなデザインであり、この点では、通常の光学顕微鏡とよく似た構成といえる。軽量、コンパクトであり、架台ごと移動させて、どこにでも持ち運ぶことができる。

実際に取得される回折 X 線像のいろいろな実例を図 3.1-5～3.1-10 に示す。図 3.1-5 は、解像度チャート（ガラス基板上に数百 nm 厚のクロム薄膜を蒸着して作製されたもの）の X

線像（1000×1000画素）である。よく知られているように、クロムのK吸収端（5,989eV）よりも高いエネルギー（短波長）のX線、例えば6,100eVのX線を照射すると、この薄膜のクロムから蛍光X線が放出されるので、それにより元素分布のコントラストを得ることができる。図3.1-5の右側のX線像は蛍光X線像である。しかし、クロムのK吸収端よりも低いエネルギー（短波長）のX線でも似たような画像が得られる。5,765eVでは、蛍光X線は出てこないが、ブラッグ条件を満足し、(110)回折X線が出てくるので、回折によるX線像が得られる。回折角が90度でないため、検出器と試料の間の距離が遠くなり、分解能があまり良くないが、画像自体は光学顕微鏡写真ともよく対応していることがわかる。図3.1-6は、1枚のガラス基板上に3種類の異なる酸化物（酸化アルミニウム、酸化イットリウム、酸化ハフニウム）が別々の場所に配列されている試料の回折X線像を観察したものである。5,000～7,000eVの範囲で入射X線を走査すると、特定のエネルギーのときに回折線によるシャープなコントラストが得られ、同じ観察視野内の異なる3つの結晶相を識別できることが確かめられる。図3.1-7は、ジルコニアの異なる相を分離した例である。ジルコニアは、室温で単斜晶が安定相であるが、イットリア等を添加することにより正方晶でも安定化させることができる。両者のX線回折図形を検討すると、異なる入射X線のエネルギー（波長）で、単斜晶領域のみ、あるいは正方晶領域のみを明るくすることができ、両者を識別することができる。図3.1-8では、同じ考え方で、チタニアのルチルとアナターゼの分布を分離することができた。これらの例は、いずれも完全に別々の回折ピークが得られるような単純なケースであったが、実は、回折ピークが重なっていても、複数のX線エネルギー（波長）でX線像を取得し、本来のX線回折図形における強度比を用いて簡単な演算を行うことにより、それぞれの結晶相の分布を示す画像を得ることができる（図3.1-9）。図3.1-10は、金属アルミニウムの圧延組織のX線像を示しており、縞模様の方向が圧延方向に対応する。このデータは、X線回折顕微鏡の技術が、結晶相の識別に加え、集合組織の解析にも応用できることを示している。

以上、新技術であるX線回折顕微鏡の原理から撮像例までを概観してきたが、その特徴の最たるものは、試料のXY走査を行うことなく、きわめて高画素数の画像を短時間で得られる点にある。この迅速性を利用する分野は、多岐にわたると考えられるが、1.1で述べたとおり、原子力施設をはじめとするわが国のインフラストラクチャの安全性診断を迅速に行う技術が求められているところであり、本事業でも、X線回折顕微鏡をそのような方向に拡張することを検討している。1.2でも見てきたとおり、X線回折法による構造材

料の診断技術としてX線応力解析法が知られており、最近、見直される機運も高まっているが、画像のような形で応力分布を得ようとする場合、通常の走査型のX線回折顕微鏡のXY走査、 $2\theta$ 走査に加え、さらに $\psi$ 角の走査が加わり、測定時間に関する制約はきわめて厳しいものとなる。もちろん、実際に行う診断は、応力の絶対値の計測に関心があるというよりは、あらかじめ定めた基準に対して、現状がどの程度であるのか、現状を安全であると考えてよいのか、といった点に対して明快な答えが与えられることが重要であり、そのような観点では、走査をある程度間引くことはできよう。究極的には $\psi$ 角は2点まで減らせるかもしれない。 $2\theta$ 走査は、1次元または2次元検出器の採用により省略できる。従って、走査型の場合は、XY走査が最も厳しい制約要因であると言えよう。測定点数が現実的な時間内では増やせないため、安全性診断にも自ずから限界がある。本事業では、反射投影型の技術を導入することで、これを解決しようとしている。

従来のX線応力解析の原理を図3.1-11に示す<sup>7)</sup>。均一な平面応力を仮定し、ひずみと応力の関係式を導くことにより、固定波長の単色X線による回折角 $2\theta$ のピーク位置変化を $\psi$ 角を変えながら測定し、 $2\theta$ - $\sin^2\psi$ プロットにおける傾きから応力を決定しようとするものである。この $\psi$ を変化させる方法はいくつかあるが、X線の入射角を変化させることが多い。入射角を変化させることは、実はX線の侵入深さを変化させることにつながるので、深さ方向に応力分布があるとすると、解釈は少々複雑である。通常は、その範囲内では応力の変化はほとんどないと仮定して解析することになる。さて、この原理から出発して、反射投影型のX線回折顕微鏡による応力測定を行おうとする場合、X線を固定角度で低角入射させているので、 $\psi$ 角をどのようにして変化させるかが問題になる。(独)物質・材料研究機構では、本事業の提案に先立ち、その新規な方法(図3.1-12)を考案した。すなわち、試料は完全に固定とし、検出器(カメラ)を動かし、従って回折角 $2\theta$ を変化させることにより $\psi$ 角を変化させる。それぞれの $2\theta$ において、すなわち $\psi$ 角において、入射X線の波長 $\lambda$ の走査を行い回折ピーク位置の変化量を求める。ここで求められるひずみの変化量 $\Delta d$ は、 $d \times \Delta \lambda / \lambda$ に等しく、従って、単色X線を得るのに用いられるモノクロメータの分解能により検出限界が決まる。すなわち、多くの場合、 $\Delta d/d = 1 \sim 3 \times 10^{-4}$ 程度であるが、分光器の改良により更に微小な変化を求めることができる。安全性診断・判定のみが目的の場合には、明らかに異常な大きな変化が関心事になるので、とりあえずは問題ないであろう。こうして、求められた $\psi$ 角ごとのひずみ分布画像を処理し、 $\sin^2\psi$ に対する依存性から傾きを求め、応力分布を求めることができる<sup>19)</sup>。すなわち、X線応力測定の基礎式



$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_x \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (3.1.1)$$

を  $\sin^2 \psi$  に関して偏微分して求まる応力  $\sigma_x$  は

$$\begin{aligned} \sigma_x &= \frac{E}{1+\nu} \frac{\partial(\varepsilon_{\phi\psi})}{\partial(\sin^2 \psi)} \\ &= \frac{E}{1+\nu} \cdot \frac{\partial(\lambda/\lambda_0)}{\partial \sin^2 \psi} \\ &= K' \cdot M' \end{aligned} \quad (3.1.2)$$

で与えられる。ここで

$$K' = \frac{E}{1+\nu} \quad M' = \frac{\partial(\lambda/\lambda_0)}{\partial \sin^2 \psi} \quad (3.1.3)$$

$\lambda_0$  は無ひずみの場合に回折角  $2\theta$  においてブラッグピークを与える波長、 $K'$  は材質および格子面の種類により定まる定数、 $M'$  は実験的に得られる  $\lambda/\lambda_0$ - $\sin^2 \psi$  プロットの傾きである。 $M'$  を画像化すれば、応力の分布状況がわかり、それに  $K'$  をかければ、絶対値の応力が求められる。 $\lambda_0$  としては、ひずみを除去した材料を別途測定して求められる結果を用いる以外に、同じ試料のなかの明らかにひずみが少ないと予測される領域で得られる値を用いるのも有力である。

他方、従来の応力解析では、図 3.1-11 に示したように、同じ式 (3.1.1) から得られる次式を用いている。

$$\begin{aligned} \sigma_x &= -\frac{E}{2(1+\nu)} \cot \theta_0 \cdot \frac{\partial(2\theta_{\phi\psi})}{\partial \sin^2 \psi} \cdot \frac{\pi}{180} \\ &= K \cdot M \end{aligned} \quad (3.1.4)$$

反射投影型の X 線回折顕微鏡においても、もちろん、この式で示されるような波長を固定して  $2\theta$  を走査する方法を採用することができる。しかし、 $\psi$  角を小さくするとき、結果的に  $2\theta$  の絶対値は小さくなるため、格子面間隔の変化量  $\Delta d$  の検出能力が著しく低下する。逆に大きな  $\psi$  角では、非常に敏感に検出することができる。このため、 $\psi$  角を広い範囲で変化させて直線の傾きを求めるのは必ずしも容易ではないが、例えば、 $2\theta=125\sim 130$  度くらいの角度で、 $10^{-4}$  もしくはそれ以下の微小な変化を含むひずみ分布を感度よく画像化することは得意であると言って良いであろう。

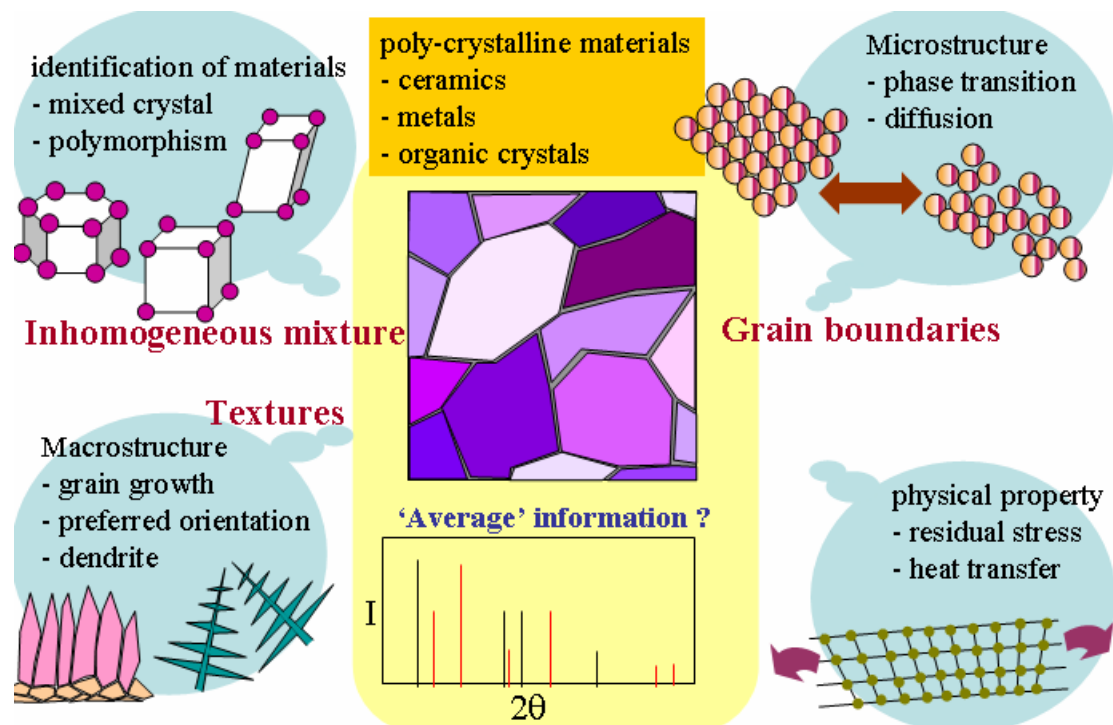


図 3.1-1 X線回折法をツールとして用いる物質・材料研究の例。

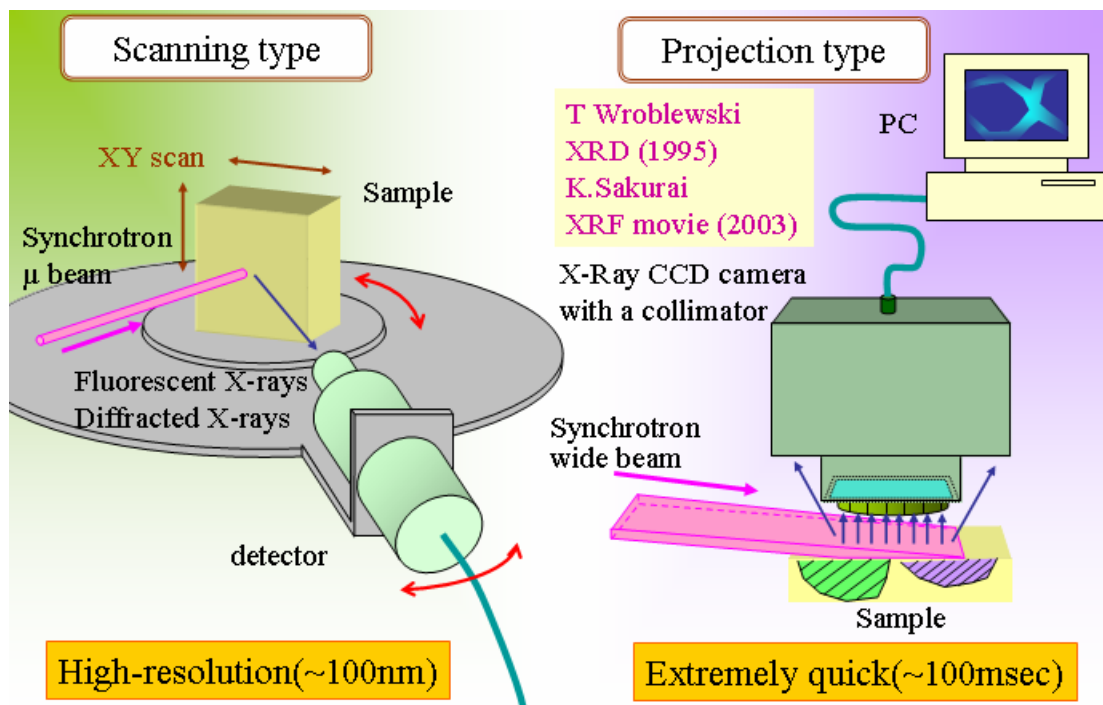


図 3.1-2 X線顕微鏡技術の概略図。(左) 走査型、(右) 反射投影型。

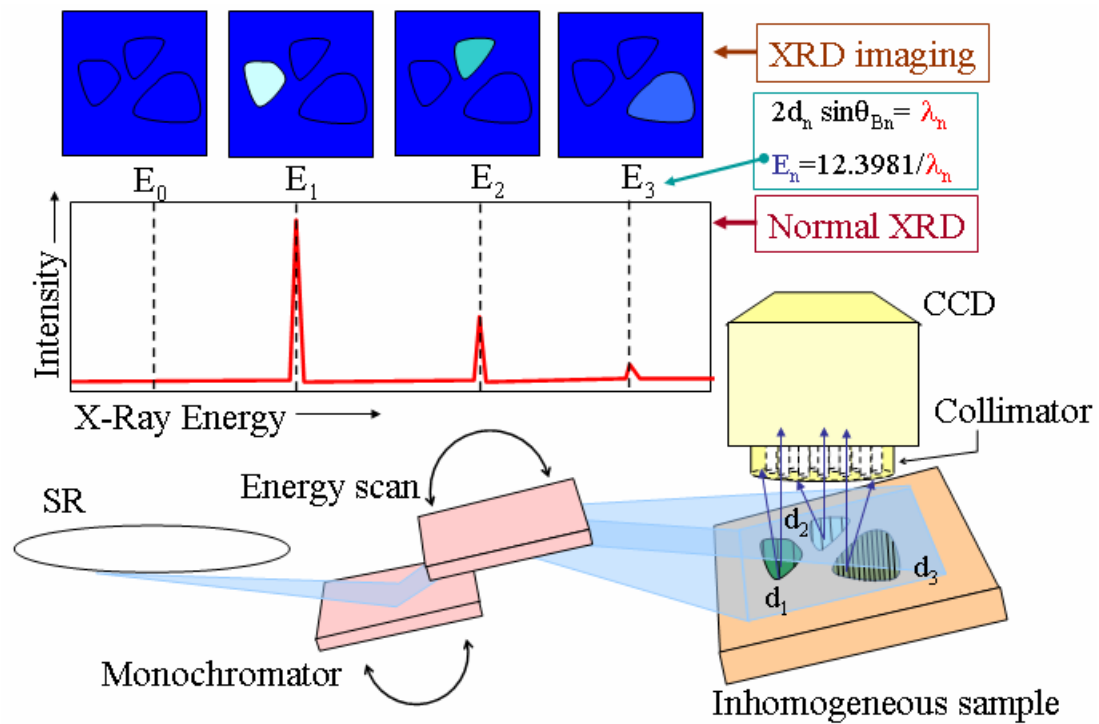


図 3.1-3 チューナブルな単色 X 線を用いた反射投影型 X 線回折顕微鏡の撮像原理。

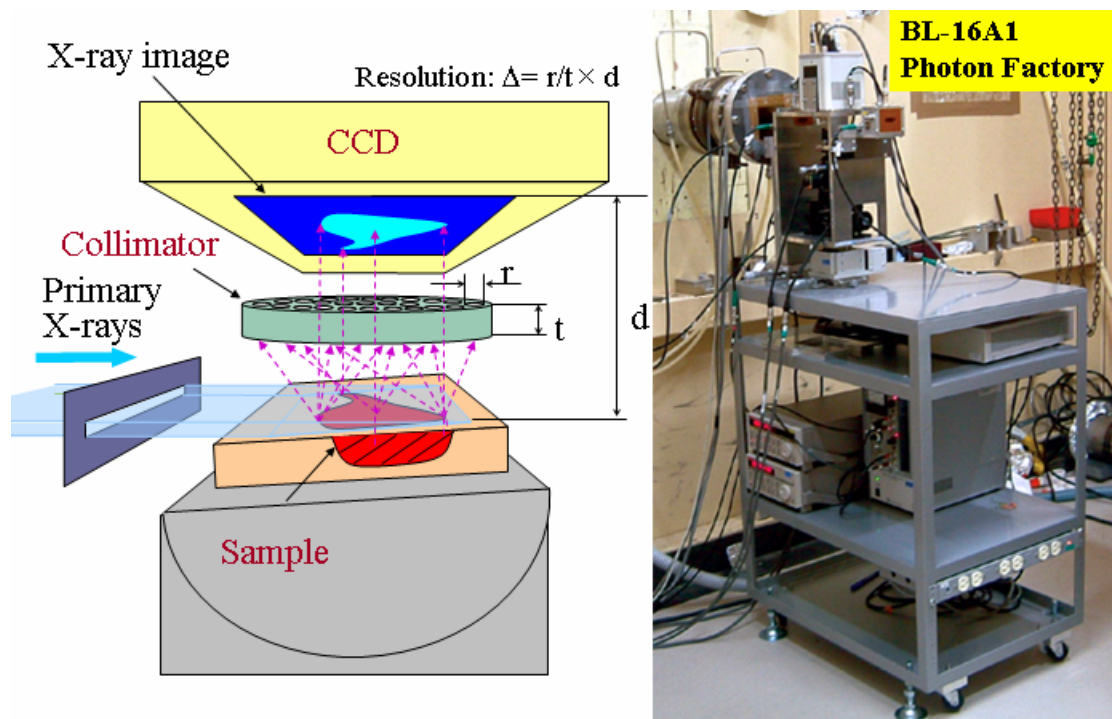


図 3.1-4 (左) 反射投影型 X 線回折顕微鏡における試料表面位置と検出器面位置との対応関係。(右) 高エネルギー加速器研究機構放射光科学研究施設 BL16A1 に配置された反射投影型 X 線回折顕微鏡。

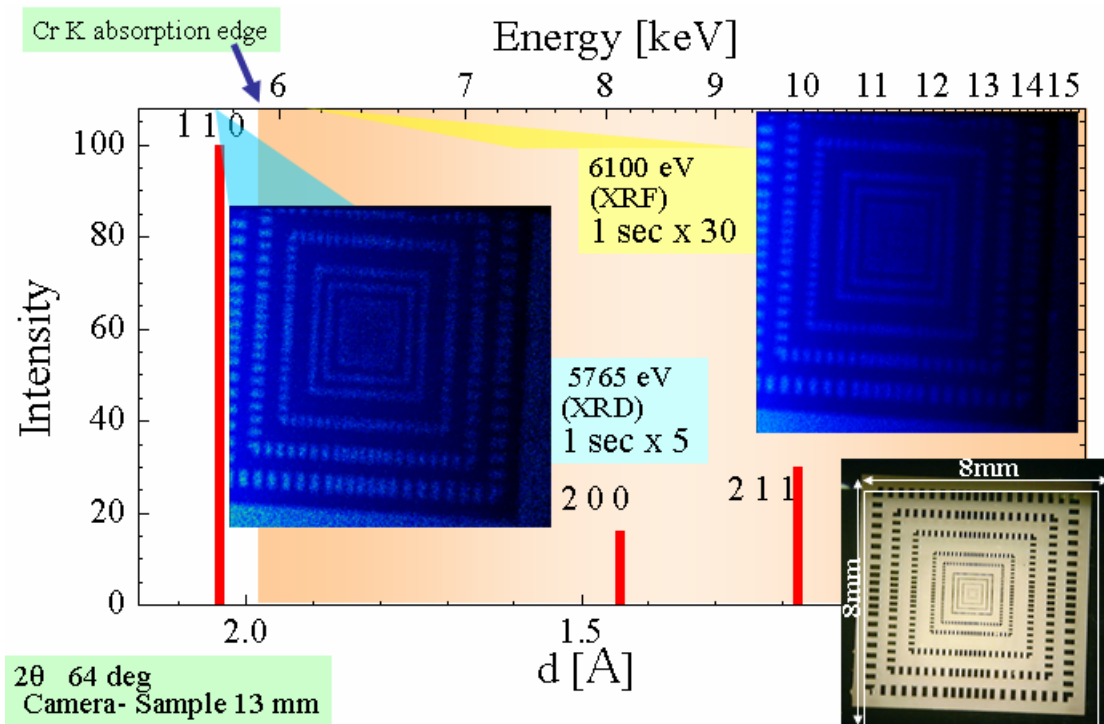


図 3.1-5 ガラス基板にクロム薄膜を蒸着した解像度チャートの回折X線像（入射X線 5,765eV、左）、蛍光X線像（入射X線 6,100eV、右上）、及び光学顕微鏡写真（右下）。背景のグラフにクロムの粉末回折データを示す。

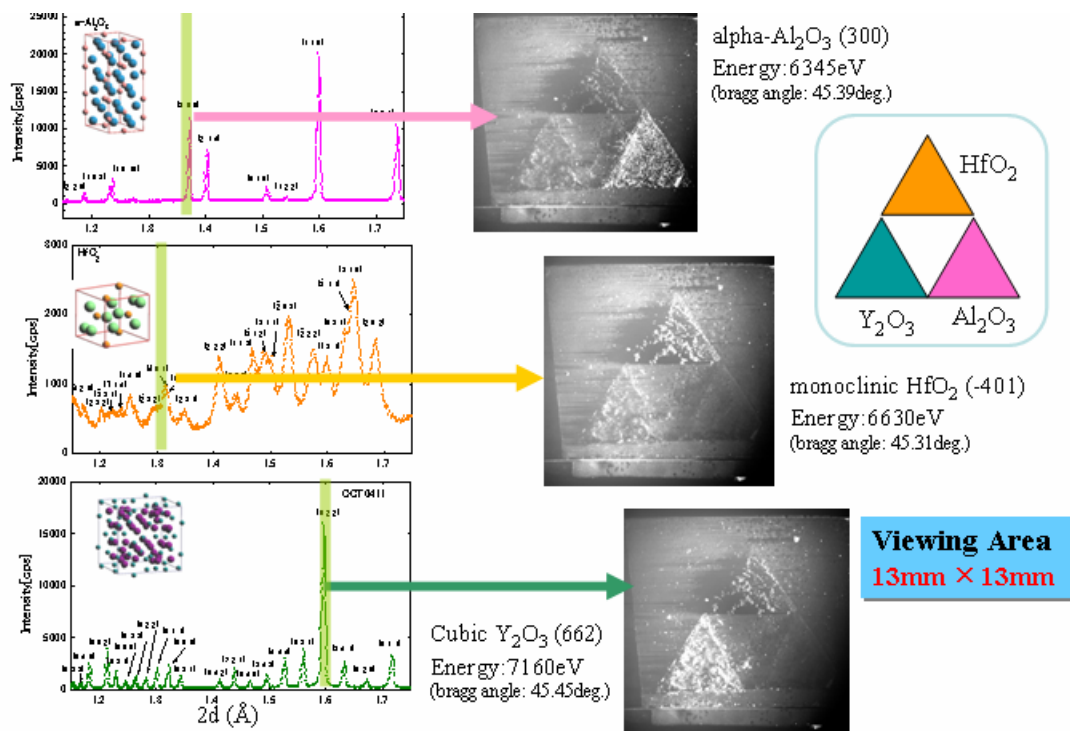


図 3.1-6 ガラス基板上の3箇所それぞれ異なる酸化物を配した試料の回折X線像と粉末X線回折装置により取得したそれぞれの酸化物のプロファイル。

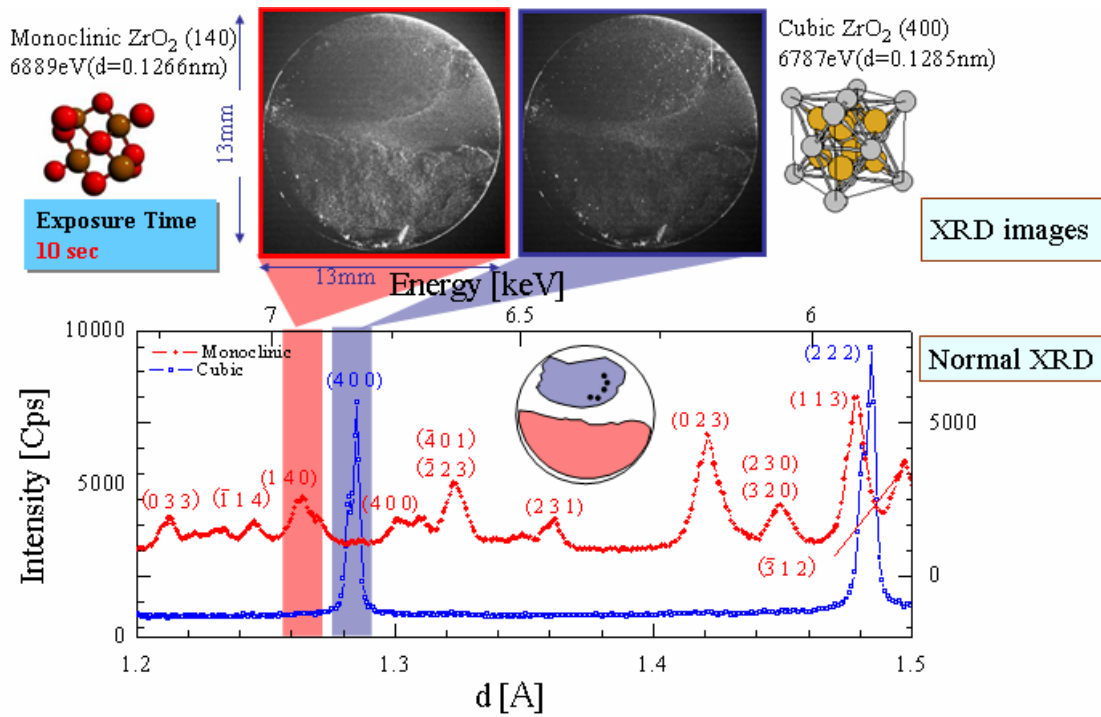


図 3.1-7 2つの結晶相を有するジルコニア試料の回折X線像と粉末X線回折装置で取得したそれぞれの結晶相のプロファイル。

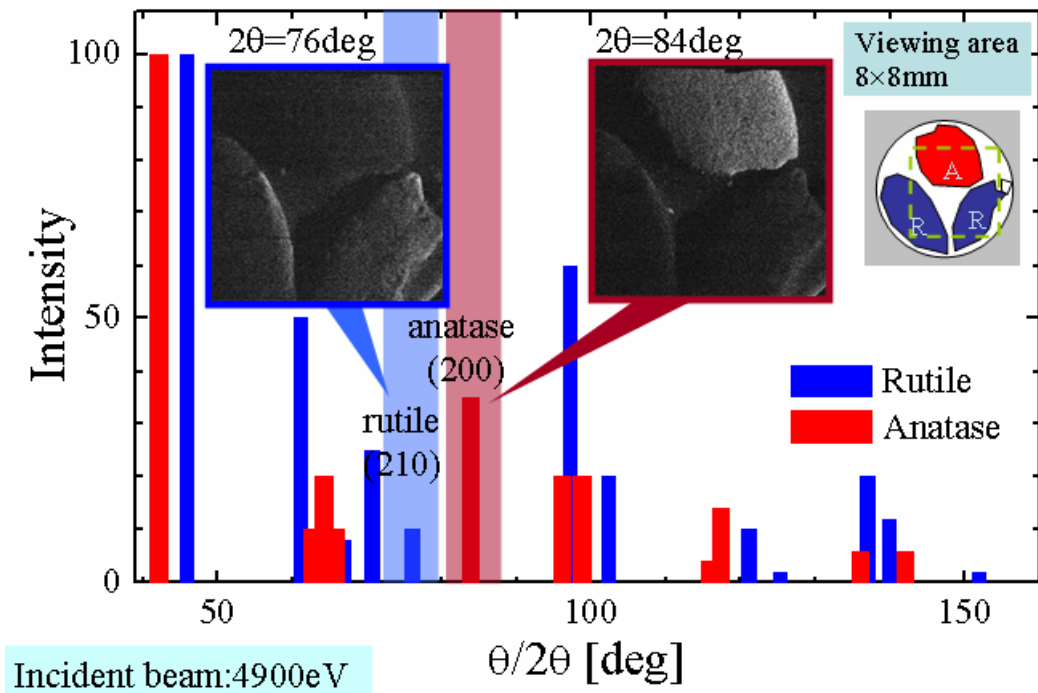


図 3.1-8 ルチル相とアナターゼ相を有するチタニア試料の回折X線像とそれぞれの相の粉末回折データ。

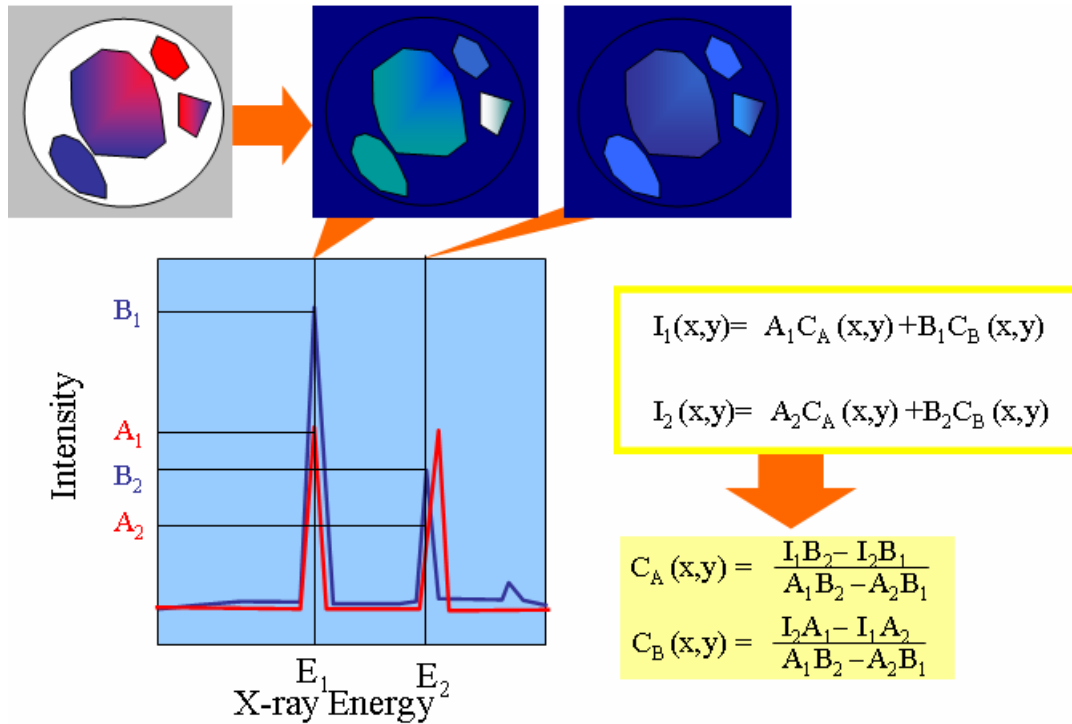


図 3.1-9 回折ピークが重なる結晶相を回折 X 線の強度比を用いて識別する方法。

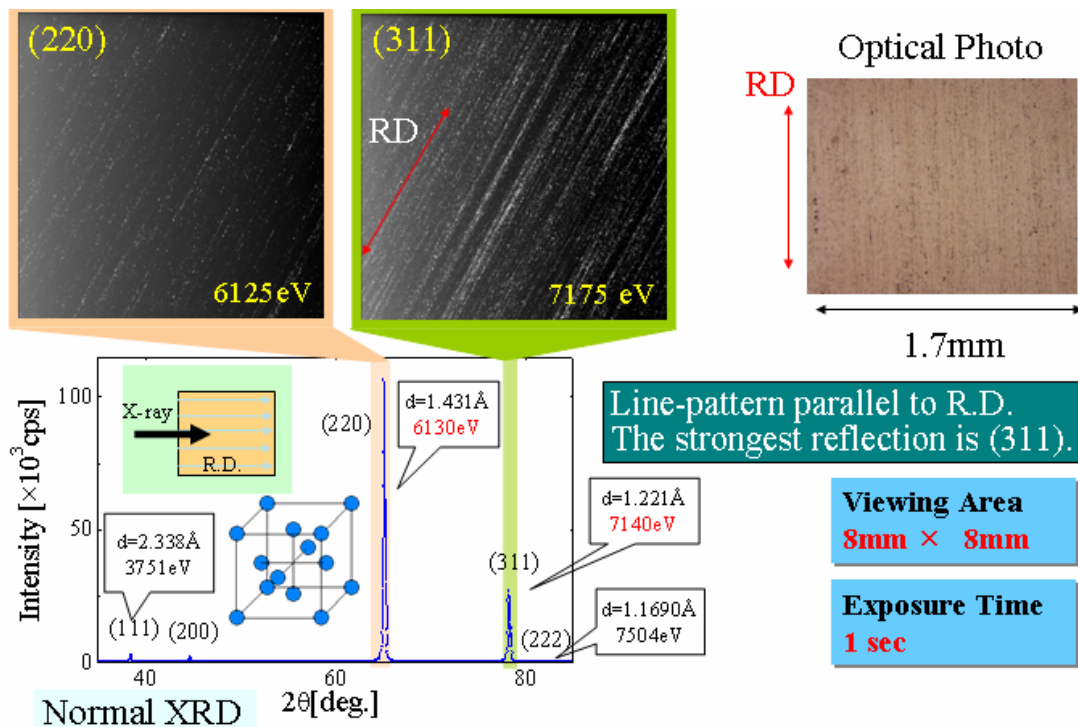


図 3.1-10 金属アルミニウムの圧延組織の回折 X 線像と光学顕微鏡写真、ならびに粉末 X 線回折装置で取得したプロファイル。



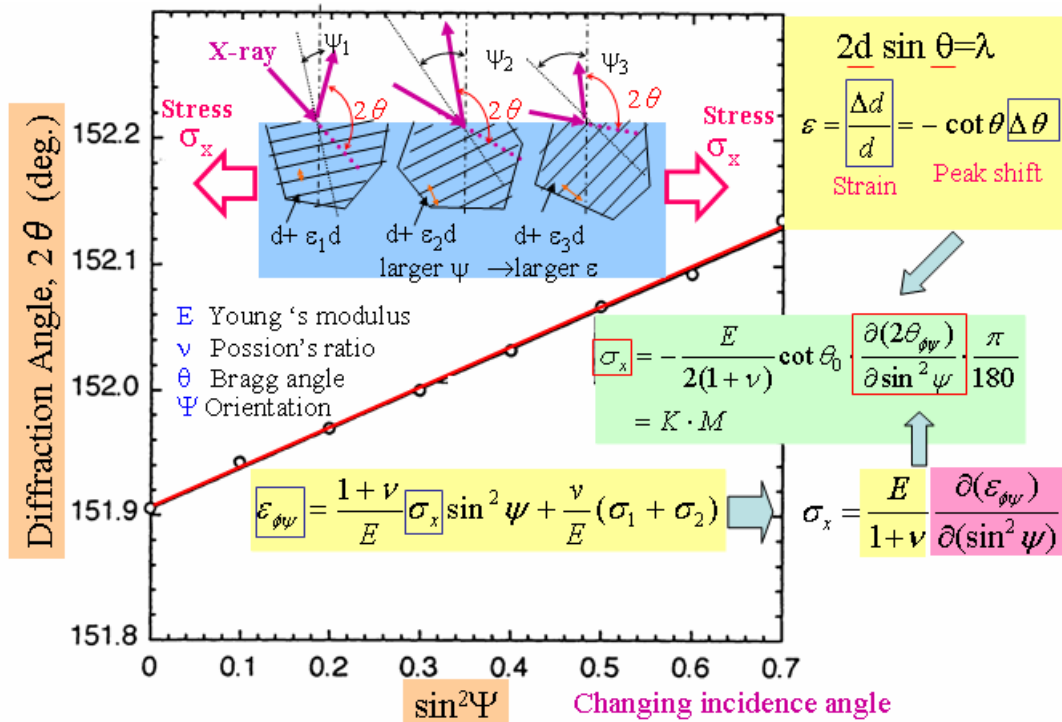


図 3.1-11 従来の X 線応力解析法の原理。

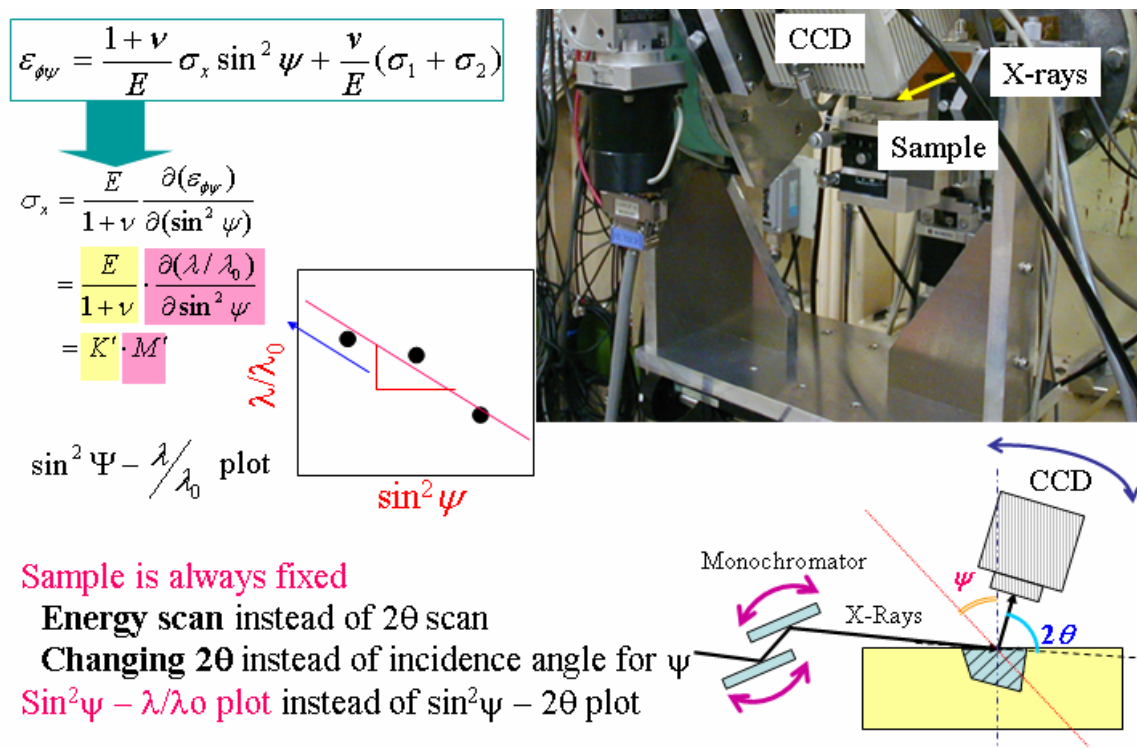


図 3.1-12 反射投影型 X 線回折顕微鏡を用いた応力測定の方法。

### 3.1.2 チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡の設計・製作

平成16年度に2つの異なるレイアウトのX線応力顕微鏡を完成させている。タイプ1は回折角 $2\theta$ を約90度に固定するもの、タイプ2はCCDカメラをゴニオメータに載せ、回折角 $2\theta$ を自在に変化できるものである。それぞれに一長一短があるが、チューナブルな単色X線を使用しない場合、回折角のフレキシビリティは非常に重要であり、タイプ2のほうが適している。平成17年度は、平成16年度に完成させたタイプ2のX線応力顕微鏡の部品を組み替え、マイクロフォーカスのX線管に組み付けて使用することを計画した。図3.1-13は、その設計イメージのスケッチである。CCDカメラをゴニオメータに搭載したフレーム部分やそれと対向する形で取り付けられる試料ホルダー部分（このスケッチではX線管の背後にあり、直接は見えない）等は、基本的に平成16年度に完成しているものをそのまま用いることとした。平成17年度に行った設計・製作の内容は、次の通りである。

①新規購入したX線管を支持する部品

②新規購入したX線管の窓部に取り付け、出てくるX線の大きさや角度発散を制限する部品

③新規購入したX線管およびタイプ2のX線応力顕微鏡を設置する架台

④その遮蔽容器・部品

⑤新規購入したX線管を空冷する機構および部品

⑥新規購入したX線管を制御するための電子回路

上記のうち、①と③は図3.1-13のなかに位置関係を記してある。②はX線管の背後にあり、このスケッチでは見えない。④は、これら全体にすっぽり上からかぶせるカバーである。⑤は、スケッチでは省略しているが、X線管を空冷する送風ファンである。⑥は、市販電源を制御する回路である。管電流、管電圧をパネル上に表示し、あるいは調整し、遮蔽容器のインターロックを作動させることができる。通常は、こういったものは、X線管とともに提供されることが多いが、ここでは、自作することにした。図3.1-14に回路図を示す。



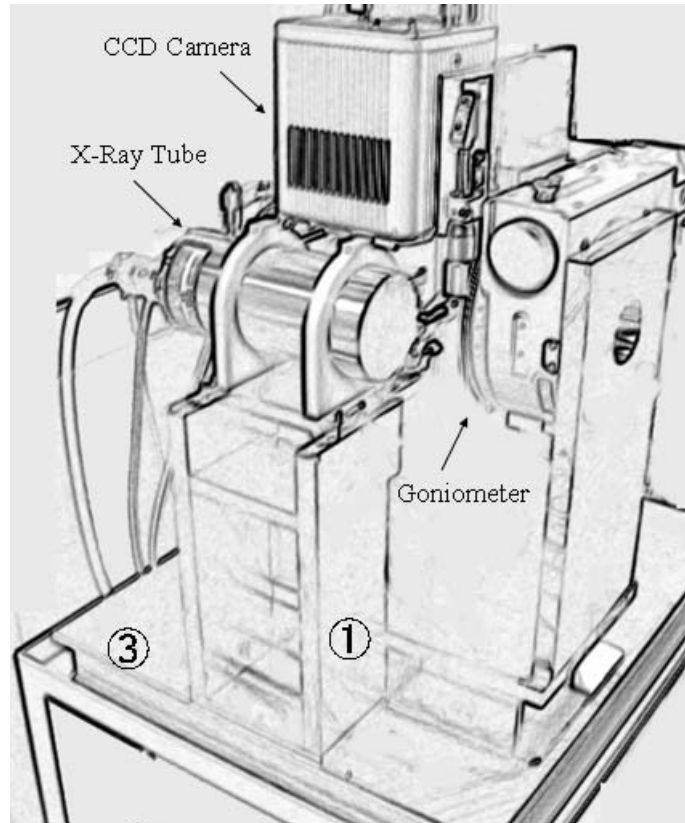


図 3.1-13 チューナブルな単色 X 線を使用しない X 線応力顕微鏡の設計イメージ。

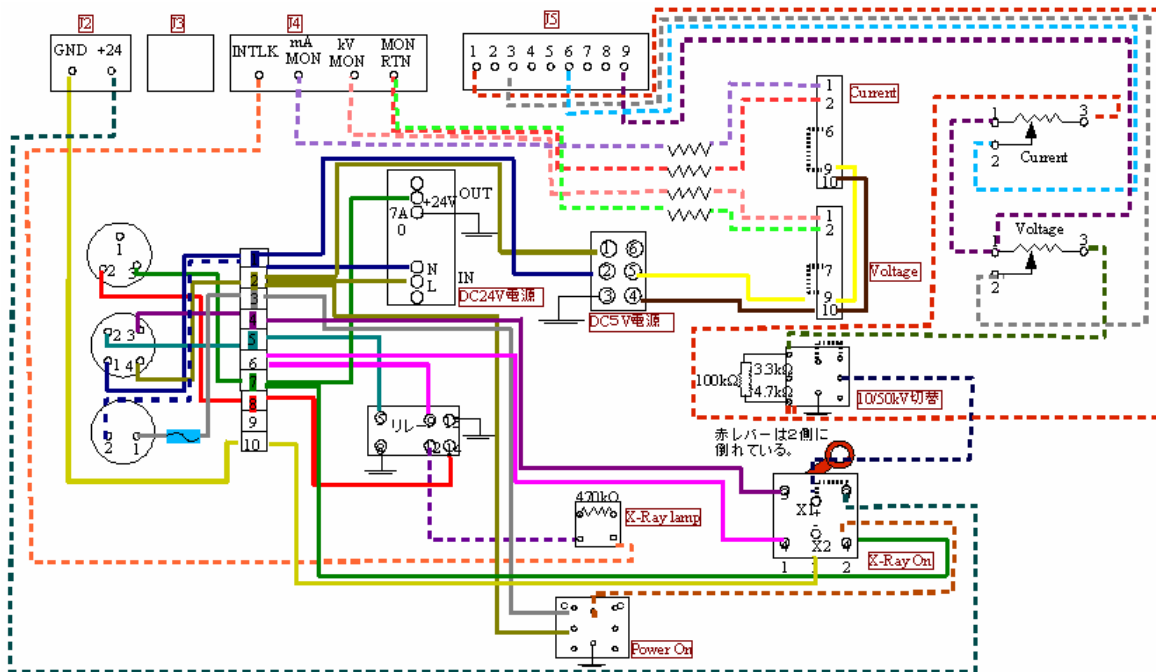


図 3.1-14 チューナブルな単色 X 線を使用しない X 線応力顕微鏡の X 線発生装置のための制御回路図。

### 3.1.3 チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡の組み立て・完成

3.1.2 に示した①～⑥の項について、組み立てを行い、チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡を完成させた。図 3.1-15 の左図は、全体の外観である。この写真に見えているのは遮蔽容器（④）と電子回路をおさめた制御パネル（⑥）である。④の正面には、扉があり、試料を交換したり、中にその他のものを出し入れしたりする際に開閉する。また本格的に内部にアクセスするときは、この遮蔽カバー全体を上からチェーンブロックで吊り上げる。図 3.1-15 の右図および図 3.1-16 は、そのような折に撮影したものである。図 3.1-15 の右図は、下流側から、すなわち、調整用のシンチレーション検出器から試料ホルダー、X線管のほうを見上げるアングルでの外観を示している。CCD カメラは、ゴニオメータに組み付いている。他方、試料ホルダーは、ゴニオメータとは独立して下から立ち上げられており、回転および高さ、XY位置の調整機構が付属している。その詳細は、図 3.1-16 の左図を見るとわかりやすい。②および⑤を、図 3.1-16 の右図に示す。また、⑥の外観と内部を図 3.1-17 に示す。

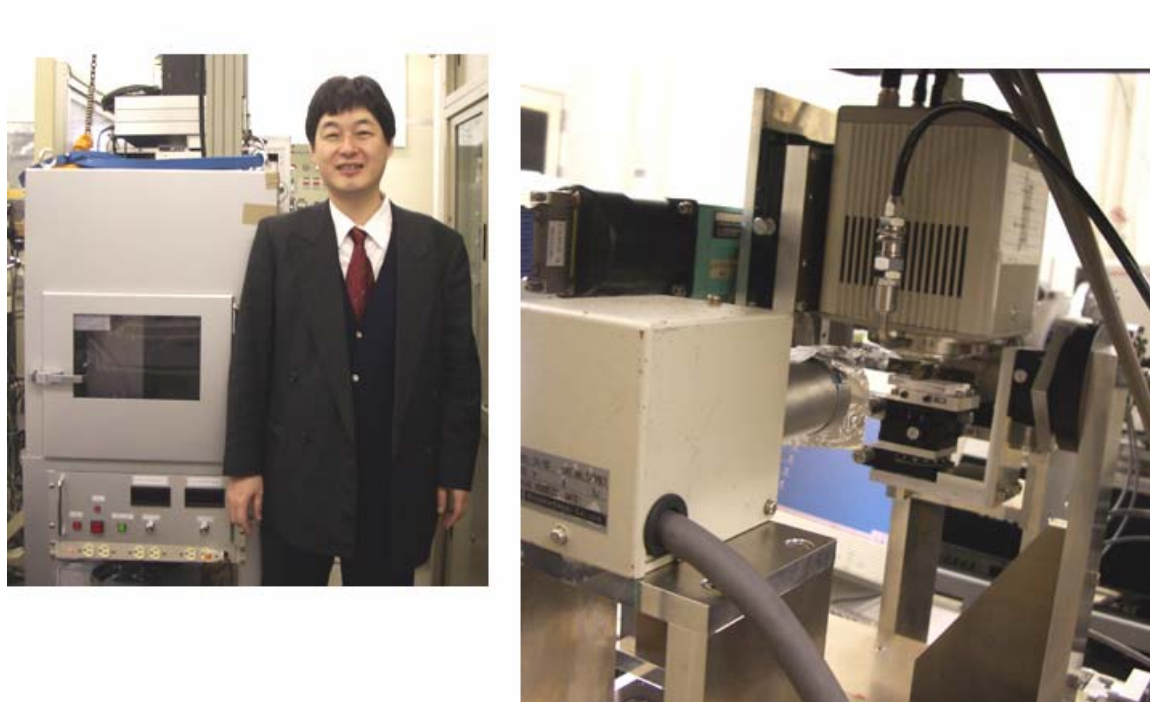
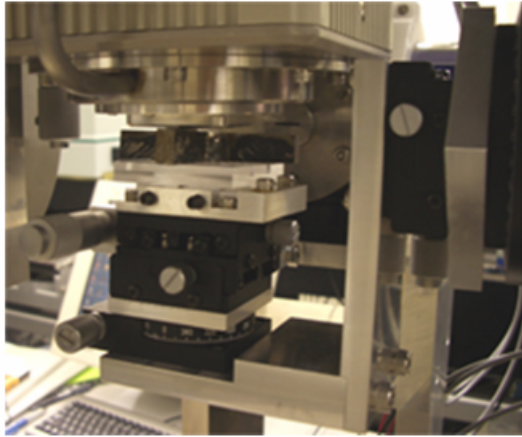
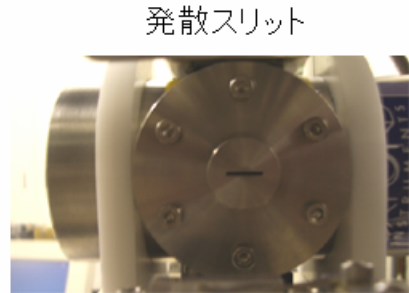


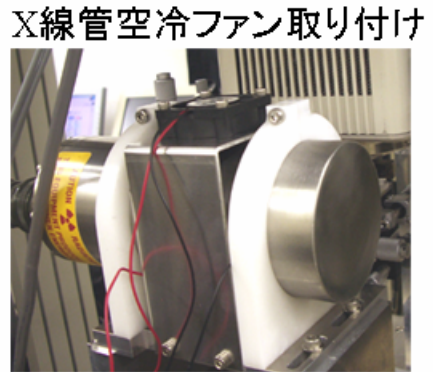
図 3.1-15 チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡。(左) 外観。(右) 下流側からみた試料まわりおよび CCD カメラ。



試料位置調整機構



発散スリット

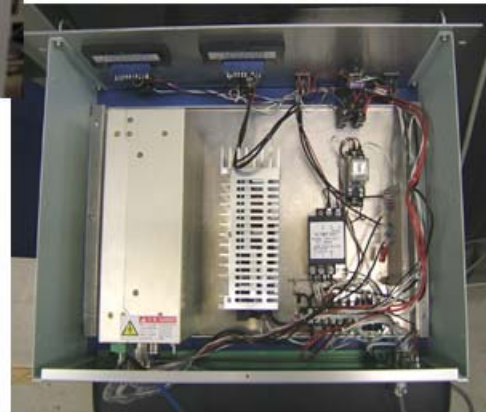


X線管空冷ファン取り付け

図 3.1-16 チューナブルな単色 X 線を使用しない X 線応力顕微鏡の部分写真。



外観



内部の配線

図 3.1-17 チューナブルな単色 X 線を使用しない X 線応力顕微鏡の X 線発生装置のための制御部。

### 3.1.4 チューナブルな単色X線を使用しないX線応力顕微鏡によるX線応力分布測定に関する技術検討

(独)物質・材料研究機構により開発されたX線回折顕微鏡の新技术は、もともとチューナブルな単色X線(例えば、シンクロトロン放射光)を用いた撮像を行う方法がベースになっている。すなわち、特定の格子面間隔に対応する回折ピークを見つけるために、試料も検出器(CCDカメラ)も固定したままで、入射X線の波長を掃引する方法が用いられている。平成16年度は、この前提のもとで、迅速な安全性診断を行う方法を検討した。その結果、ひずみ分布や応力分布についての高画素数の画像を従来とは桁違いに短時間で得られることが明らかになった。これは、従来技術が必ず試料のXY走査を必要とするのに対し、新技术は試料を固定したままで、観察視野内の情報を一度に取得できることによる。しかしながら、原子力施設等の社会インフラのさまざまな構造物・構造材料の安全性診断に応用するためには、シンクロトロン放射光施設における基礎データ取得がいかにも有用であるとしても、シンクロトロン放射光施設での測定に過度に依存することは望ましくない。第一、多くの構造物・構造材料は、分解したり解体したりできないものも多く、その場合は、当然、シンクロトロン放射光施設に試料として持ち込むことは不可能である。また、この種の診断はビームタイムの都合等にあわせて行うものではなく、必要が生じたときに直ちに実施して結果を出すことが厳格に求められる。モバイルユースが可能なチューナブル単色X線源は提供されていない以上、チューナブルな単色X線を用いなくても診断を行えるように新技术を拡張することは非常に重要である。チューナブルな単色X線を用いない場合、X線管等からの白色X線を用いる方法と固定波長(エネルギー)の単色X線を用いる方法の大きく2つが考えられる。平成17年度は、主として前者に関する検討を行った。後者については、平成18年度に行う予定である。

X線管等からの白色X線を光源として用いる場合、試料も検出器も動かさないとしても、回折条件を満足する波長成分が、入射X線のなかに含まれていれば、その成分のX線が回折され、検出器に入り、試料位置と1対1対応する画素を明るくするであろう。しかし、格子面間隔が違っていても、それに対応する別な波長のX線が回折条件を満足しうるから、このようなX線像は特定の格子面間隔に着目した画像にはならない。さらに、白色X線を試料に照射すると、ほとんどの場合、試料の成分元素からの蛍光X線が出てくる。それらも同じく、試料位置と1対1対応する形で重なって検出されることになる。軽い元素が主体であればあまり問題にならないが(例:BN、ダイヤモンド)、鉄やニッケル、銅等、主な

金属元素を含む場合、その蛍光X線はバックグラウンドになる。そこで、検出器において、回折X線と蛍光X線の識別を行うことが必要である<sup>20),21)</sup>。

(独) 物質・材料研究機構により開発されたX線回折顕微鏡では、検出器に CCD カメラを採用している。CCD とは Charge Coupled Device を略して呼称するもので、電荷結合素子とも訳される。1970 年、ベル研の Boyle らにより提案された<sup>22)</sup>、電位の井戸 (ポテンシャルウエル) を利用して半導体中を電荷を転送するデバイスであるが (図 3.1-18)、撮像素子としての応用がよく知られており、市販のデジタルカメラ等にも用いられている。よく知られているように、半導体に解離エネルギー ( $W$  値、バンドギャップにより決まる量、シリコンでは 3.65eV) 以上のエネルギーを持つ光があたると電子-正孔対が作られる。CCD は、このようにして作られる電荷を集め、信号として検出するのである。可視光の場合、1つの光子に対して生成する電荷の数は 1~2 個程度であるから、光子のエネルギー (波長) が少々異なったとしても、電荷量をもとにしてその差異を識別することはできない。カラー画像を得るためには、RGB のフィルターやマスクを使用することになる。他方、可視光ではなく X 線領域の光子を入射させると、その際に生じる電荷の量は非常に多くなるため、その発生電荷量に着目して、光のエネルギー (波長) を知ることができる。すなわち、特定の画素における信号強度レベル  $N_{\text{output}}$  は、 $W$  値のほか、入射した X 線の光子数を  $I_0$ 、CCD における X 線吸収および生成した電荷の収集の効率  $Q_{\text{absorption}}$ 、 $Q_{\text{collection}}$ 、カメラシステムの 1 画素あたり 1 カウント出力するのに要する電子数  $N_c$  を用いて、次式のように書ける<sup>23)</sup>。

$$N_{\text{output}} = \frac{I_0 Q_{\text{absorption}}(E) W(E) Q_{\text{collection}}}{N_c} \quad (3.1.4.1)$$

$$W(E) = \frac{E}{3.65 [\text{eV}]}$$

1 画素に対し 1 個しか光子が入らない条件下では、生成した電荷量から、入射 X 線のエネルギー (波長) を求めることができるが、2 個以上の光子が入ってしまうと、いろいろな組み合わせがありうるため、入射 X 線のエネルギーは識別できない。そのため、蓄積のごく初期の段階で読み出しを行い (画像としてはきわめて不完全に見えるが)、全画素について、その信号強度レベルが着目している閾値を超え、あるいは別の閾値より下であるか等を調べ、0 か 1 の判定を行う。この操作を 1024 回繰り返し行い、それらの総和を取れば、特定の X 線エネルギー (波長) に着目した 10bit の画像が得られる。このような方法はシングルフォトンカウンティング法と呼ばれる。

図 3.1-19 に実際にシングルフォトンカウンティングを行った際に得られる結果を示す。ここでは、(独) 物質・材料研究機構の NIMS Super XAFS 装置 (10kV-600mA、Ag 対陰極、LaB<sub>6</sub> フィラメント<sup>24)</sup>) を用い、モノクロメータによって 5~9keV の単色 X 線を作り、CCD 素子 (e2V 社 (旧称 Marconi 社) 製 CCD47-10) に入射させた。その際に得られた画像群の輝度値 (ADC レベル) を調べ、そのヒストグラムを作成した。図 3.1-19 より、どのエネルギーの X 線を用いたときも、その生成電荷量に対応するピークが形成されていることがわかる。図 3.1-20 は、こうして得られたピーク位置を X 線エネルギーの関数としてプロットしたものである。良好な直線関係が認められる。このことから、未知のエネルギー (波長) の X 線光子が CCD カメラに入射したときも、その輝度値 (ADC レベル) が分かりさえすれば、この直線を用いて、逆に X 線のエネルギー (波長) を求められることがわかる。以後の検討では、いろいろなエネルギー (波長) 成分を含む白色 X 線を試料に照射した際に、そのうちのどのエネルギーの X 線が CCD の画素に入ったかをこの直線関係を使って求め、エネルギー別、従って、特定の格子面間隔についての X 線像を得ることにした。

図 3.1-21 は、白色 X 線をモリブデン板材に照射し、シングルフォトンカウンティング法で 128 枚の画像群を得た際のヒストグラムと、そのヒストグラム上のピークを与える試料上の地点を表示する画像を示したものである。図 3.1-21 からわかるように、モリブデンの (200) と (211) の格子面間隔に対応する画像をそれぞれ得ることに成功している。また、入射 X 線スペクトル中に含まれている銅の K $\alpha$  線 (X 線発生装置から出てくる) も分離し、画像からその影響を除去することができている。この例では、均一なランダム方位の多結晶体であるため、これらの画像間に特段の差異が見られないが、もし場所的な偏りがあれば、その議論が可能である。

さて、白色 X 線によっても、試料、検出器の両方を固定した状態で、回折 X 線像を得ることが可能であることが明らかになったが、ひずみ分布を求めることはできるのだろうか。格子面間隔  $d$ 、ブラッグ角  $\theta$ 、X 線の波長を  $\lambda$  とすると、ブラッグの式とその微分から

$$\begin{aligned} 2d \sin \theta &= \lambda \\ 2\Delta d \sin \theta + 2d \cos \theta \Delta \theta &= \Delta \lambda \end{aligned} \quad (3.1.4.2)$$

のように書ける。辺々割って、いま検出器固定のため、 $\Delta \theta = 0$  とすると、

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} \quad (3.1.4.3)$$

となり、検出器のエネルギー (波長) 分解能で、格子面間隔の変化量の検出感度が決まる

ことがわかる。従って、試料、検出器の両方を固定した状態で、数%程度の大きな変化は画像化できる。

では、もっと小さな変化は検出できないのであろうか。ここで、特定の回折線、すなわち、特定のX線エネルギーに的を絞り、そのうえで、シングルフォトンカウンティング法と $2\theta$ 走査によるピーク角度位置変化検出を組み合わせることにすれば、今度は、 $\Delta\lambda=0$ のケースになり、

$$\frac{\Delta d}{d} = -\cot\theta \Delta\theta \quad (3.1.4.4)$$

通常の応力解析とほぼ同等の検出ができるはずである。ただし、白色X線のなかの特定のエネルギー（波長）成分だけに着目するため、十分に強力なX線源を用いなくてはならないし、そうでなくても多数の繰り返し撮像を必要とするシングルフォトンカウンティング法に $2\theta$ 走査を加えるとなると、本技術特有の迅速性を少々犠牲にすることになる。

この問題を解決するためには、超高速の読み出しと超高速の画像転送を行うことのできるカメラシステムを開発することが決定的に重要である。しかし、その前に、より現実的な解として、もし、どのみち $2\theta$ 走査によるピーク位置検出を行うつもりなのであれば、X線管からは、白色X線のほかに、強い特性X線も出ているのであるから、そのような固定波長の単色X線を用いるのも有望になってくる。この点については、平成18年度に本格的な検討を行う。

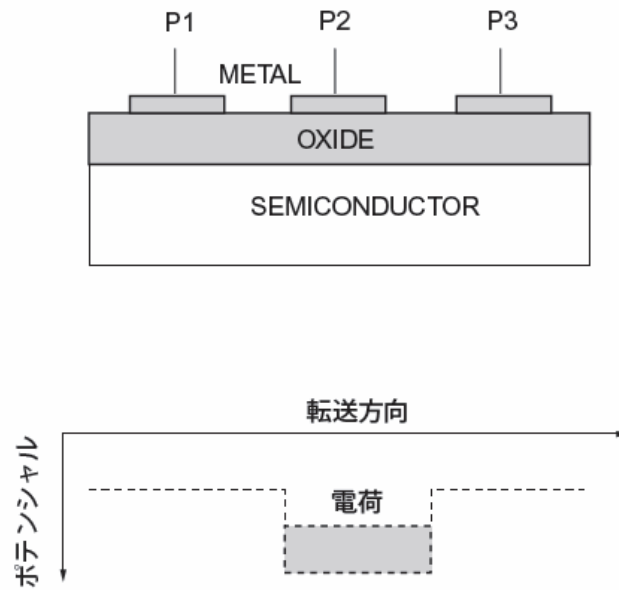


図 3.1-18 CCD の構造とポテンシャルウエル。複数の MOS 構造の電極の 1 つに他と異なる電圧をかけて、その下のみを部分的に異なるポテンシャルにする。電圧を周期的に変化させることにより、電荷の転送を行うことができる。(浜松ホトニクス株式会社 技術資料 SD-25 「FFT-CCD イメージセンサーの特性と使い方」(1994)から引用)

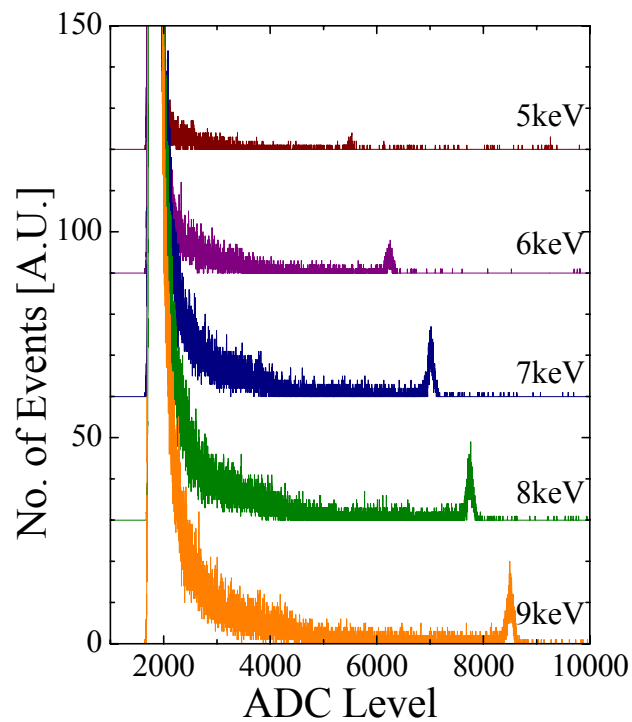


図 3.1-19 単色 X 線のシングルフォトンカウンティング。e2V technologies 社 (旧称 Marconi 社) 製 CCD47-10 の 5~9keV の単色 X 線に対するヒストグラムを示す。



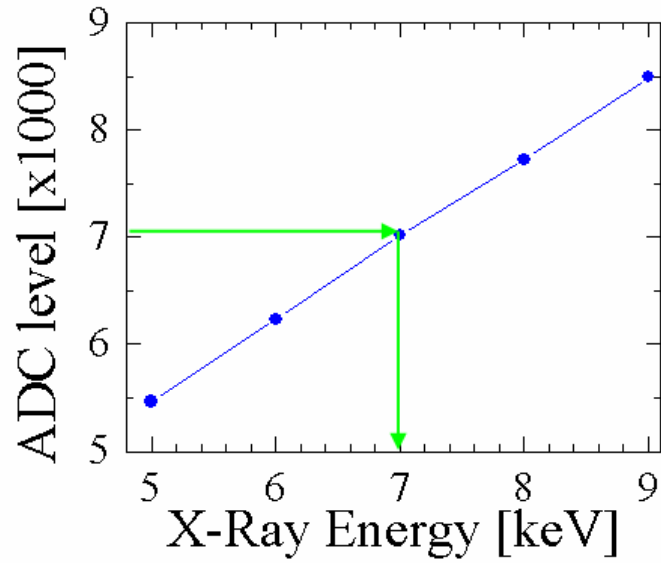


図 3.1-20 単色 X 線のシングルフォトンカウンティング。図 3.1-19 のデータにおけるピーク位置 (ADC レベル) を求め、X 線のエネルギーの関数としてプロットした。

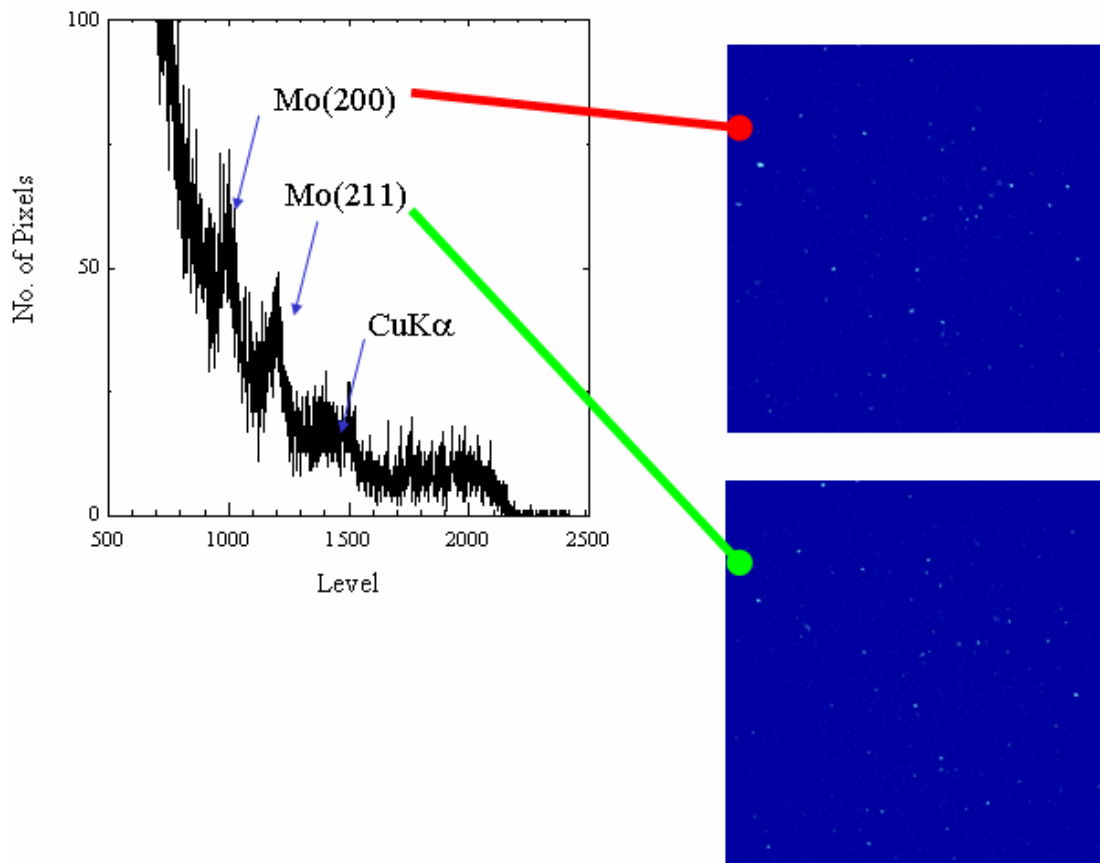


図 3.1-21 白色 X 線によるモリブデン板材の X 線回折イメージング ( $2\theta$  は約 90 度)。左図は 128 枚の画像を使って求めた全視野平均の X 線回折パターン。右図は (200) および (211) 反射に着目した回折 X 線像。

### 3.1.5 X線応力解析法の定量評価に関する技術検討

本事業では、平成16年度は、(独)物質・材料研究機構の新技术であるX線回折顕微鏡を応力解析対応とするための技術的検討に重点がおかれており、当初より、測定に関してはテストの域を出ない段階と位置づけられていた。それでも、2005年1月に得た高エネルギー加速器研究機構のビームタイムの折には、完成したばかりのX線応力顕微鏡を用い、鋼材溶接部（構造物の一部として実際に長期間使用されたもの）の断面試料のような実試料の応力分布測定を試行することができたので、予備的な検討を行い、従来のX線応力解析法の結果との対応関係も含め、平成16年度の報告書にデータを記載した。しかし、成果報告会の折、溶接近傍のどの地点においても圧縮応力が得られたことに関し、本来引っ張り応力が支配的である部分まで圧縮応力が得られている理由を検討する必要がある、そのためにも他の手法との定量比較を行うべきであるとの指摘を受けた。そこで、平成17年度は、検査・診断法（広義のソフトウェア）の検討の一環として、特にこの問題に重点を置き、溶接材を対象とし、それを破断して解放される応力をひずみゲージにより測定する方法<sup>25)</sup>とX線による方法との比較を行うこととした。

なお、平成16年度に得たデータについては、さらに検討を行った結果、次の点に留意するべきであることがわかっている。

- ・ X線の材料に対する侵入深さは、材質とX線のエネルギー（波長）に依存するが、鋼材等、金属材料の多くの場合、表面近傍数 $\mu\text{m}$ ～10数 $\mu\text{m}$ 程度にとどまり、特に、1～3度入射での分析深さは1 $\mu\text{m}$ 以下である（図3.1-22）。このため、鋼材内部深くの残留応力を直接検出しているわけではない。それらを含めた深さ方向の応力分布を求めるために、逐次研磨法、すなわち、研磨とX線測定を繰り返す方法も採られることがある。しかし、これは言うまでもなく対象を破壊する分析になる。
- ・ 溶接による内部の残留応力と圧延・切断等材料を製作・加工した際に導入される応力をたしあわせたものを見ているわけであるが、上述のように表面に敏感な測定であるため、結果的に後者のほうが強く現れる場合もある。それでも溶接部近傍の位置による違い、すなわち、応力分布を調べると、明瞭な依存性が認められ、ビード部直上から遠ざかるにつれ、応力は引っ張り方向に変化し、特定の地点で極値をとった後、更に遠ざかると、圧縮方向に回復する傾向にある（研究例を1.2.2に紹介した）。
- ・ 表面に凹凸のある材料の場合、これまでのX線応力の測定では、その影響を嫌い、表面を研磨するのが一般的であった<sup>6)</sup>。機械研磨では、加工ひずみが導入されることは

避けられないため、その後に電解研磨を追加し、加工ひずみ層を除去するといったことも行われる。平成16年度の検討試料では、表面を機械研磨したのみで、電解研磨によりひずみ層の除去は行っていない。

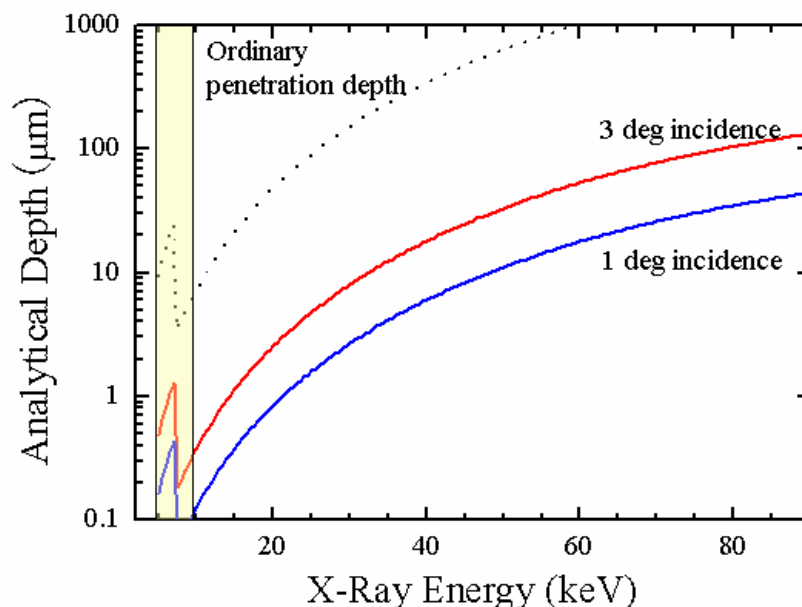


図 3.1-22 X線の鉄（密度 7.86g/cm<sup>3</sup>）に対する侵入深さ。黒い点線は、X線の強度が入射強度の 1/e にまで減衰する距離を示す。赤と青の線は、それぞれ 3 度、1 度の浅い角度で入射したときに 1/e にまで減衰する深さを示す。通常の X 線回折顕微鏡での実験では、色を塗った領域のエネルギー（波長）のチューナブルな単色 X 線を使用している。

#### 試料について

今回の検討において溶接に用いた材料は、SS400 である。SS400 は一般構造用圧延鋼材（JIS G 3101）の代表的なものである。その主な機械的性質を表 3.1-1 に示す。25mm 以上の板厚の大きいものは溶接できないとされており、今回は 5~6mm の板についての検討を行うこととした。図 3.1-23 に溶接作業台や機器の外観を示す。また図 3.1-24 に電解研磨の機器の外観を示す。

試料のリストを表 3.1-2 に示す。4 種類の異なる試料を作成した。いずれも Ar-CO<sub>2</sub> 混合ガスを用い、交流アーク溶接法<sup>26)</sup>により溶接した。1A および 1B は幅 30mm、長さ 100mm の板 2 枚の突合せ溶接、2 は幅 60mm、長さ 100mm の板に幅 30mm 長さ 100mm の板を立てた T 型の溶接を行ったもので、いずれも板厚は 6mm である。これらのなかで、一部の試料(1A-4SX、

1B-4SX、2-4SX) は、断面の観察をX線で行うため、50mm の面が出るように切断した。切断した厚さは10mmである。他方3は30mm角、厚さ5mmの板2枚の突合せ溶接を行ったものである。ひずみゲージ法の測定では、ひずみゲージを接着する部分のみを研磨した。X線測定では機械研磨に加え、電解研磨を行った。

表 3.1-1 一般構造用圧延鋼材の機械的特性。

(王子製鉄株式会社ホームページ(<http://www.oji-steel.co.jp/>)より引用)

規格名称	種類の記号	引張試験												
		降伏点又は耐力(N/mm <sup>2</sup> )					引張強さ (N/mm <sup>2</sup> )	降伏比(%)		伸び(%)				
		t<6	6≤t<12	12≤t<16	t=16	16<t≤40		12≤t<16	16≤t<40	t≤5	5<t<6	6≤t<16	t=16	16<t≤50
一般構造用 圧延鋼材 JIS G3101 表示許可 番号 9280	SS330	≥205	≥205	≥205	≥205	≥195	330~430	-	-	≥26	≥21	≥21	≥21	≥26
	SS400	≥245	≥245	≥245	≥245	≥235	400~510	-	-	≥21	≥17	≥17	≥17	≥21
	SS490	≥285	≥285	≥285	≥285	≥275	490~610	-	-	≥19	≥15	≥15	≥15	≥19
	SS540	≥400	≥400	≥400	≥400	≥390	≥540	-	-	≥16	≥13	≥13	≥13	≥17

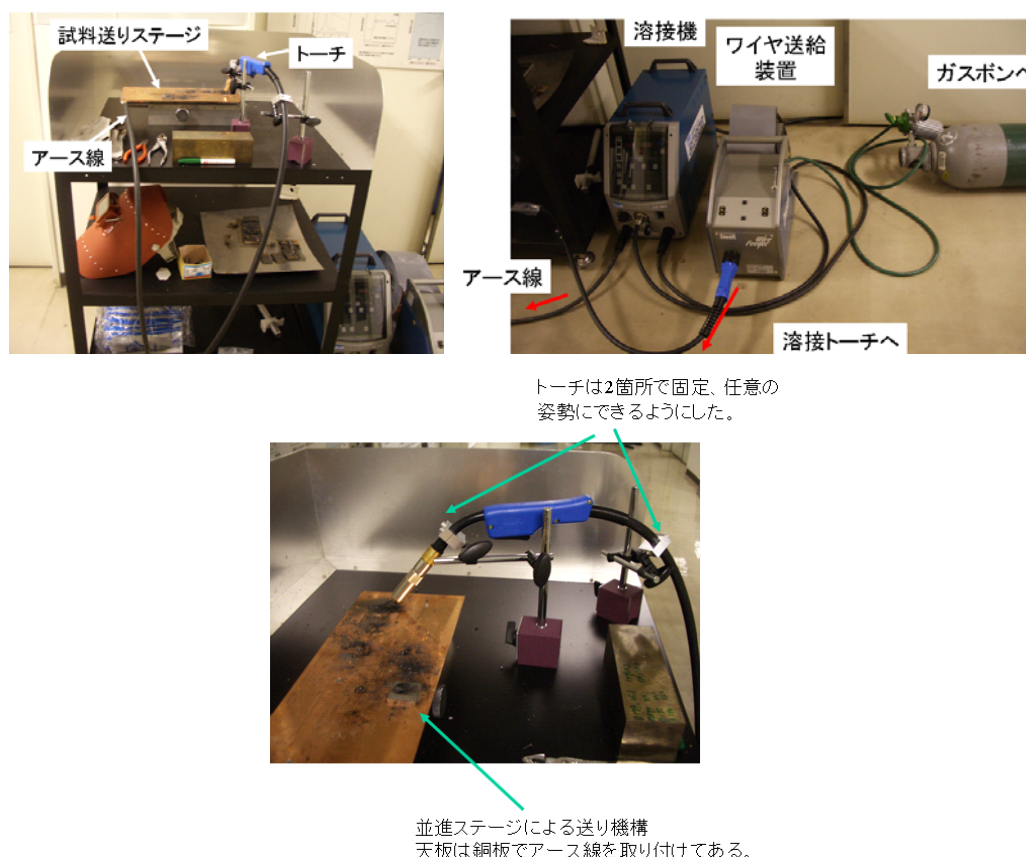


図 3.1-23 (上) 溶接作業台全体の外観。(下) 溶接作業スペース。溶接姿勢の固定機構、並進ステージ(手動、研究室の廃品を再利用)による送り機構を取り付け、非熟練者でも安定した条件で溶接できるようにした。

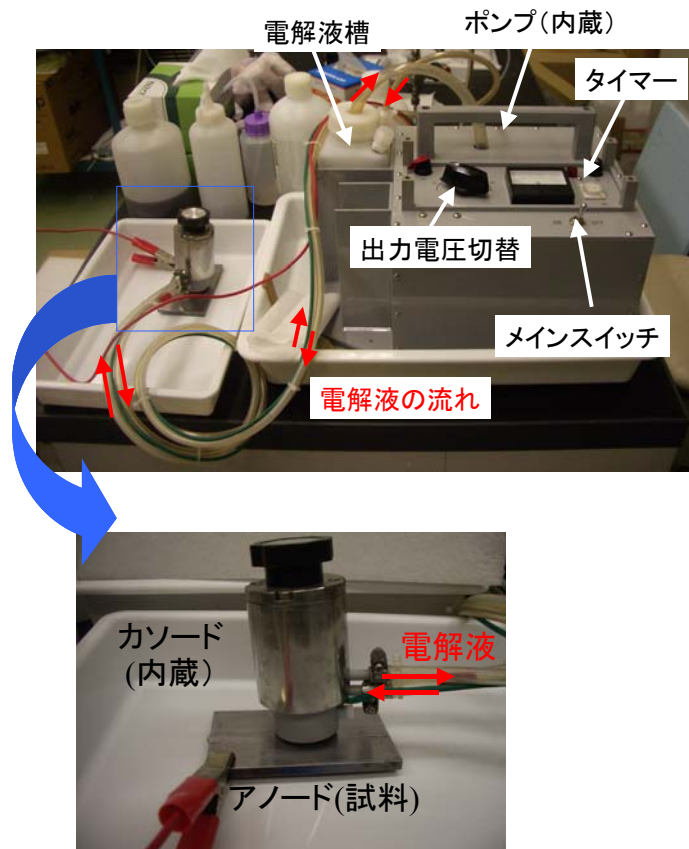


図 3.1-24 電解研磨機器の外観。

表 3.1-2 溶接試料。

種別	試料名	板厚	特徴	溶接条件	機械 研磨	電解 研磨	歪ゲージ	X線 (溶接直 交方向)	備考
1A	1A-1	6ミリ	I型 裏波なし 長さ 100mm	電流: 180A 電圧: 22V 溶接ワイヤ材: JIS Z3312 YGW12 ガス: Ar85%-CO <sub>2</sub> 15%(20l/min)	○	-	○	-	
	1A-2				○	-	○	-	
	1A-4SX				◎	○	-	○	断面
1B	1B-1	6ミリ	I型 裏波あり 2層盛 長さ 100mm	電流: 160A(1,2層とも) 電圧: 20V(1層目) 21V(2層目) 溶接ワイヤ材: JIS Z3312 YGW12 ガス: Ar85%-CO <sub>2</sub> 15%(20l/min)	○	-	○	-	
	1B-2				○	-	○	-	
	1B-3X				◎	○	-	○	
	1B-4SX				◎	○	-	○	断面
2	2-1	6ミリ	T型 長さ 100mm	電流: 180A 電圧: 22V 溶接ワイヤ材: JIS Z3312 YGW12 ガス: Ar85%-CO <sub>2</sub> 15%(20l/min)	○	-	○	-	
	2-2				○	-	○	-	
	2-4SX				◎	○	-	○	断面
3	A	5ミリ	I型 裏波なし 長さ30mm	電流: 120A 溶接棒: JIS Z3211 AWS A5.1 E6013 ガス: 不使用	○	-	○	-	
	B				○	-	○	-	
	C				◎	-	○	-	

## ひずみゲージ法による残留応力測定結果（1）

この実験では、試料種別 1A、1B および 2 の検討を行った。同条件で作製した多数の試料のなかから、それぞれの種別について 2 試料ずつを選び、ひずみゲージ法による残留応力測定を行った。2 軸ゲージ(東京測器研究所製 TYPE FCV-1-1/5-11-005LE G.L=1mm G.F=2.11)を溶接方向、溶接直交方向となるよう試料 1A および 1B は平板部に 3 箇所、また試料 2 については平板部に 3 箇所、平板垂直部に 3 箇所の計 6 箇所、接着剤(東京測器研究所製 CN)により貼り付けた。いずれも、溶接部隣接部分から 3mm ピッチで 3 点について測定を行った。表面のコーティングには N-1(東京測器研究所製)を用い、データロガーTYPE TDS303(東京測器研究所製)によりデータを取得した。図 3.1-25 に試料の寸法とひずみゲージ取り付け位置を、また図 3.1-26 にゲージ取り付け状況の写真(代表例)を示す。測定手順は以下の通りである。

- 1) ひずみゲージ貼り付け準備：ゲージナンバリング、貼り付け位置のケガキ、研磨。
- 2) ひずみゲージの貼り付け。
- 3) ゲージ貼り付け面の養生、コーティング剤の塗布。
- 4) 初期ひずみの測定(解放前の初期値となる)。
- 5) ワイヤークット切断により 12×15mm 角で応力を解放(図 3.1-27 に切断解放後の状況の写真を示す)。
- 6) 解放ひずみの測定。
- 7) 残留応力の算出。次式により算出した。溶接方向と溶接直交方向の残留応力をそれぞれ、 $\sigma_\theta$ 、 $\sigma_z$ として、

$$\sigma_\theta = \frac{-E}{1-\nu^2}(\varepsilon_\theta + \nu\varepsilon_z) \quad (3.1.5.1)$$

$$\sigma_z = \frac{-E}{1-\nu^2}(\varepsilon_z + \nu\varepsilon_\theta) \quad (3.1.5.2)$$

ここで、 $\varepsilon_\theta$ 、 $\varepsilon_z$  は、溶接方向と溶接直交方向の解放ひずみ、 $E$  はヤング率(210GPa=21400kgf/mm<sup>2</sup>)、 $\nu$ はポアソン比(0.3)である。

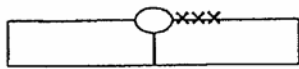
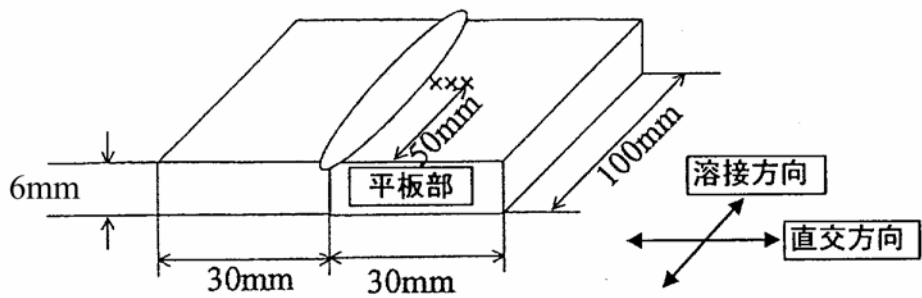
残留応力測定の結果を表 3.1-3 に示す。また、これらをグラフにまとめたものを図 3.1-28～31 に示す。

突合せ溶接の試料 1A、1B では、どの地点においても約 100～約 400MPa の引っ張り応力

が観測され、溶接直交方向よりも溶接方向のほうが約2倍前後大きい値が得られた。ただし、1A 試料の溶接方向については、どの地点も200～250MPaと大差ない。溶接直交方向については溶接部から3mm地点での値が約100MPaで最も小さく、6mmあるいは9mm地点のほうが大きな残留応力が認められた。試料1B-1の9mm地点は、溶接方向、直交方向とも、他の点より大きな585MPa、315MPaといった値が得られている（試料1B-2ではそのようなことはない）。わずか3点での測定であるので、これが非常に特別なことであるのか、すぐ隣の地点はどうであるかなど、詳細なことはにはわかにはわからない。もし残留応力の分布が画像の形で得られれば、たいへん助けになるであろう。

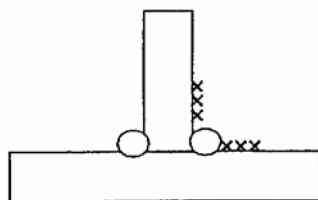
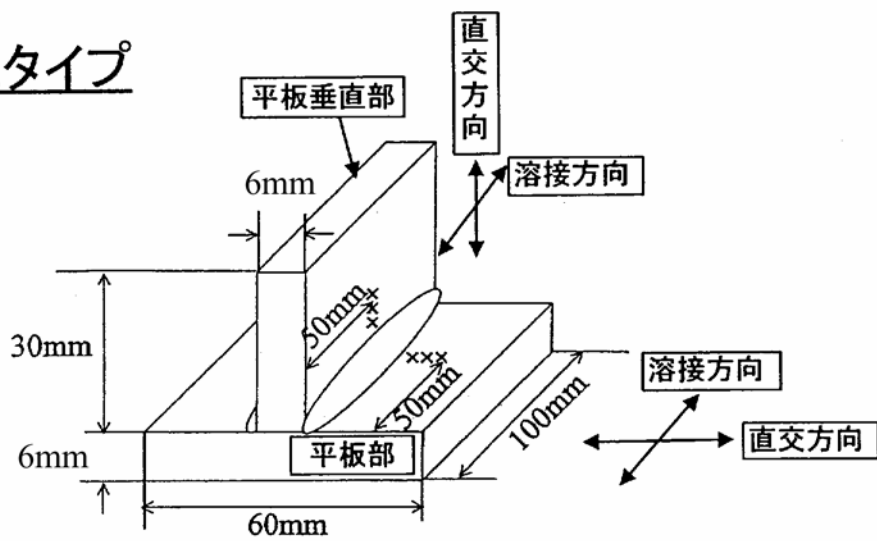
T型溶接の試料2では、突合せ溶接の試料とはまるで異なる結果が得られた。平板部の溶接方向、平板垂直部の溶接直交方向の残留応力の絶対値は小さく、ほとんど溶接の影響は認められない。平板部の溶接直交方向は100MPa以下、平板垂直部の溶接方向は200MPa以下で、位置依存性は、溶接部から3mm地点での値が最も大きく、6mmあるいは9mm地点のほうが小さくなる傾向がある。

# 1A・1Bタイプ



試験箇所：  
溶接部隣接部分から3mm  
間隔で3点

# 2タイプ



試験箇所：  
溶接部隣接部分から3mm  
間隔で3点。計6点

図 3.1-25 ひずみゲージ法による残留応力測定を行った試料の概略図。×印は試験箇所。



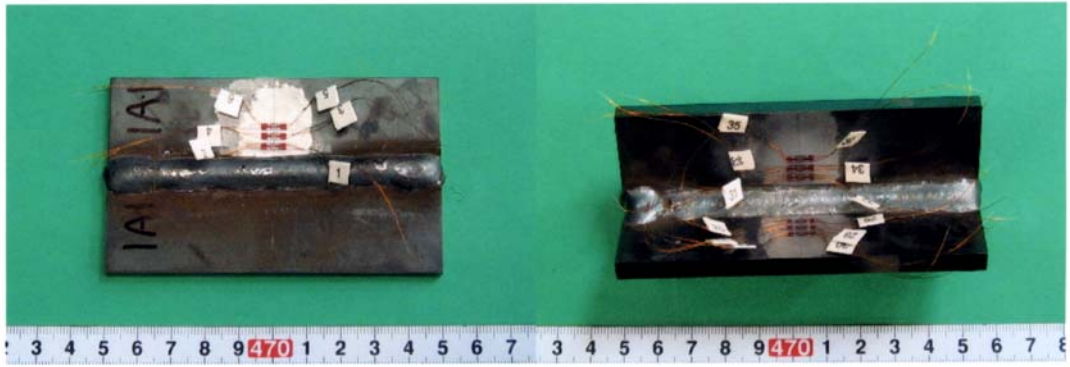


図 3.1-26 ゲージ貼り付け状況写真。

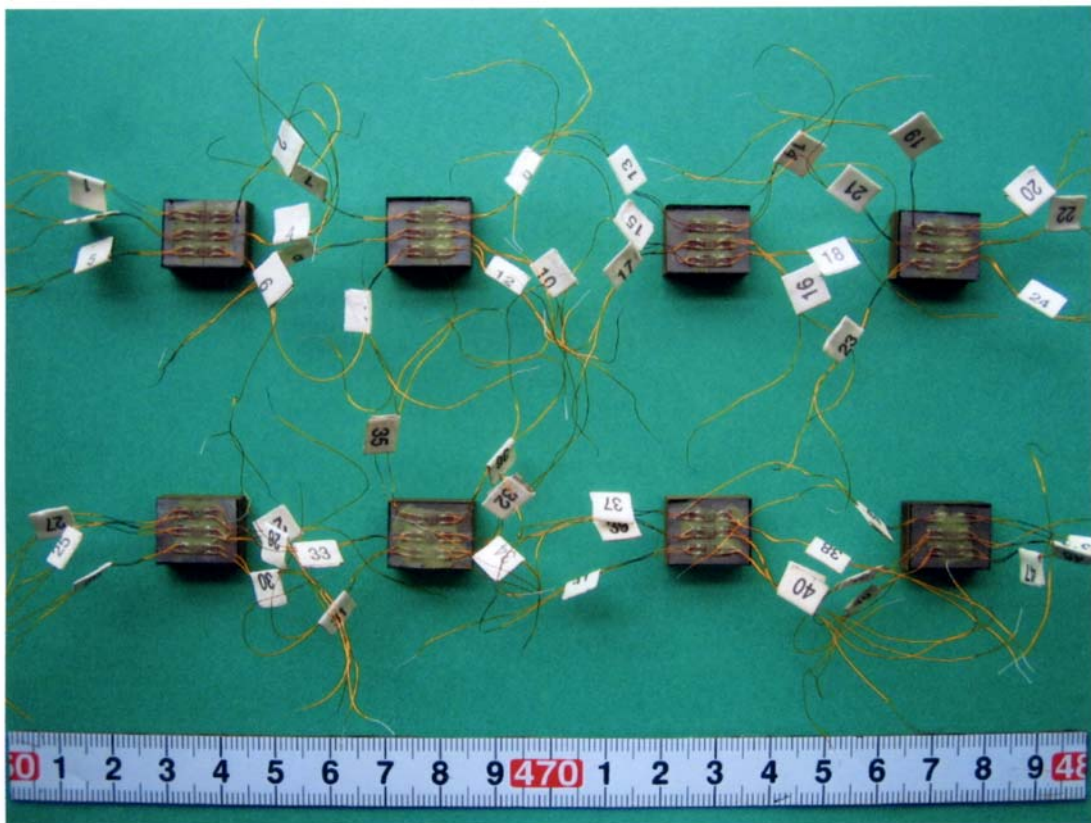


図 3.1-27 切断解放後の試料状況写真。

表 3.1-3 ひずみゲージ法による残留応力測定の結果。

試料	方向	ゲージNo.	部位	溶接部隣接部分からの距離	解放ひずみ測定結果 $\epsilon$ (E-06)			残留応力 (MPa)	備考
					初期値	切断後			
					測定値	測定値	解放ひずみ		
1A-1	溶接方向	1	平板部	3	-2552	-3444	-892	212	
	直交方向	2			-1982	-2068	-86	82	
	溶接方向	3		6	-1683	-2545	-862	234	
	直交方向	4			-2408	-2913	-505	176	
	溶接方向	5		9	-2856	-3608	-752	208	
	直交方向	6			-1883	-2382	-499	167	
1A-2	溶接方向	7	平板部	3	-2205	-3139	-934	232	
	直交方向	8			-656	-891	-235	119	
	溶接方向	9		6	-3014	-3809	-795	228	
	直交方向	10			-2353	-2986	-633	201	
	溶接方向	11		9	-2665	-3668	-1003	249	
	直交方向	12			-2791	-3044	-253	128	
1B-1	溶接方向	13	平板部	3	-2757	-4086	-1329	308	
	直交方向	14			-2205	-2216	-11	95	
	溶接方向	15		6	-2467	-3871	-1404	345	
	直交方向	16			-1346	-1651	-305	168	
	溶接方向	17		9	-1679	-4011	-2332	585	
	直交方向	18			-2171	-2835	-664	315	
1B-2	溶接方向	19	平板部	3	-2359	-3639	-1280	295	
	直交方向	20			-2197	-2187	10	86	
	溶接方向	21		6	-2704	-4296	-1592	393	
	直交方向	22			-2989	-3359	-370	196	
	溶接方向	23		9	-2142	-3743	-1601	390	
	直交方向	24			-2359	-2652	-293	179	
2-1	溶接方向	25	平板部	3	-1485	-1217	268	-37	
	直交方向	26			-1045	-1405	-360	65	
	溶接方向	27		6	-2736	-2279	457	-79	
	直交方向	28			-2710	-3099	-389	58	
	溶接方向	29		9	-1744	-1669	75	-4	
	直交方向	30			-2875	-3065	-190	39	
	溶接方向	31	平板垂直部	3	-1992	-2893	-901	196	
	直交方向	32			-1030	-861	169	23	
	溶接方向	33		6	-2765	-3228	-463	104	
	直交方向	34			-986	-941	45	22	
	溶接方向	35		9	-2349	-2364	-15	7	
	直交方向	36			-2443	-2492	-49	12	
2-2	溶接方向	37	平板部	3	-2402	-2325	77	7	
	直交方向	38			-2029	-2393	-364	79	
	溶接方向	39		6	-2522	-2462	60	14	
	直交方向	40			-1985	-2380	-395	87	
	溶接方向	41		9	-1917	-1895	22	12	
	直交方向	42			-1830	-2078	-248	56	
	溶接方向	43	平板垂直部	3	-3099	-3906	-807	178	
	直交方向	44			-1731	-1603	128	26	
	溶接方向	45		6	-2832	-3166	-334	74	
	直交方向	46			-1422	-1377	45	13	
	溶接方向	47		9	-2053	-1963	90	-15	
	直交方向	48			-1805	-1895	-90	15	

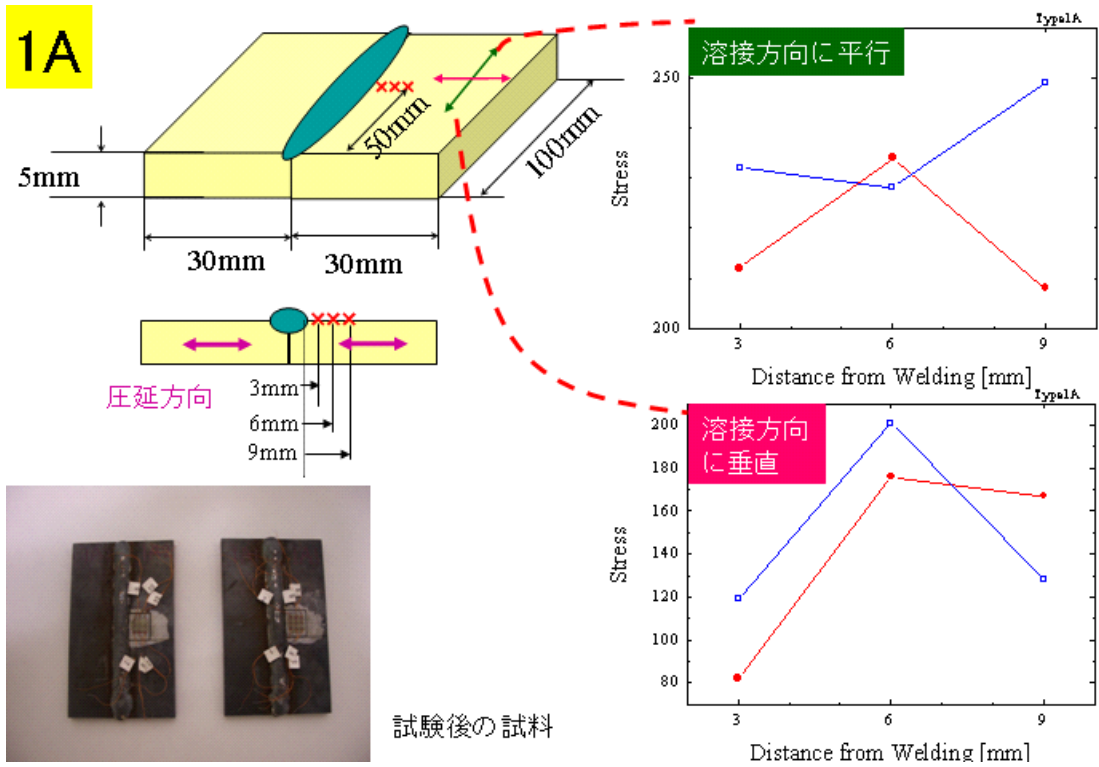


図 3.1-28 ひずみゲージ法による試料種別 1A の残留応力測定結果。

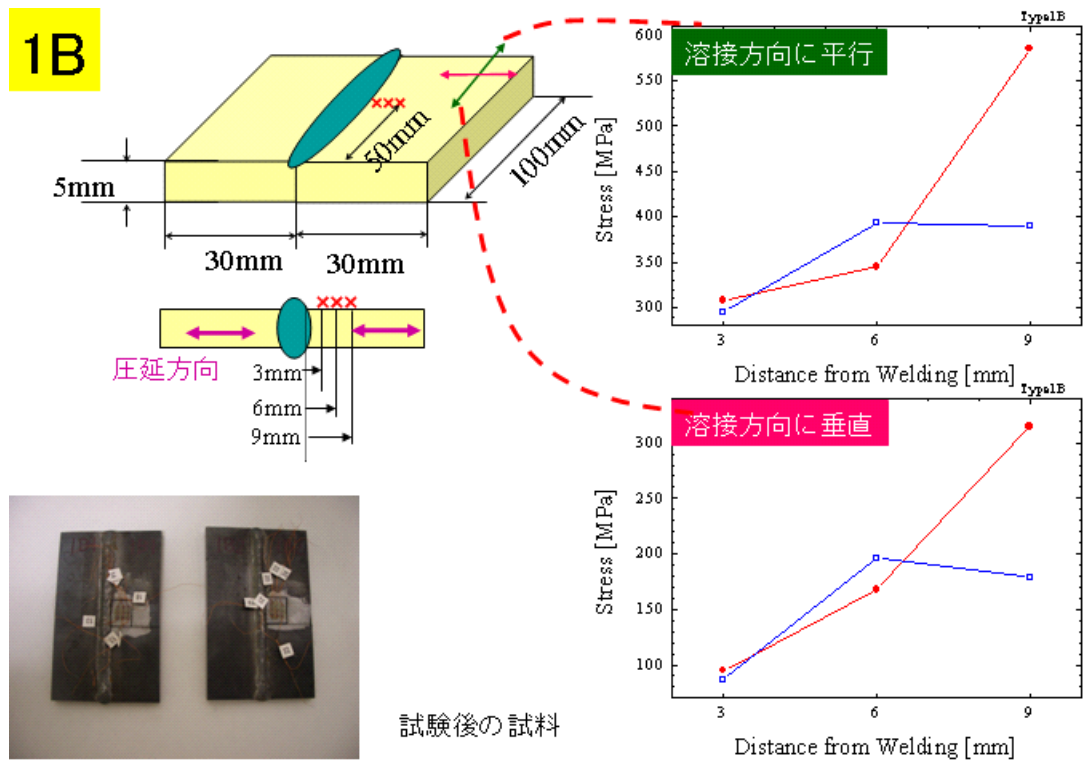


図 3.1-29 ひずみゲージ法による試料種別 1B の残留応力測定結果。

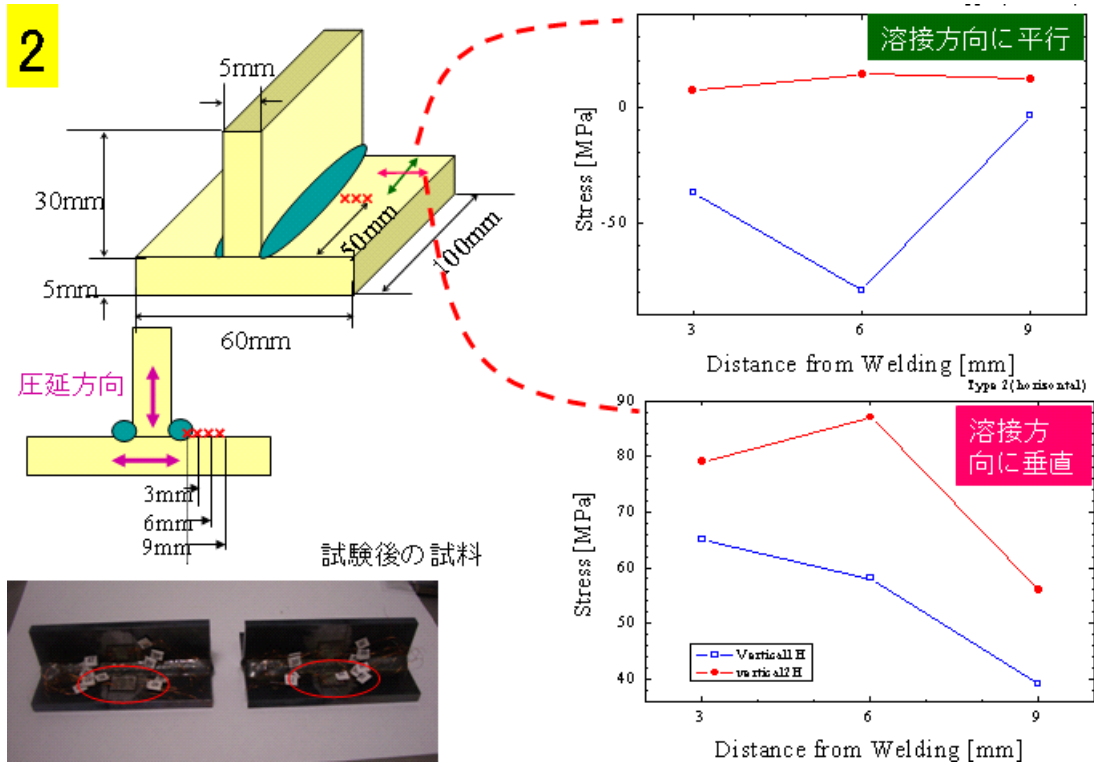


図 3.1-30 ひずみゲージ法による試料種別 2 の平板部の残留応力測定結果。

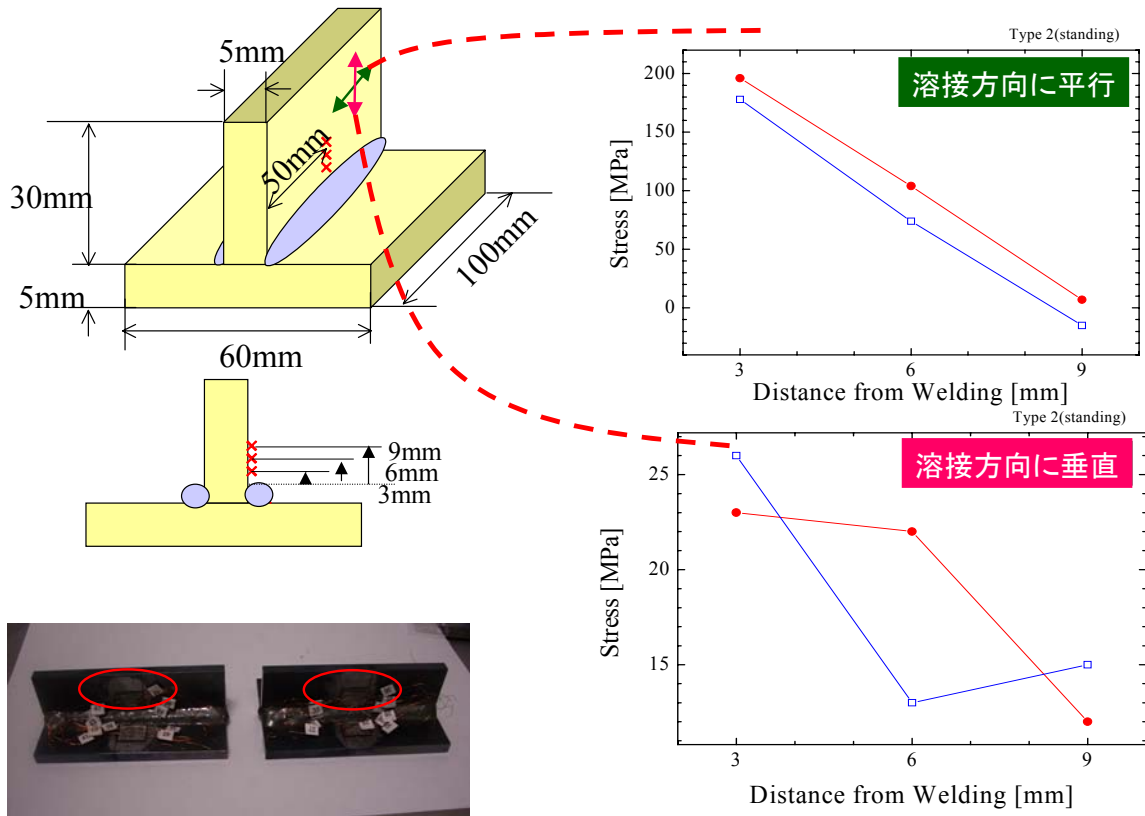


図 3.1-31 ひずみゲージ法による試料種別 2 の平板垂直部の残留応力測定結果。

## ひずみゲージ法による残留応力測定結果（2）

この実験では、試料種別 3 の検討を行った。同条件で作製した多数の試料のなかから 3 試料を選び、ひずみゲージ法による残留応力測定を行った。溶接部の両脇に、1 試料あたり 2 軸ゲージ（KFG-1-120-D16-11T-F7、Lot No. Y3458S-061A、ゲージ率： $2.08 \pm 1\%$ ）6 枚を接着剤（CC-33A）で接着した。今回は、溶接部からの距離が同じ測定地点間のばらつきを見るため、6 点ともほぼ等距離である。図 3.1-32 にゲージを取り付けた状況の写真を示す。測定手順は以下の通りである。なお、測定環境は、温度 23℃、湿度 50%であった。

- 1) クリップ付専用コード（T-C26）を介して、静ひずみ測定器 UCAM-1A で初期ひずみ（試料切断前のオリジナル値）を測定。
- 2) 試料の中央（溶接部）を切断し、試料を 2 分割。
- 3) 切断後の指示ひずみ（オリジナル値）を測定。
- 4) ゲージの補正を行った後、(3.1.5.1) および (3.1.5.2) 式により残留応力を算出。

残留応力測定の結果を表 3.1-4 に示す。各試料で溶接状態に差異があるため、データにばらつきはあるものの、溶接直交方向は試料の中心部に引張り、外側に圧縮の残留応力、溶接方向は試料の中心部に圧縮の残留応力が存在する傾向が認められた。

同じ突合せ溶接の試料であっても、比較的大きな引っ張り応力がどの場所でも確認された試料 1A、1B とはかなり異なる結果になった。おそらく試料サイズが小さく、また低い温度での溶接が可能であったため、熱の影響が小さいのであろう。溶接直交方向について、中央部のみ引っ張り応力が認められた。距離の違いもあるかもしれないが、その値も高々 100MPa 程度におさまっている。溶接方向については、中央部では圧縮応力が観測された。先の 1A、1B 試料についてと同様、限られた点での測定であり、もっと点をとるとどうなるか、興味は尽きない。残留応力の分布が画像の形で得られ、場所による違いを明確にすることができれば、溶接の状態をよりよく診断することができることは確実と思われる。



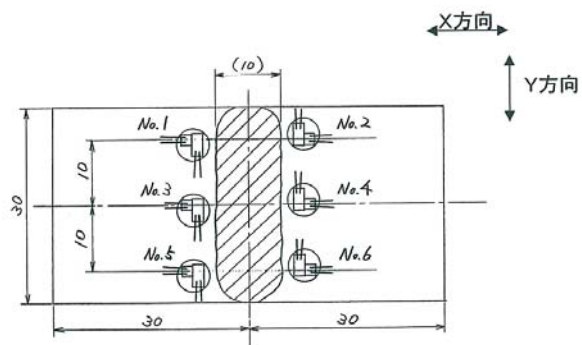
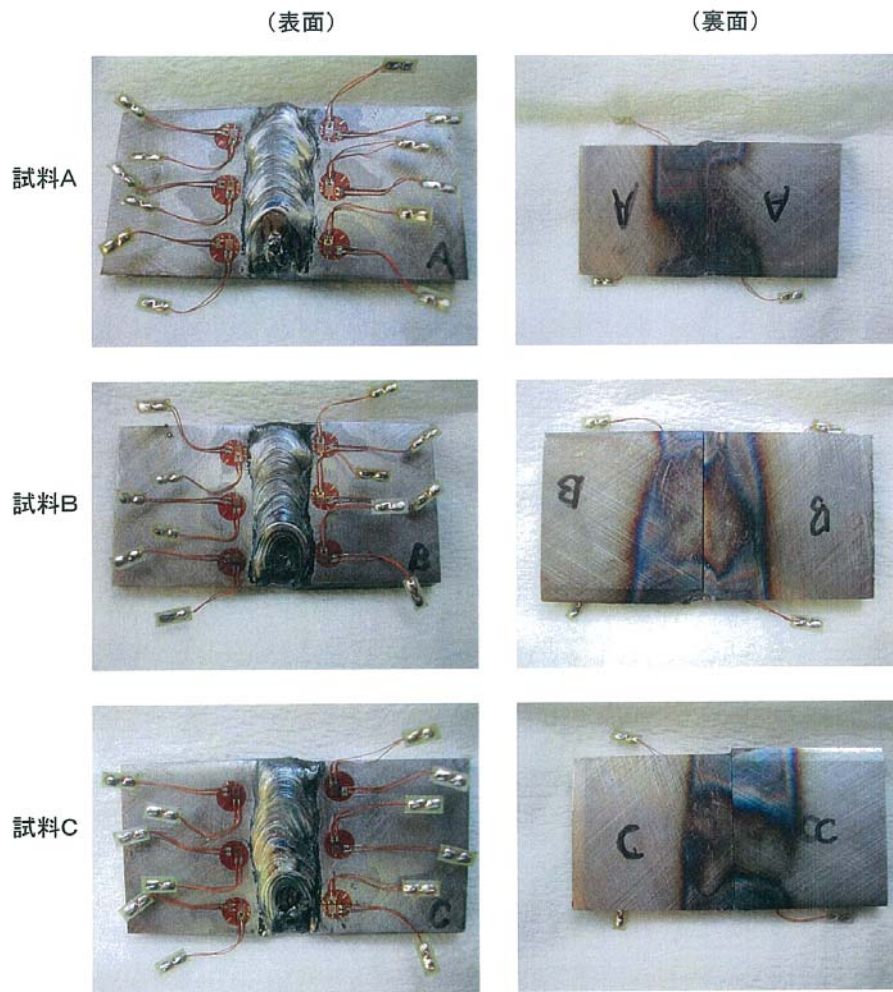


図 3.1-32 ゲージ取り付け状況の写真とゲージ取り付け位置の概略図。

表 3.1-4 残留応力測定の結果。

		x方向			y方向			残留応力 [MPa]	
		指示ひずみ		解放ひずみ (ゲージ率補正後)	指示ひずみ		解放ひずみ (ゲージ率補正後)	x方向	y方向
		切断前	切断後		切断前	切断後			
試料A	1	0.001095	0.001289	0.000187	0.001055	0.001112	0.000055	-47	-26
	2	0.000013	0.000225	0.000204	0.000465	0.000488	0.000022	-49	-19
	3	0.001897	0.001500	-0.000382	0.001895	0.002155	0.000250	71	-31
	4	0.000618	0.000038	-0.000558	0.001160	0.001394	0.000225	113	-13
	5	-0.000036	0.000030	0.000063	0.000378	0.000407	0.000028	-16	-11
	6	0.000069	0.000246	0.000170	0.000257	0.000259	0.000002	-39	-12
試料B	1	0.000008	0.000391	0.000368	-0.000121	-0.000141	-0.000019	-84	-21
	2	0.000621	0.000932	0.000299	0.000359	0.000350	-0.000009	-68	-19
	3	-0.000264	-0.000968	-0.000677	-0.000021	0.000234	0.000245	139	-10
	4	-0.000101	-0.000802	-0.000674	0.000200	0.000436	0.000227	140	-6
	5	0.000665	0.000810	0.000139	0.000212	0.000227	0.000014	-33	-13
	6	0.000532	0.000695	0.000157	0.000061	0.000037	-0.000023	-35	-6
試料B	1	0.000378	0.000618	0.000231	0.000936	0.000940	0.000004	-54	-17
	2	0.000211	0.000385	0.000167	0.000038	0.000116	0.000075	-44	-29
	3	0.000693	0.000013	-0.000654	0.000356	0.000594	0.000229	135	-8
	4	0.000532	-0.000080	-0.000588	0.000310	0.000620	0.000298	115	-28
	5	0.000253	0.000445	0.000185	0.000966	0.000957	-0.000009	-42	-11
	6	0.000416	0.000733	0.000305	-0.000066	-0.000145	-0.000076	-65	-4

(注1) 指示ひずみはオリジナル測定値  
(注2) 解放ひずみはゲージ率補正值

X線応力解析法による残留応力測定結果

X線応力測定は、平面試料（1B-3X）および断面試料（1A-4SX、1B-4SX、2-4SX）について行った。X線応力測定のための試料準備方法の全体的なフローを図 3.1-33 に、また研磨に関しては、平面試料、断面試料それぞれの方法を図 3.1-34 および図 3.1-35 に図解した。平成16年度の報告書において示した通り、X線応力顕微鏡の測定データと従来技術により1点ずつ測定したデータは、測定の迅速さ等を別とすれば、内容的にはよく対応しているので、今回のX線応力測定は、実験室系のX線装置を用いて従来法で行った。表 3.1-5 にX線応力測定の装置条件を示す。

平面試料 1B-3X の写真と測定地点を図 3.1-36 に示す。7つの測定点におけるデータを図 3.1-37～43 に示す。これらをまとめたものが図 3.1-44 である。今回は、電解研磨により機械研磨による加工ひずみ層を取り除いたが、依然、すべての地点で圧縮応力が認められた。ただし、地点による依存性が認められ、ビード上（地点①）において圧縮側に最大であり、遠ざかるにつれ、引っ張り側に移行し、地点⑤で極値をとり、さらに遠ざかると圧縮側に回復する。地点⑦は電解研磨を行わなかった地点である。地点⑥よりもさらに圧縮側になっているのは、機械研磨による加工ひずみ層の有無のせい、それとも、地点⑥ではまだ圧縮側への回復が十分でなかったのかのいずれかであろうと想像される。図 3.1-45 は、応力の値ではなく、それぞれのψ角での回折ピーク位置そのものを地点①～⑦につい

てプロットしたものである。応力分布に対応する明瞭な依存性が、 $\psi=0$  および  $\psi=45$  度（今回測定していないが、おそらくは 45 度以上では更に顕著に）の際に認められる。

図 3.1-46 は、断面試料 1A-4SX の写真と測定地点を示したものである。3 つの測定点における X 線応力のデータを図 3.1-47～49 に示す。

図 3.1-50 は、断面試料 1B-4SX の写真と測定地点を示したものである。3 つの測定点における X 線応力のデータを図 3.1-51～53 に示す。

図 3.1-54 は、断面試料 2-4SX の写真と測定地点を示したものである。3 つの測定点における X 線応力のデータを図 3.1-55～57 に示す。

図 3.1-58 は、断面試料 1A-4SX、1B-4SX、2-4SX のデータをまとめたものである。いずれの断面試料でも、 $2\theta\text{-sin}^2\psi$  プロットが良好な直線になっておらず（この点、平面試料と対照的である）、絶対値の解釈には注意を要するが、いずれの試料も平面試料の時よりも値が小さな、しかし圧縮応力のみが認められた。共通してビードから最も遠い 6mm の地点において最大の値が得られた。

ひずみゲージ法の結果も考え合わせ、このたびの X 線応力のデータ全体を総括すると次の通りである。

(1) 平面試料（1B-3X）については、どの地点にもついても -100Pa より大きい圧縮応力が得られた。これは溶接の熱影響部の残留応力が圧縮応力であることを意味するものではなく、X 線法が高々表面 10 数  $\mu\text{m}$  程度の情報を取っていること、電解研磨を行ってもなお研磨によるひずみの影響が残っていること（地点⑥と地点⑦の差はそのようにも解釈できる）等に対応するものと考えられる。

(2) X 線法による溶接材の測定では、溶接部で最大の圧縮応力、溶接部から直行方向に数～5mm 程度離れた地点で、最も引っ張り側の値をとり、さらに遠ざかると圧縮側に回復し、やがて一定値の圧縮応力になるという報告がなされている。今回の平面試料（1B-3X）の結果は、おおむね、その傾向をよく反映している。また、図 3.1-44 において、縦軸に約 200～300MPa ほどのオフセットをかけて眺めることにすれば、半定量的に、ゲージ法の残留応力分布とも対応する。

(3) 診断という観点では、④⑤⑥の地点をモニターするのが有意義であるように思われる。またこれらの地点の応力（残留応力の真の値はともかくとして、X 線で求まる応力）と①や⑦の応力の差を指標に採ることも有望そうである。すなわち、応力分布を得ることにより、状況を把握し、引っ張り側に強く偏っている地点を特定し、その周辺をさらに調



べるといったアプローチが考えられる。そのためには、高々7点程度では不十分であり、X線顕微鏡を用いてもっと多数の点を画像として迅速に取得することが望まれる。

(4)  $2\theta\text{-sin}^2\psi$  プロットは、端的には  $\psi=0$  と  $\psi=45$  度（あるいはそれ以上）の差に支配されるが、図 3.1-44 と図 3.1-45 の結果をあわせて考察すると、応力分布を得るのに、必ずしも多数の  $\psi$  角での測定を行って直線の傾きを求めようとしなくても、 $\psi=0$  または  $\psi=45$  度のいずれか一方（あるいは両方）の各地点でのデータのみからでも、十分推測することができる。そういう意味では、もっと測定時間を短縮することも可能なはずであり、X線顕微鏡による測定の場合も、 $\psi$  角を変える実験を省略する道も検討してよいと考えられる。

(5) 断面試料については、どの地点についても-100Pa より小さな圧縮応力が得られたが、地点間による差が顕著ではない。前述の(2)の理屈で、仮に約 200~300MPa ほどのオフセットをかけることにすると、全領域が 100~200MPa の引っ張り応力が内部に残留しているということになるのであろうか。仮にそう見積もったとしても、診断という観点にたったときは、特に心配があるような状況ではないと言ってよいであろう。

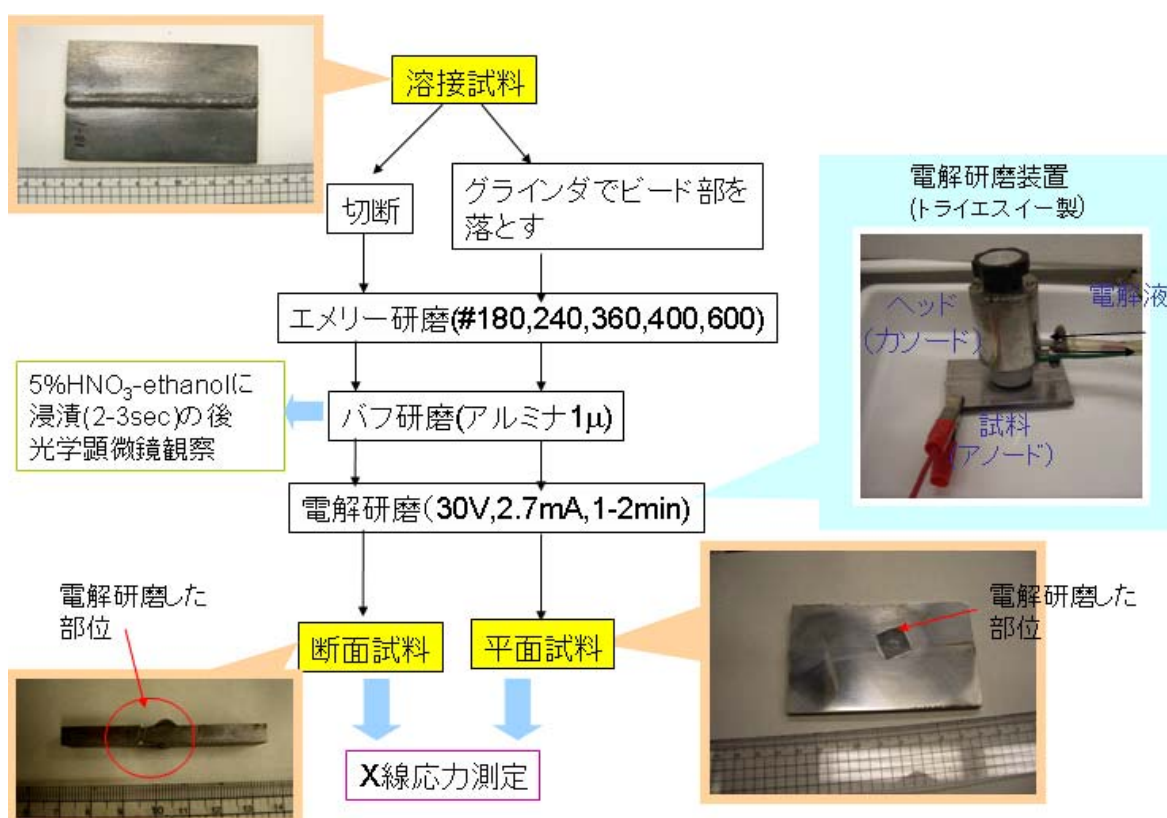


図 3.1-33 X線応力測定のための溶接試料の前準備。

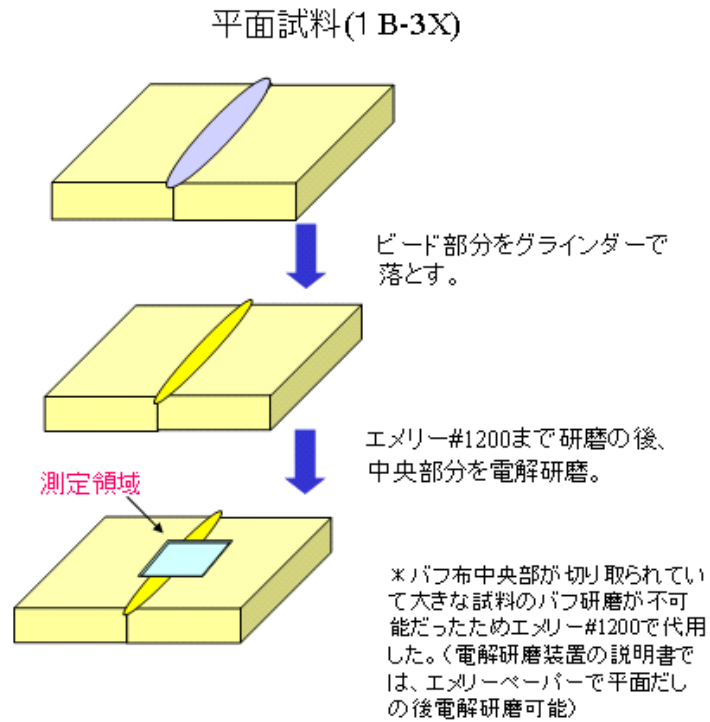


図 3.1-34 X線応力測定のための溶接試料の研磨（平面試料 1B-3X の場合）。

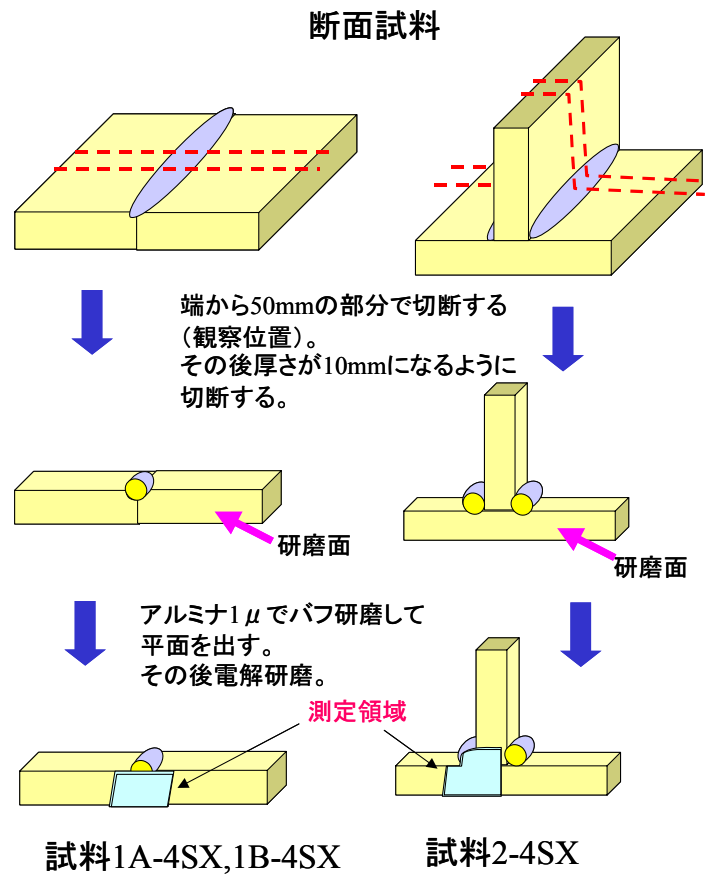


図 3.1-35 X線応力測定のための溶接試料の研磨（断面試料 1A-4SX、1B-4SX、2-4SX の場合）。

表 3.1-5 X線応力測定装置条件。

System	XRD-7000(Shimadzu)
X-Ray condition	Cr target 35.0kV 40.0mA
slit	divergence slit : 1.0(mm) scatter slit : 0.0(mm) receiving slit : 0.8(mm)
2θ scan	angle area: 150-162° (0.2° step) for α-Fe (211) (2θ=156°)

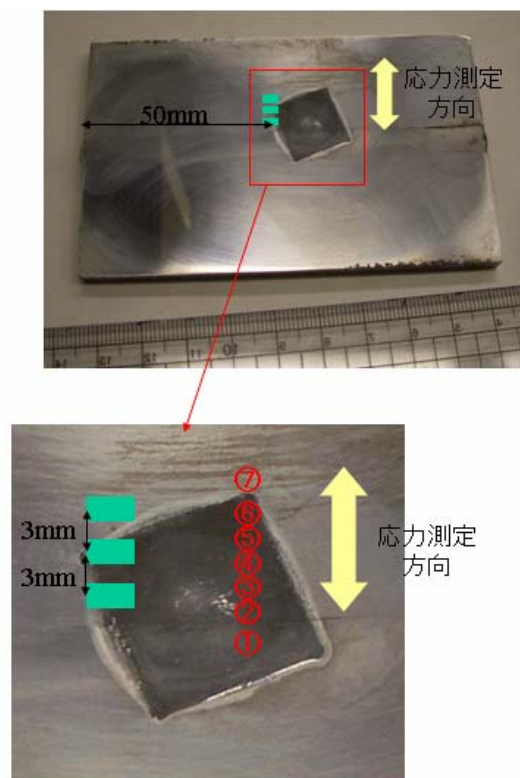
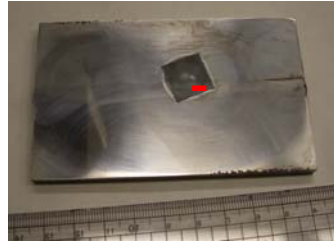
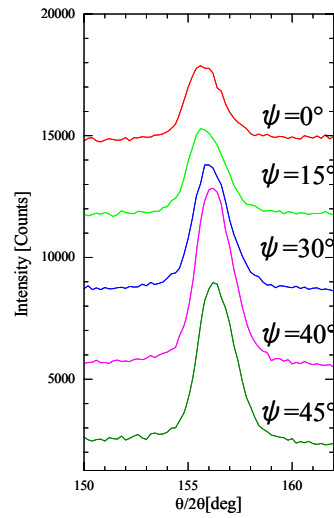


図 3.1-36 平面試料 1B-3X の測定。赤字は X 線応力測定位置。応力測定方向を太い矢印で示す。緑の四角はひずみゲージ法で同時準備試料 (1B-1、1B-2) の測定位置に相当する。



応力: -339.300MPa

回折データ



sin2φ-2θplot

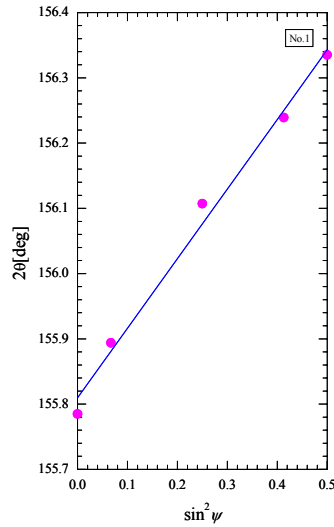
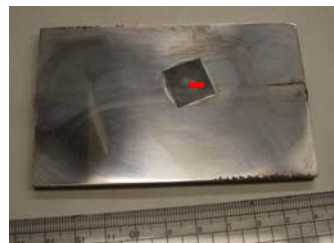
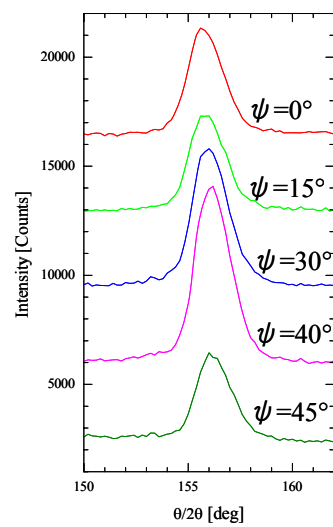


図 3.1-37 平面試料 1B-3X の X線応力測定結果 (地点①)。



応力: -240.823MPa

回折データ



sin2φ-2θplot

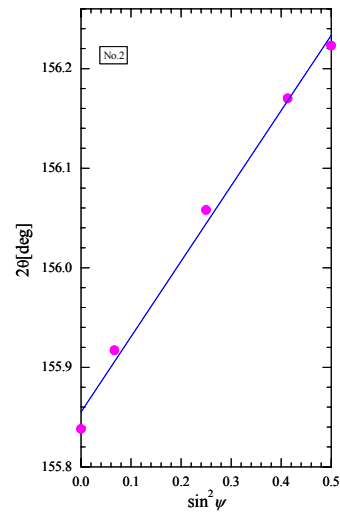
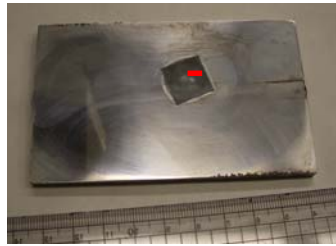
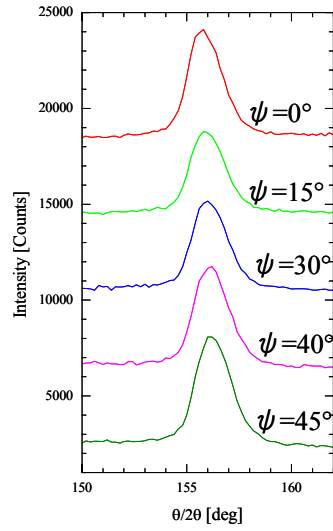


図 3.1-38 平面試料 1B-3X の X線応力測定結果 (地点②)。



応力: -215.801Mpa

回折データ



sin2φ-2θplot

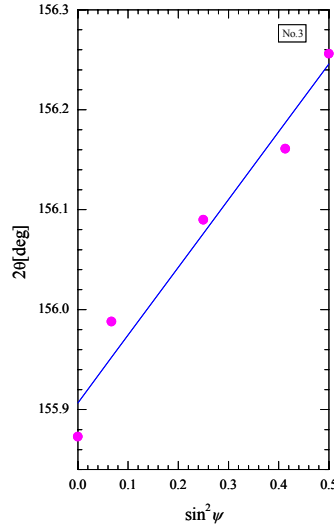
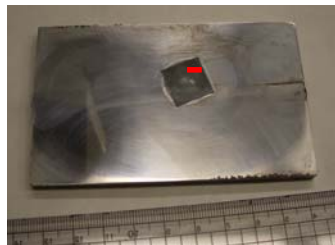
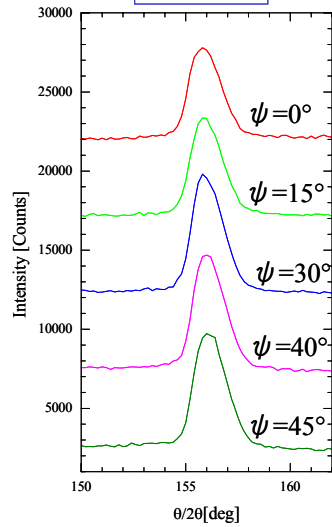


図 3.1-39 平面試料 1B-3X の X線応力測定結果 (地点③)。



応力: -137.083MPa

回折データ



sin2φ-2θplot

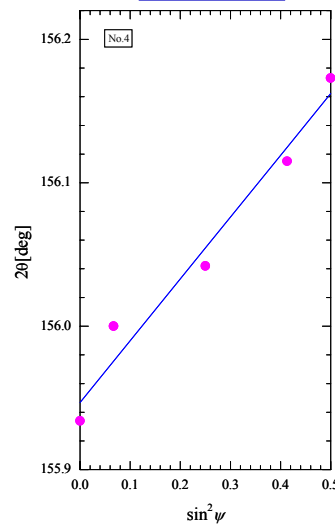
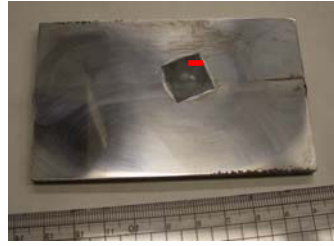
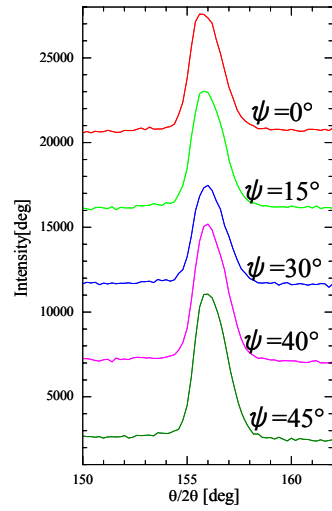


図 3.1-40 平面試料 1B-3X の X線応力測定結果 (地点④)。



応力: -125.524MPa

回折データ



sin2φ-2θplot

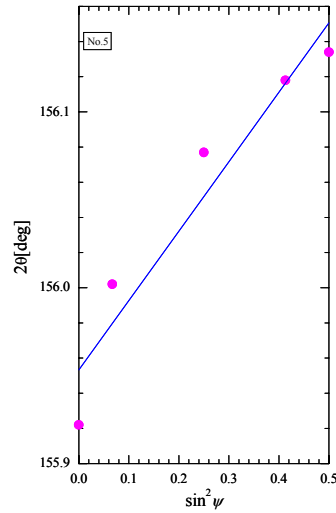
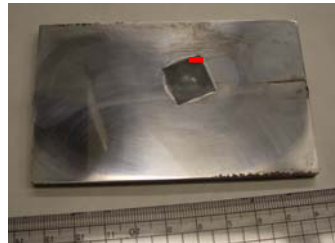
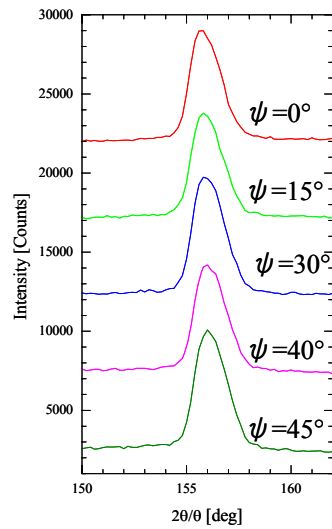


図 3.1-41 平面試料 1B-3X の X線応力測定結果 (地点⑤)。



応力: -150.709MPa

回折データ



sin2φ-2θplot

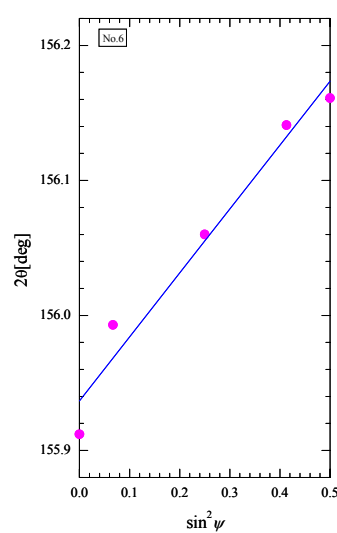
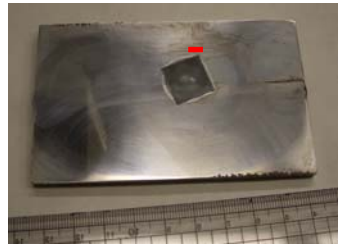


図 3.1-42 平面試料 1B-3X の X線応力測定結果 (地点⑥)。



応力: -261.097MPa

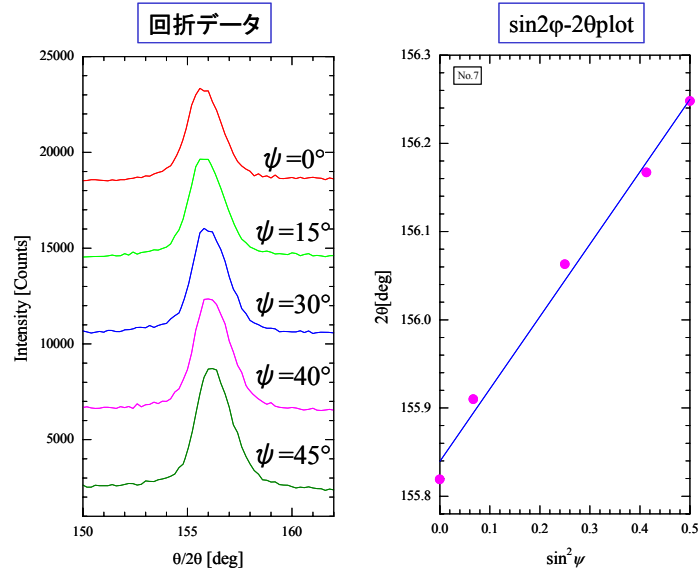


図 3.1-43 平面試料 1B-3X の X線応力測定結果 (地点⑦、研磨なし領域)。

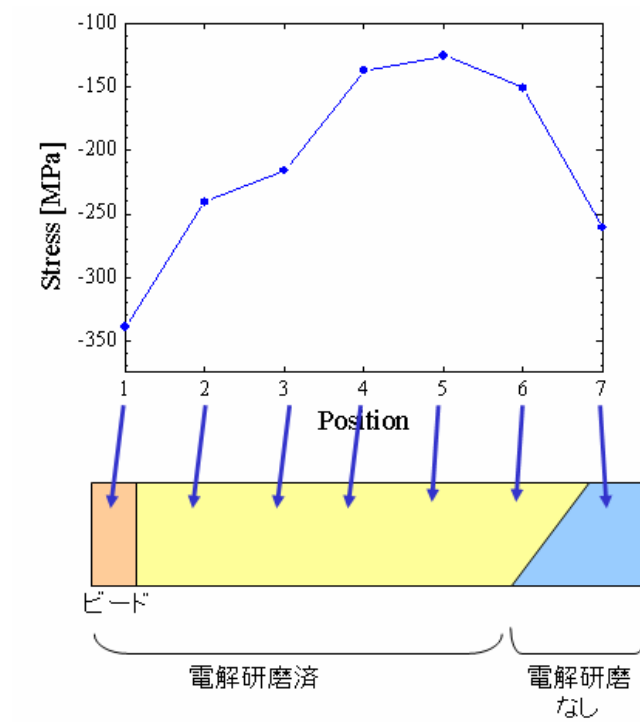


図 3.1-44 平面試料 1B-3X の X線応力測定結果のまとめ (地点①~⑦)。

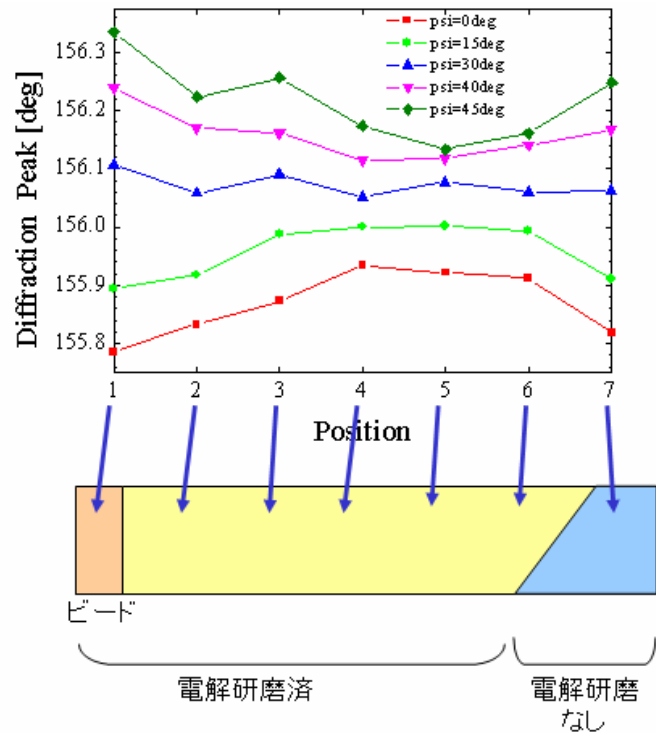


図 3.1-45 平面試料 1B-3X の X 線回折ピーク位置の変化 (地点①～⑦)。図 3.1-44 の応力分布の特徴は、必ずしもすべての  $\psi$  角での測定を行わなくても、 $\psi=0$  あるいは  $\psi=45$  度 (もしくはそれ以上) で回折ピーク位置を記録し、その場所による分布を見ることによってとらえることができる。

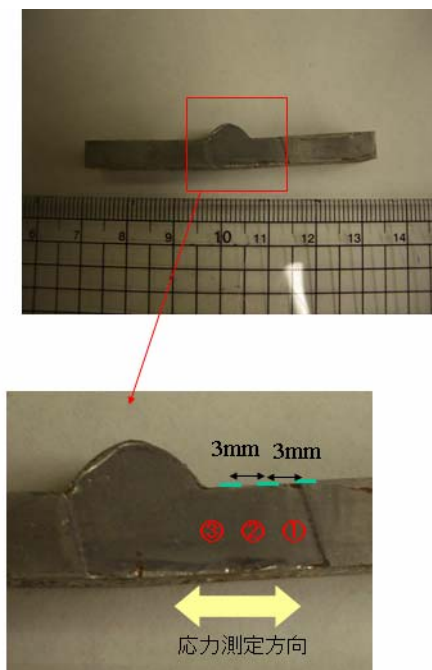


図 3.1-46 断面試料 1A-4SX の測定。赤字は X 線応力測定位置。応力測定方向を太い矢印で示す。緑の四角はひずみゲージ法で同時準備試料 (1A-1、1A-2) の測定位置に相当する。



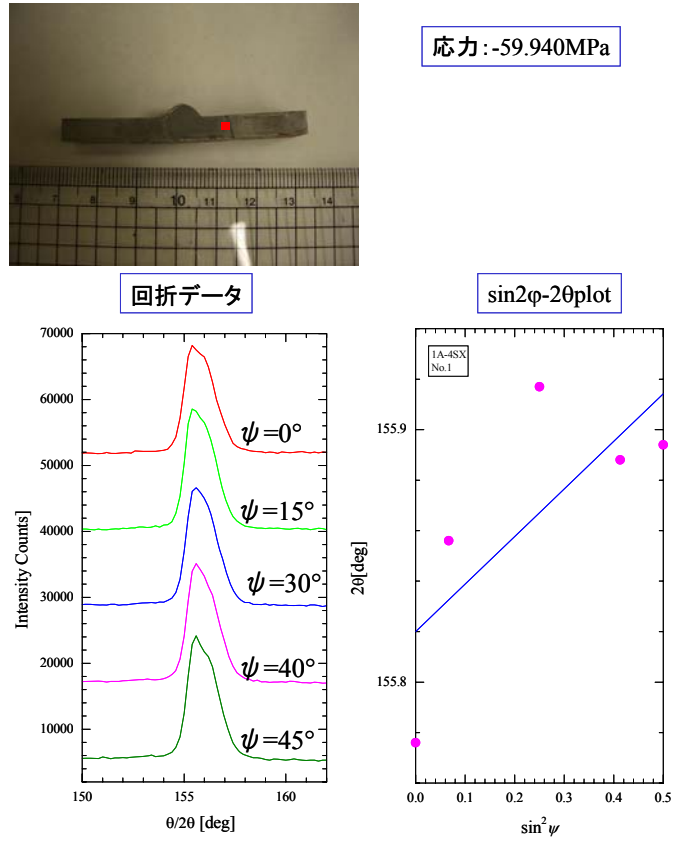


図 3.1-47 断面試料 1A-4SX の X 線応力測定結果（地点①、ビードから 6mm 位置）。

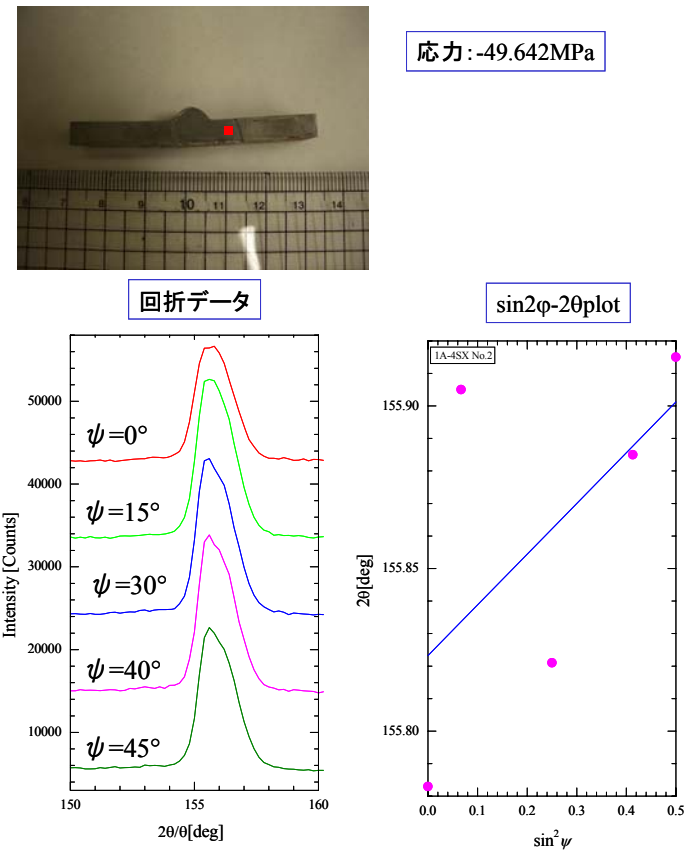


図 3.1-48 断面試料 1A-4SX の X 線応力測定結果（地点②、ビードから 3mm 位置）。

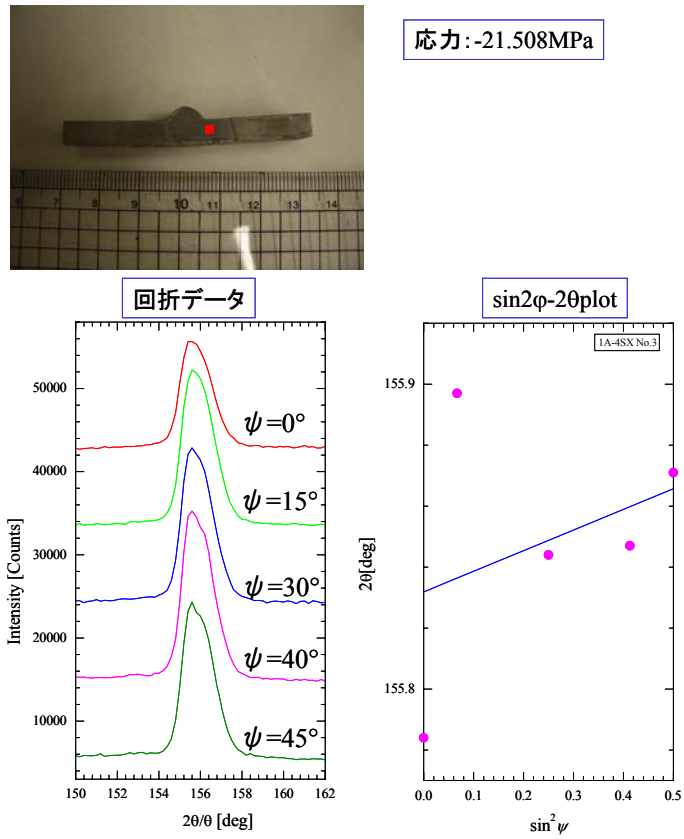


図 3.1-49 断面試料 1A-4SX の X 線応力測定結果（地点③、ビード直下）。

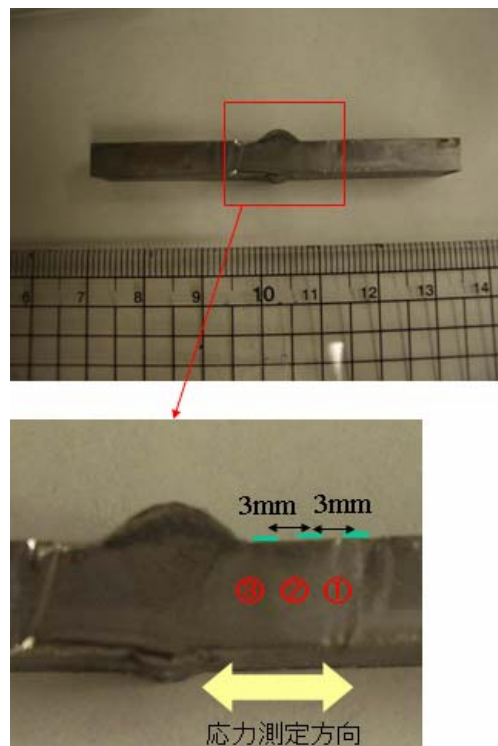
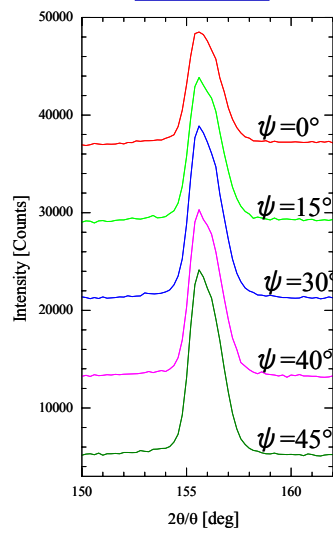


図 3.1-50 断面試料 1B-4SX の測定。赤字は X 線応力測定位置。応力測定の方法を太い矢印で示す。緑の四角はひずみゲージ法で同時準備試料（1B-1、1B-2）の測定位置に相当する。



応力: -23.659MPa

回折データ



sin2φ-2θplot

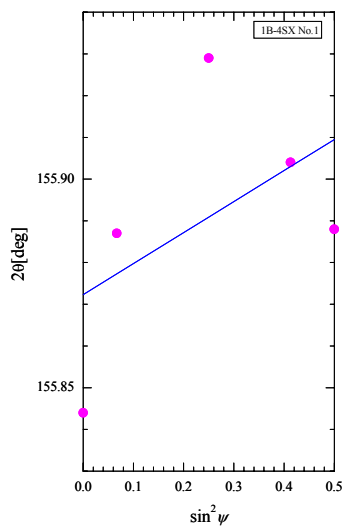
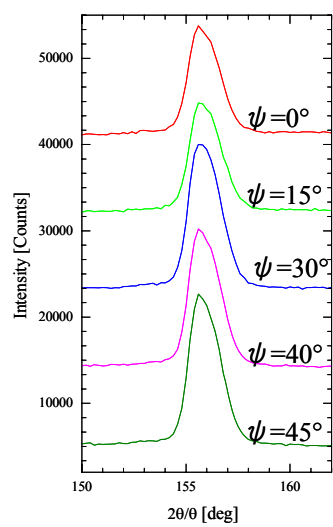


図 3.1-51 断面試料 1B-4SX の X 線応力測定結果 (地点①、ビードから 6mm 位置)。



応力: -15.415Mpa

回折データ



sin2φ-2θplot

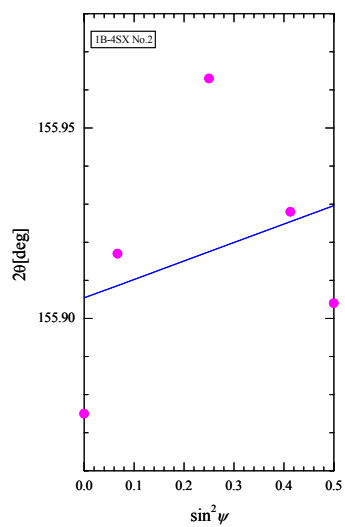


図 3.1-52 断面試料 1B-4SX の X 線応力測定結果 (地点②、ビードから 3mm 位置)。

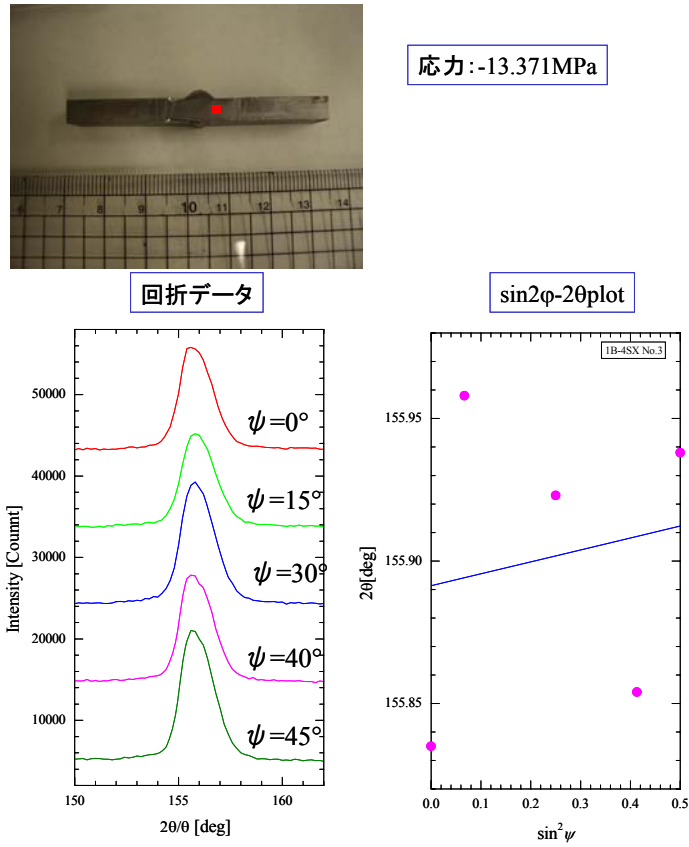


図 3.1-53 断面試料 1B-4SX の X 線応力測定結果（地点③、ビード直下）。

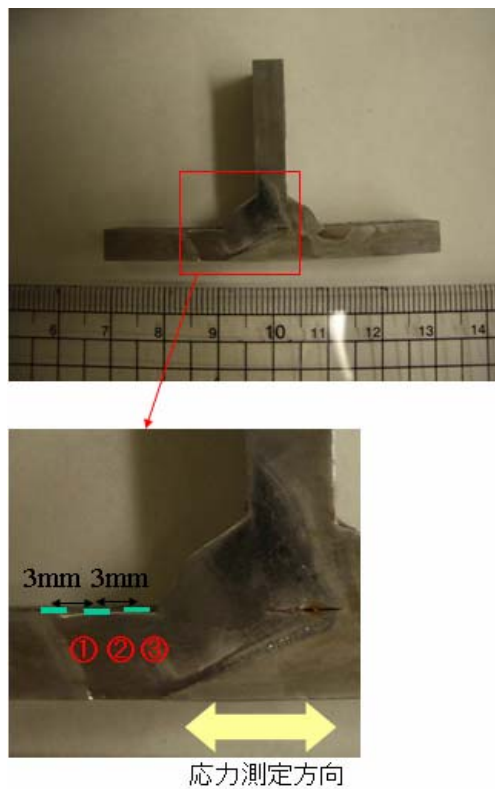


図 3.1-54 断面試料 2-4SX の測定。赤字は X 線応力測定位置。応力測定方向を太い矢印で示す。緑の四角はひずみゲージ法で同時準備試料（2-1、2-2）の測定位置に相当する。



応力: -97.959MPa

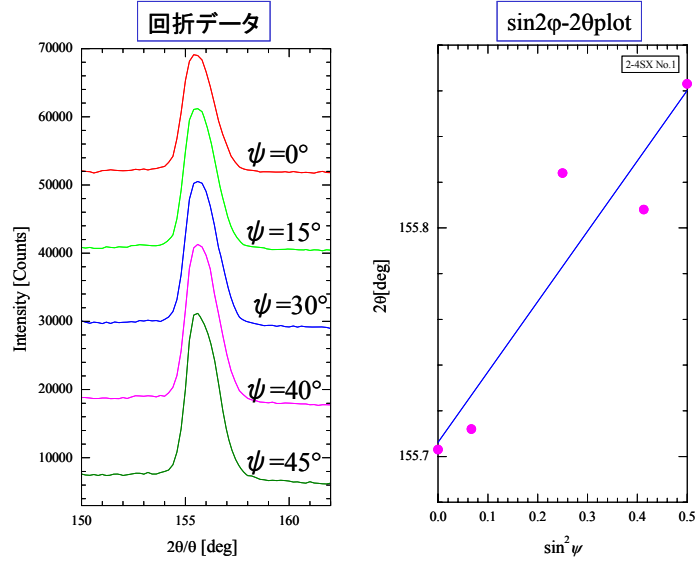
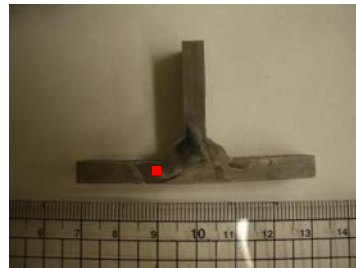


図 3.1-55 断面試料 2-4SX の X 線応力測定結果 (地点①、ビードから 6mm 位置)。



応力: -74.976MPa

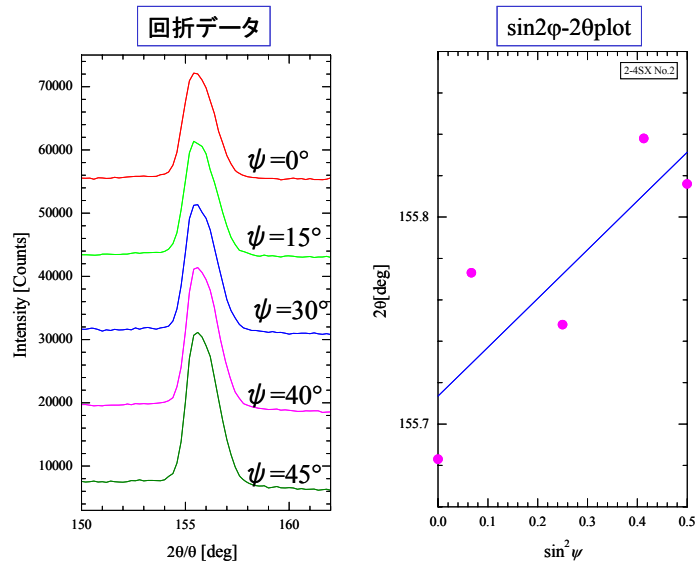


図 3.1-56 断面試料 2-4SX の X 線応力測定結果 (地点②、ビードから 3mm 位置)。

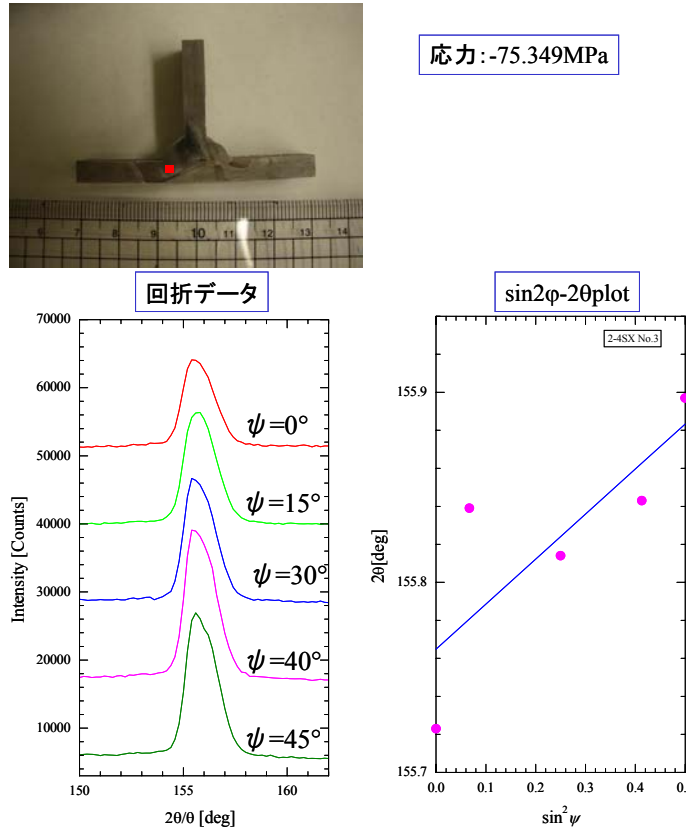


図 3.1-57 断面試料 2-4SX の X 線応力測定結果（地点③、ビード直下）。

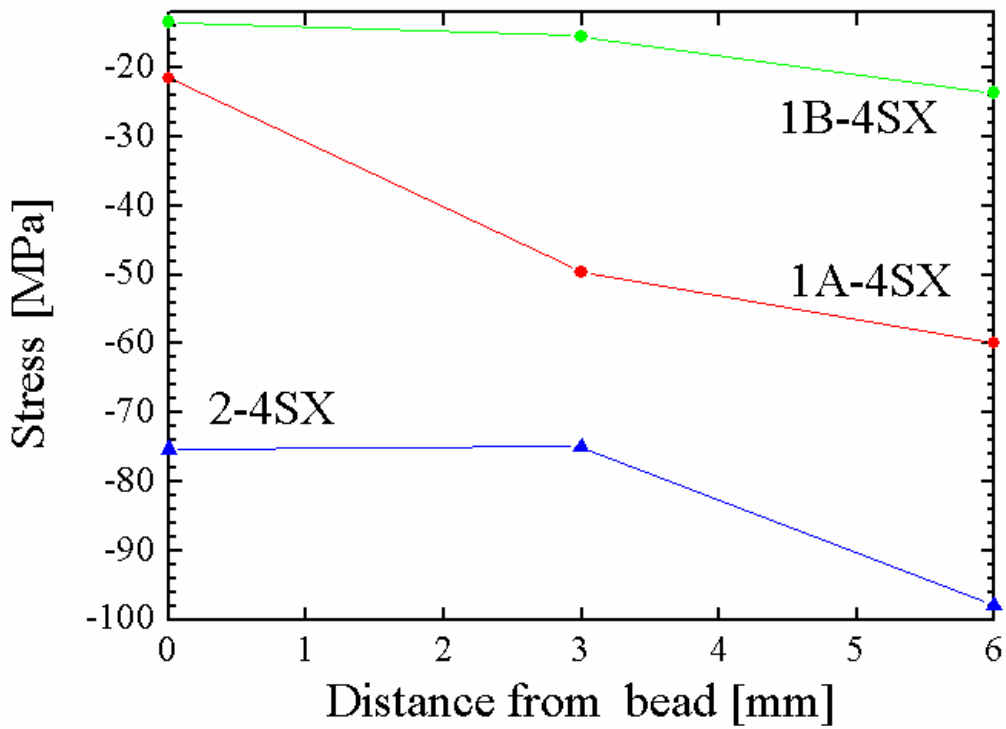


図 3.1-58 断面試料 1A-4SX、1B-4SX、2-4SX の X 線応力測定結果のまとめ（地点①～③）。

### 3.1.6 X線応力顕微鏡により取得される多量の画像データの取り扱いに関する技術検討

平成16年度の検討では、市販のアプリケーションソフトウェア(Media Cybernetics社のImage-Pro Plus)のなかで動作するマクロ機能を用いたプログラム群を使用して画像処理を行っていた。これらの大半は(独)物質・材料研究機構において、もともとX線回折顕微鏡による構造研究を行う際に使用していたものに手を加えたものである。しかし、X線応力顕微鏡としての検討を行う際には、通常のX線回折顕微鏡の場合よりもはるかに多くの画像処理が必要である。積算画像の作成及び粗視化画像の作成を行い、粗視化画像の各画素値を読み出して回折プロファイルデータを作成し、それを他のソフトウェアに移植して回折ピーク波長の決定を行い、その波長値から応力値を算出するという処理があり、それらをいちいち単体のマクロプログラムを動かして手作業で行わなくてはならない。そのため、1つのデータセットから応力分布図を作成するだけでも、非常に煩雑であり、長時間の作業が必要であった。そこで、平成17年度は、X線応力顕微鏡として実用的に用いることができるようにするために、アプリケーションソフトウェアに依存しない、独立した専用のソフトウェアを開発することとした。以下、その概要と成果を述べる。

まず、X線応力顕微鏡における画像処理の流れを説明する。実際の実験で得られる画像は、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。チューナブルな単色X線を用いるX線応力顕微鏡では、異なる $\psi$ 角についてそれぞれブラッグピークを探すために入射X線の波長を変えながら撮像した画像のセット(1セットの画像は $\psi$ 角の点数×波長走査の点数枚の画像からなる)がひずみ(回折ピーク波長)分布及び応力分布を求めるための生データとなる。チューナブルな単色X線を用いない場合には、当然、生データの内容は同じではないが、生データから応力分布を得るための処理プロセスは本質的に同一である。すなわち、各 $\psi$ 角についての回折ピーク位置を求め、横軸に $\sin^2\psi$ 、縦軸に回折ピーク位置(ないしは回折ピーク位置と無ひずみ状態での回折ピーク位置との比)をとったグラフの傾きを求めることにより応力値を得る。

図3.1-59に単色X線を用いるX線応力顕微鏡で得られる画像データから応力分布図を作成する処理過程をフローチャートとして示す。主に4つの処理ステップ、すなわち、積算画像作成ステップ、粗視化画像作成ステップ、ひずみ分布図作成ステップ、応力分布図作成ステップがある。

ブラッグピーク位置を見出すために、波長や回折角度を走査するとき、1つの波長ないし回折角度点において撮像を複数回繰り返し積算する場合もある。そこで、画像処理プロ

セスの最初の積算画像作成ステップで繰り返し撮像された画像の総和をとり、個々のデータ点に1対1対応する画像のセットを作成する処理を行う。このステップで行う処理の内容を図3.1-60に示す。複数回撮像した画像を順に呼び出して各画素について画素値を足し合わせ、1枚の積算画像として保存するという処理を走査点の数だけ繰り返す。通常の積算画像作成プロセスではそれだけの処理を行えばよいが、ここで作成したソフトウェアでは、飽和した画像があれば飽和した画素の番地を記憶して後の処理から排除できるようにした。

X線応力顕微鏡で撮像された1枚の生画像は数十万～百万程度の画素からなり、原理的には各画素に対応する領域の応力を評価することが可能である。しかしながら、現実には1画素のサイズ(10 $\mu\text{m}$ 角前後)の領域だけを取り出した場合には、結晶が特定の配向を有する(このようなときにはある特定の $\psi$ 角でしか回折X線が生じないことになる)、回折X線強度が弱くデータの精度が悪い(回折プロファイルから正確なピーク位置を決めることができない)などの理由により応力を評価できない場合が少なくない。そのような場合には、1画素を単位とするのではなく、ある大きさを持つ区画(例えば10画素 $\times$ 10画素、100画素 $\times$ 100画素など)を単位として解析を行うことが必要となる。そのために、粗視化画像作成ステップ(図3.1-61)では、前のステップで作成した積算画像を順に読み出し、各画像について指定したサイズの区画に含まれる画素の画素値を足し合わせた積分値をその区画に対応する画素の値としてもつ粗視化画像を作成する操作を行う。生画像が1000画素 $\times$ 1000画素の場合には100画素 $\times$ 100画素を単位として粗視化を行えば10画素 $\times$ 10画素の粗視化画像が作成される。ただし、生画像や異なる粗視化度合いの画像との位置の対照を容易にするために、粗視化画像も生画像と同じ画素数に拡大して保存することとした。

ひずみ分布図作成ステップでは粗視化画像を順に読み出して、各画素について得られる回折プロファイルから回折ピーク位置を決定して回折ピーク波長分布図(これはチューナブルな単色X線を用いた場合であり、チューナブルでない単色X線を用いた場合には回折ピーク角度分布図となるが、以下ことわり書きのない場合にはチューナブルな単色X線を用いた場合を想定している)を作成する(図3.1-62)。ここで得られた回折ピーク波長値と無ひずみ状態での回折ピーク波長値の差がひずみをあらわす。回折プロファイルからの回折ピーク位置決定法としては、半価幅法、切線法、放物線近似法などいろいろなものがあるが、ここでは最小二乗法による放物線近似を採用した。各画素について得られる回折プロファイルの最大強度値を1、最小強度値を0としたときの85%範囲(最初に0.85以上



の画素値を示す撮像点の1つ前の撮像点から最後に0.85より大きい画素値を示す撮像点の1つ後の撮像点まで)の撮像点のデータを用いて最小二乗法により放物線近似を行い回折ピーク位置を決定する。図3.1-63に示した例では最大強度を示す撮像点の周辺の7点を利用して近似している。参考データとして75%範囲、60%範囲で放物線近似を行った場合の回折ピーク位置も求めておく。必要な場合には3つの結果を比較検討すれば回折ピーク位置に影響を及ぼすほどにプロファイルの形状が悪い画素を見つけることができる。決められた回折ピーク位置は回折ピーク波長分布図として16ビットTIFFで保存される。このとき、Å単位の波長値を10000倍して整数として保存する。したがって取り扱える波長範囲は0~6.5535Åということになるが、画素値0は回折ピーク位置を決定できなかった画素に割り当てることとしている。この波長分布図を視覚化するときには別途作成した専用の擬似カラー化ソフトウェアを使用し24ビットカラーTIFFに変換する。その際、指定した波長範囲が短いほうから青~緑~赤の256階調で表示され、指定範囲よりも短いほうにはずれている画素は青色、長いほうにはずれている画素は赤色、画素値0の画素は白色で表示される。このとき、指定範囲の中心波長を無ひずみ状態での回折ピーク波長値にすればひずみ分布図になる。擬似カラー化の際には当該画像の画素値の頻度分布のデータもファイルに保存されるので、必要に応じてヒストグラムを作成して使用することができる。この擬似カラー化ソフトウェアは次に述べる応力分布図のカラー化の際にも使用する。

応力分布図作成ステップ(図3.1-64)では、波長分布図を読み出し、各画素について、 $\sin^2\psi$ を横軸として得られた回折ピーク波長値 $\lambda$ を無ひずみ状態での回折ピーク波長値 $\lambda_0$ で割った値をプロットし、最小二乗法で直線近似して傾き $M'$ を求める。この傾き $M'$ に定数をかけると応力値が得られる。各画素について得られた傾きを10000倍して32767(傾き0に対応)を足して16ビットTIFFで保存する。その際、傾きが-2.2767より小さい場合には画素値10000、傾きが2.2767より大きいときには画素値55534、傾きを求められなかった場合には画素値0であらわす。また、最小二乗法による直線近似の誤差

$$\frac{1}{N} \sum_n \left( \left( \lambda / \lambda_0 \right)_n - M' \sin^2 \psi_n \right)$$

が指定値よりも大きい場合にも画素値0とする。ここで得られた応力分布図も上述の擬似カラー化ソフトウェアを使用して24ビットカラーTIFFに変換して視覚化すると、指定した応力値範囲が小さいほうから青~緑~赤の256階調で表示され、指定範囲よりも小さいほうにはずれている画素は青色、大きいほうにはずれている画素は赤色、応力が不明な画

素は白色になる。

以上が、今回作成した Microsoft Windows 上で単体で動作する X線応力顕微鏡専用ソフトウェアの処理内容である。チューナブルな単色 X線を用いたデータを処理する場合には、既定の書式のパラメータファイルに、 $\psi$  角度の数、それぞれの  $\psi$  角度についての無ひずみ状態での波長値、画像セットの場所、画像セット名及び最初の画像のシリアルナンバー、モノクロメータ走査の開始角度（回折角度走査により取得した画像セットの場合には回折角度走査の開始角度となる）、角度きざみ、角度点数、各角度点での繰り返し撮像回数、検出器が飽和したときの画素値を与えておき、ソフトウェアを起動し、入力画面で画像の種類、パラメータファイルの場所及びファイル名を指定してスタートボタンをクリックすると応力分布図の作成までを自動的に行う。入力画面で、 $\lambda/\lambda_0\text{-sin}^2\psi$  プロットの傾きを求める際に許容する誤差の上限を変更することもできる。手作業では 100 画素×100 画素を 1 区画として粗視化するのでもその仕事量は膨大であったが、この専用ソフトウェアでは 10 画素×10 画素を単位とした粗視化で処理を行うこと、もしくは必要であれば粗視化しないで処理を行うことも可能である。現状のソフトウェアは処理速度を上げるための最適化をまったく行っていないものであるが、処理にかかる時間は、3つの  $\psi$  角についてそれぞれ 101、126、126 点で 5 回ずつ繰り返し撮像を行ったデータから応力分布図を作成する場合で、1 時間前後である（Intel Pentium 4 CPU 2.40GHz, 522MB RAM 搭載のパーソナルコンピュータを使用）。

以下にこの専用ソフトウェアを用いて粗視化度合いを変えて行った解析例を示す。ここでは、ソフトウェアの検証が目的であるので、以前の画像処理のシステムでの解析の実績があるものを取りあげた。平成 16 年度の報告書では、当時完成したばかりの X線応力顕微鏡のテスト測定の結果として、T 型溶接材断面（図 3.1-65、図 3.1-66）のデータを記載した。この試料自体は、3.1.5 でも触れたように、切断や機械研磨による新規の圧縮応力導入の影響が考えられ、また X線法がその表面層のみを観察しているという制約もあるわけであるが、それらの事項はひとまず脇に置き、実験的に得られた回折 X線像のデータ群を正しく画像処理して応力分布像を取得するプロセスを確認する観点を重視した。なお、平成 16 年度の報告書には(200)反射の画像のみを掲載したが、実際には、(110)反射、(211)反射についても測定を行っており、また、その後、同一試料の異なる視野の測定データも取得したので、これらを一括して扱うことにした。これまで使用してきたソフトウェアによる結果との対応関係を念入りに確認した。

図 3.1-67 に領域 I 及び II の  $2\theta=90$  度 ( $\psi=45$  度位置) での蛍光 X 線画像 (入射 X 線エネルギーは 7,400eV) を示す。通常はバックグラウンドになる蛍光 X 線であるが、このように試料の観察視野の詳しい表面形状を確認するのに有用である。図 3.1-68 に領域 I の (110) 反射の回折ピーク波長分布図を示す。10 画素×10 画素を単位として粗視化したものは、図 3.1-66 の領域 I の形状をほぼ再現している。試料上の場所と解析結果を対応づけしやすという点ではこの程度の粗視化で解析を行うことが有利である。しかし、得られた回折ピーク波長分布図では試料全体で回折ピーク波長値のばらつきが大きく、試料中のひずみ分布について何らかの情報を読み取ることは困難である。他方、40 画素×40 画素以上を単位として粗視化したものでは、明らかに試料左側境界近傍で溶接部から鋼板 A にわたってピーク波長値が他の部分よりも小さくなっていることがわかる。すなわち、溶接を施した側の鋼板 A の表面近傍では深さ方向の格子間隔が鋼板 A の内部や反対側の表面近傍よりも小さくなっていると考えられる。図 3.1-69 に示す領域 I の (200) 反射の回折ピーク波長分布図からも、(110) 反射に比べてはっきりとはしないが、同様の傾向を読み取ることができる。図 3.1-70 に示す領域 I の (211) 反射のピーク波長分布図では、特に  $\psi=60$  度の場合には 10 画素×10 画素を単位として粗視化したものからも同様の傾向を読み取ることができる。この測定で検出器として用いた CCD カメラは 1 画素が  $8\mu\text{m}$  角であるので、図 3.1-70 からは、鋼板 A の表面から  $240\mu\text{m}$  程度の深さまでは他の領域に比べて格子間隔が小さくなっていると評価できる。

図 3.1-71 に領域 II の (211) 反射の回折ピーク波長分布図を示す。この領域には鋼板 A の露出した表面部分は含まれていないが、溶接部の表面近傍でピーク波長値が小さくなっていることがわかる。

次に応力分布図を示す。まず、 $\lambda/\lambda_0\text{-sin}^2\psi$  プロットから最小二乗法で傾き  $M'=\partial(\lambda/\lambda_0)/\partial\text{sin}^2\psi$  を求める際にどの程度のデータ点の散らばりが許容されるかを検討する。図 3.1-72 は、領域 II の (211) 反射を  $\psi=60, 52.5, 50$  度で測定したデータについて 100 画素×100 画素を単位とする粗視化を行って  $\partial(\lambda/\lambda_0)/\partial\text{sin}^2\psi$  を求めた結果といくつかの画素の  $\lambda/\lambda_0\text{-sin}^2\psi$  プロットである。応力分布図中の a、b 点については最小二乗法により傾きを求めることができた。c 点では直線にのるようなデータになっていない。これら 3 点の最小二乗法に伴う誤差を比べると、データ点の直線近似として信頼できるのは誤差が -11 乗程度のオーダーのときであるといえる。図 3.1-72 の例では、誤差分布図が青色の地点については応力値の信頼度が比較的良好である。

図 3.1-73 は領域 I の (110) 反射を測定したデータから応力分布図を区画サイズを変えて求めた結果である。40 画素×40 画素を単位として解析した結果では 650MPa 以上（赤色）や-650MPa 以下（青色）の応力値をもつ画素が全体に分布している。図 3.1-74 は領域 I の (200) 反射を測定したデータから応力分布図を求めた結果、図 3.1-75 は領域 II の (211) 反射を測定したデータから求めた応力分布図である。

以上の処理結果の検討から、10 画素×10 画素や 20 画素×20 画素といった小さい区画を単位とした粗視化の場合には回折ピーク波長値や応力値が大きく散らばる場合が多いのに対し、100 画素×100 画素や 200 画素×200 画素といった大きな区画を単位とした粗視化の場合にはそのようなデータの散らばりが小さくなるのがわかる。どの程度の粗視化を行うかは、試料とデータの質により、また目的により選択する必要がある。応力分布からは局所的な差が読み取れなくても、取得過程での誤差要因が相対的に少ない回折ピーク波長分布では局所的な差を読み取れる場合もあることは上述の処理結果から明らかである。慎重な検討のためにはさまざまな粗視化のレベルで処理した結果を比較検討することも重要である。

今後は、コードの一層の最適化により、処理時間をさらに短縮するとともに、得られた画像から安全性診断を行うための機能を付加する方法について検討を行う必要がある。

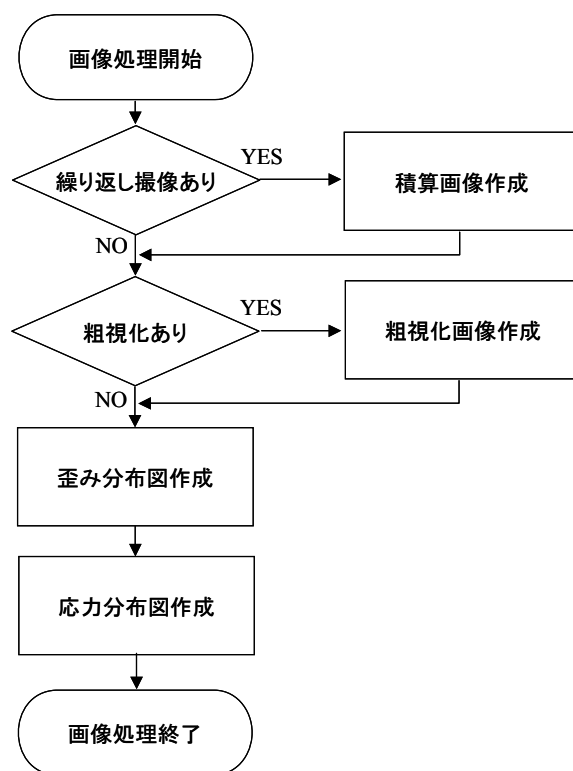


図 3.1-59 X線応力顕微鏡で取得した画像セットから応力分布図を作成するプロセス。

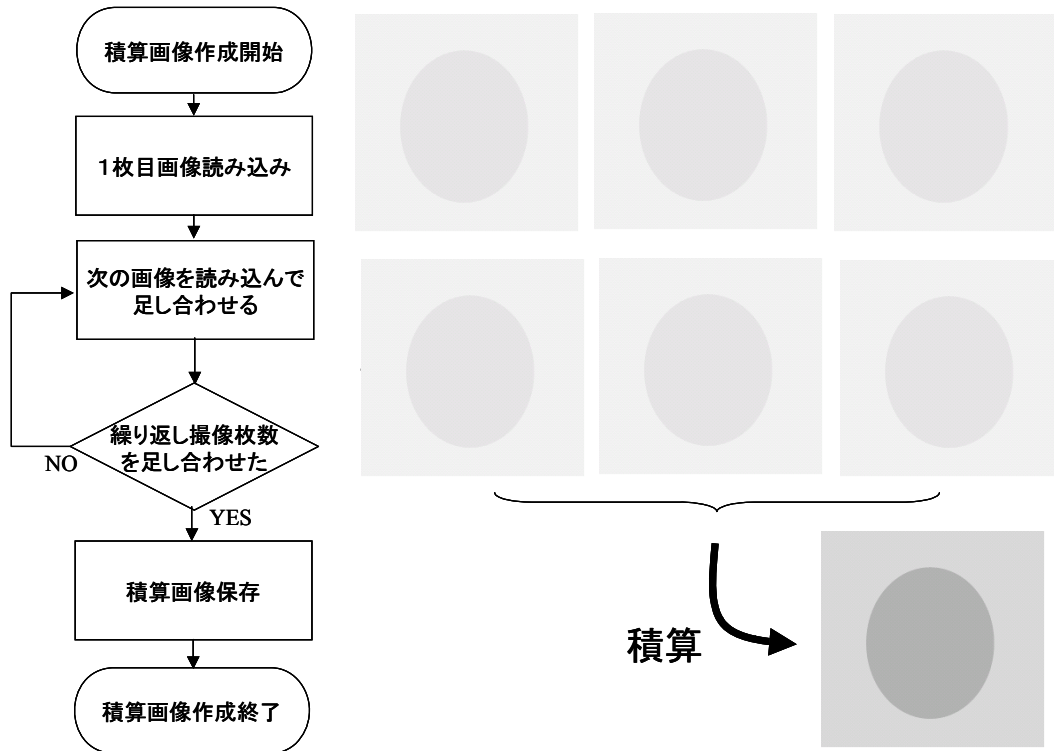


図 3.1-60 各撮像点で複数回繰り返して撮像した画像を足し合わせて積算画像を作成するプロセス。

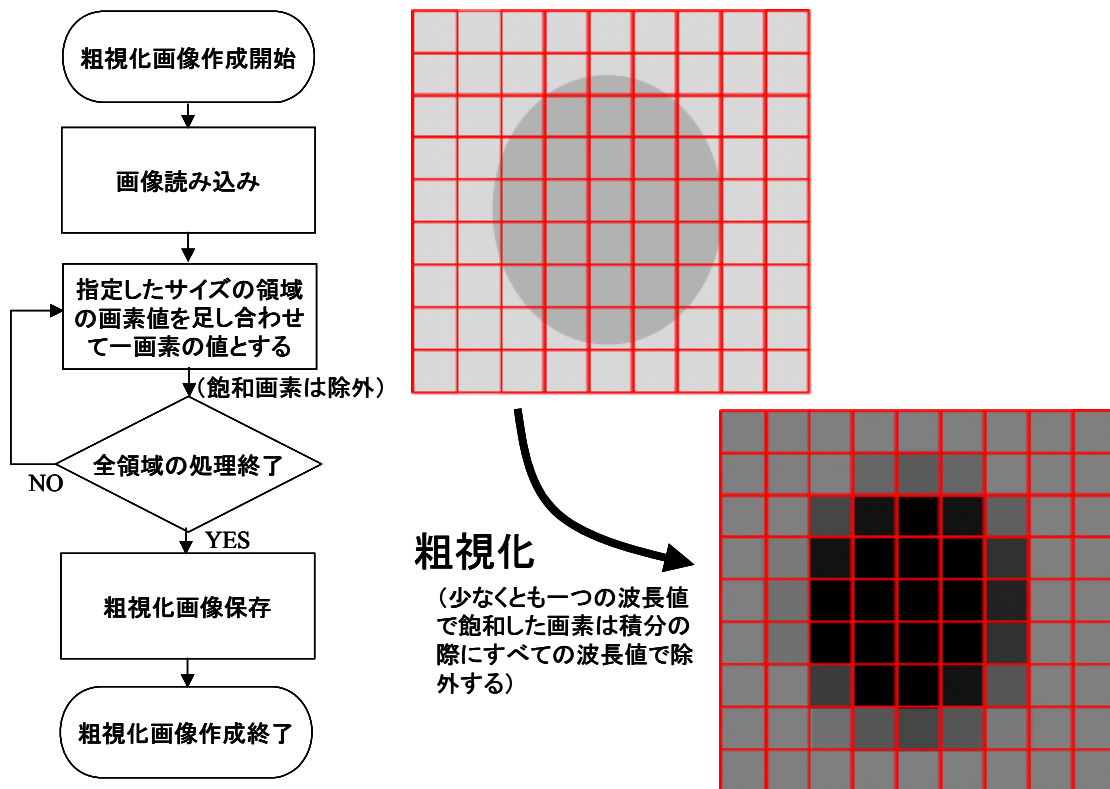


図 3.1-61 指定サイズの区画内の画素の画素値を積分して粗視化画像を作成するプロセス。

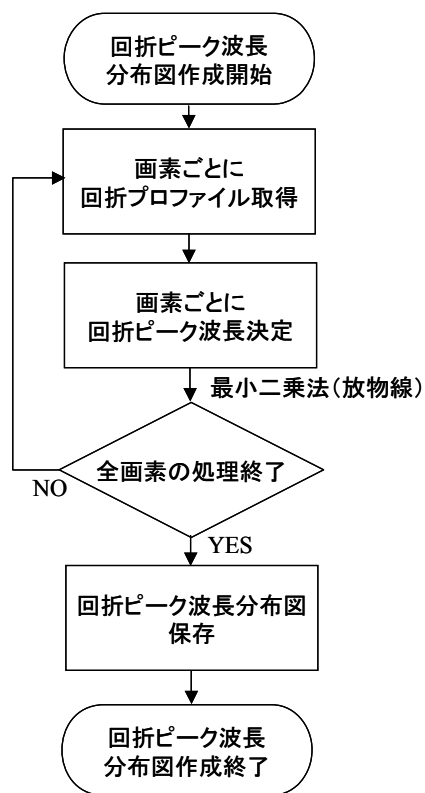


図 3-1.62 回折ピーク波長分布図を作成するプロセス。

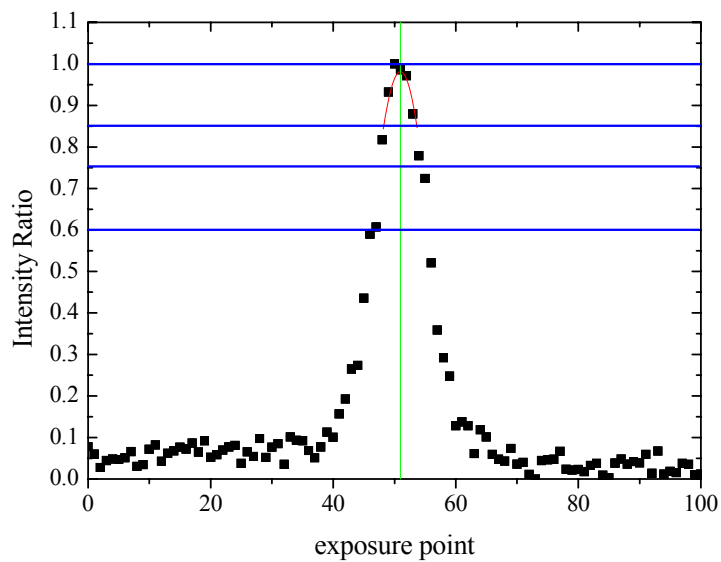


図 3-1.63 最小二乗法による放物線フィッティングの例。マークは画像データから読み取った X 線回折プロファイル。赤線は強度比 85% 範囲の 7 点 (0.85 以上の 5 点と前後 1 点ずつ) を用いて最小二乗法で放物線近似を行った結果の曲線。緑線は放物線近似により得られた回折ピーク位置。



図 3.1-64 応力分布図を作成するプロセス。

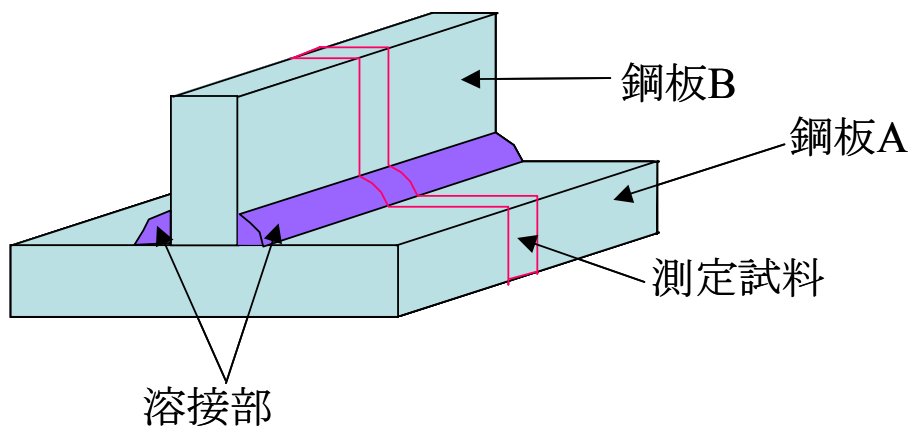


図 3.1-65 試料の概略図。中ほどを切り出してその断面を測定した。

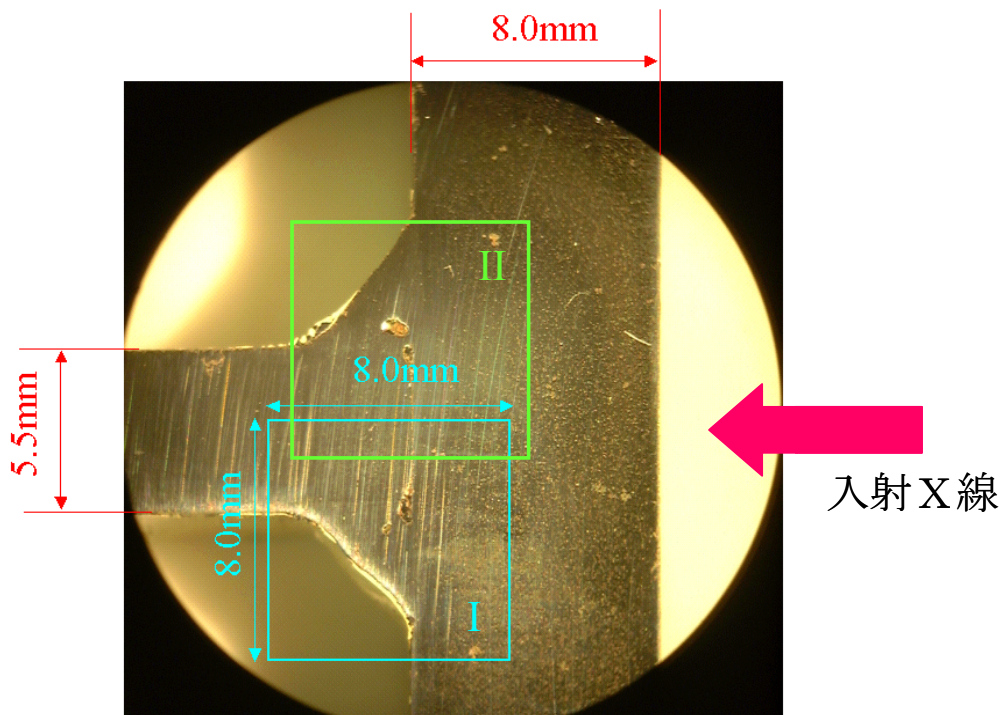


図 3.1-66 測定した試料の写真。図中の領域 I 及び II についてそれぞれ測定を行った。  
図の右側から単色 X 線を照射した。

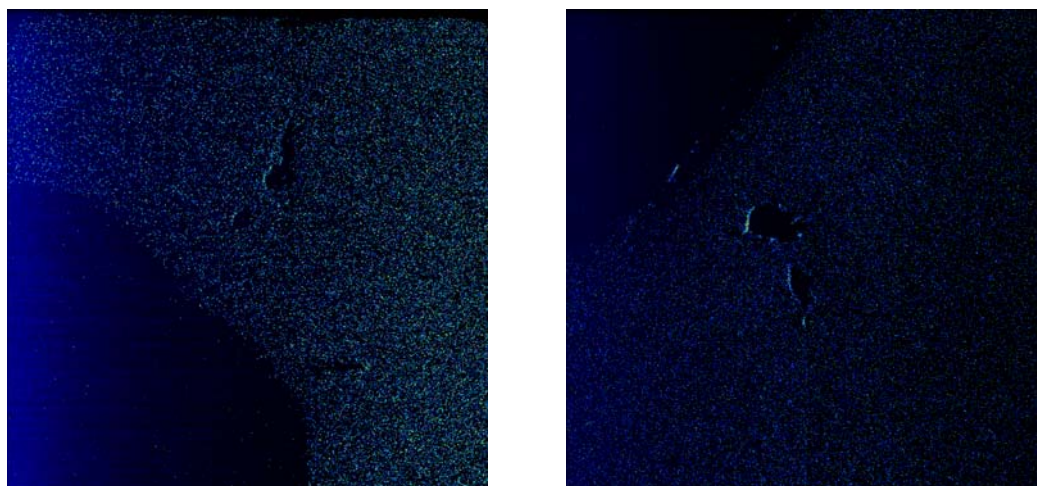


図 3.1-67 領域 I (左) と領域 II(右)の蛍光 X 線画像 ( $2\theta = 90$  度、入射 X 線エネルギー 7,400eV)。



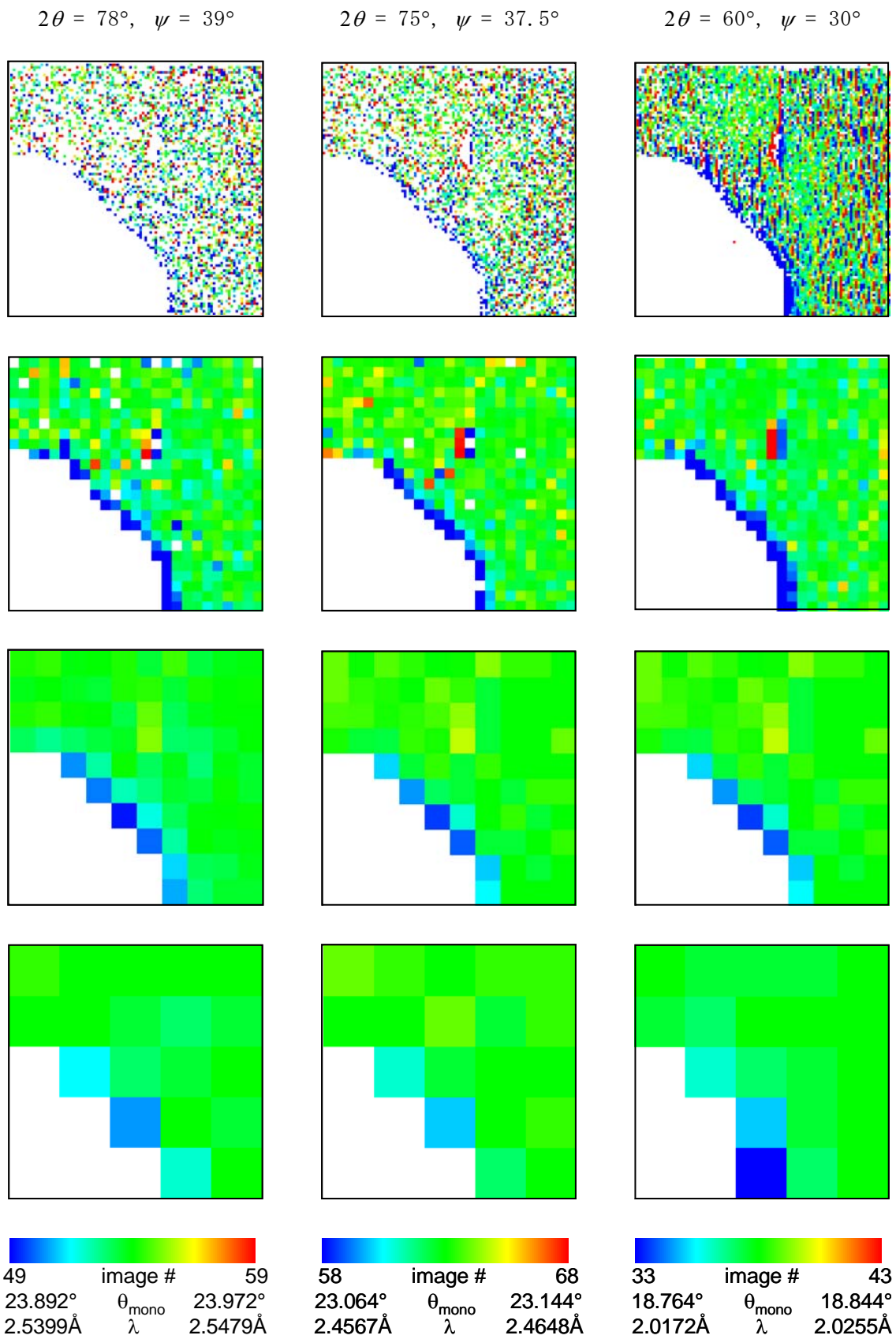


図 3.1-68 領域 I の (110) 反射の回折ピーク波長分布図。左から  $\psi=39, 37.5, 30$  度。上から  $10 \times 10, 40 \times 40, 100 \times 100, 200 \times 200$  を単位区画として粗視化した。

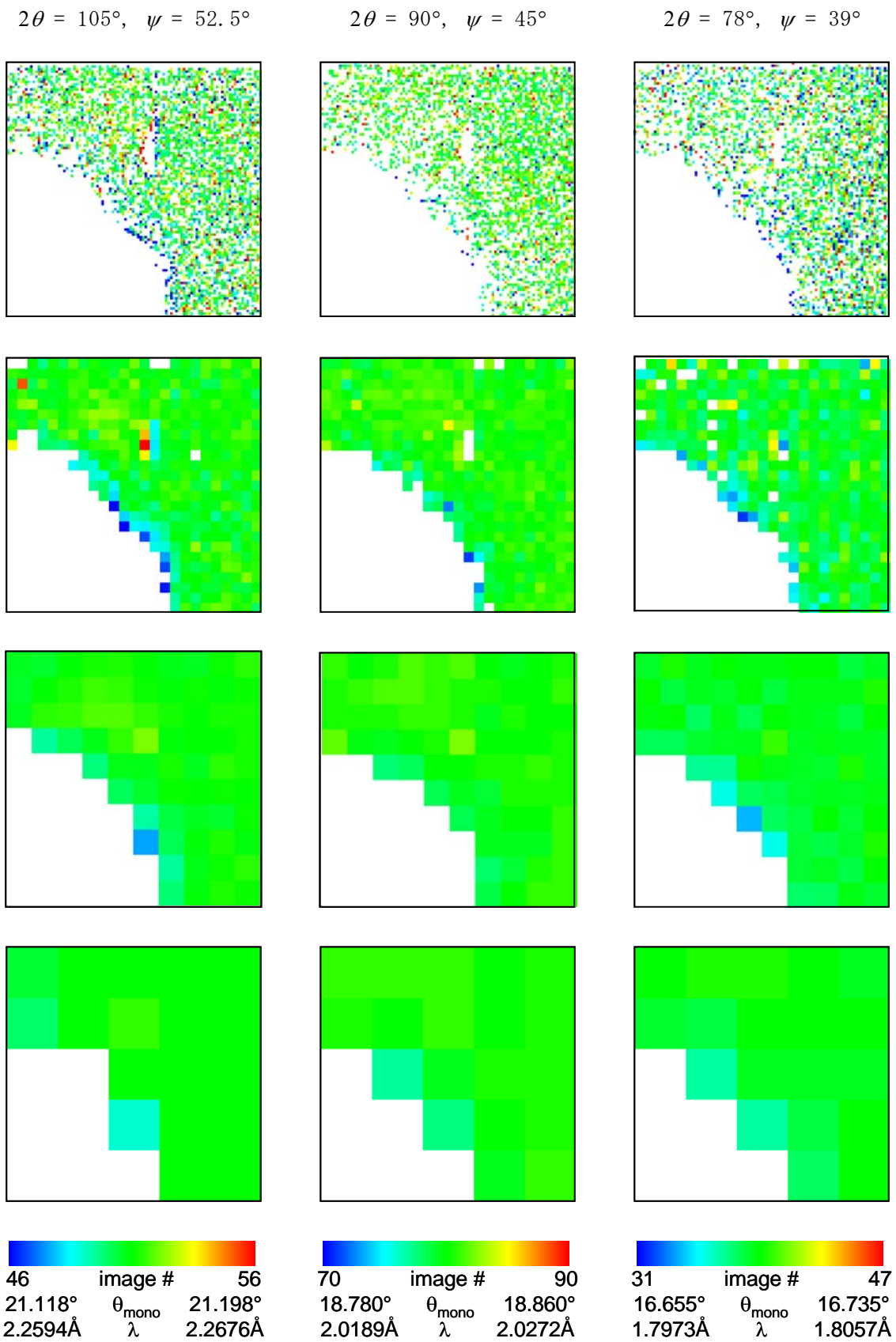
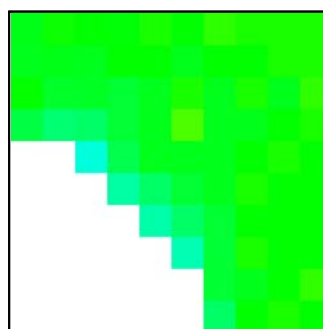
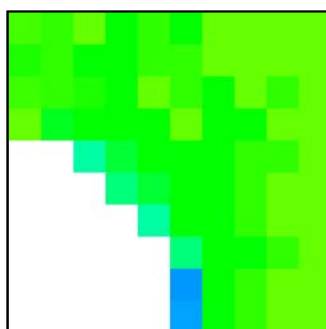
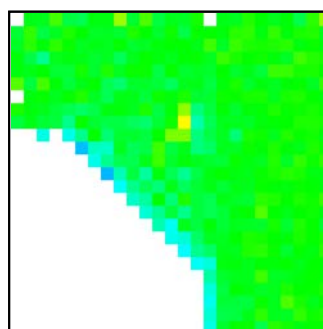
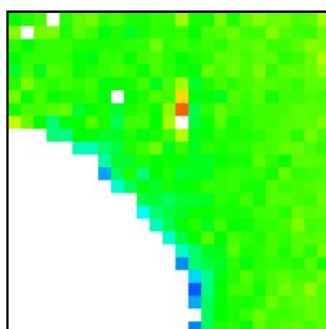
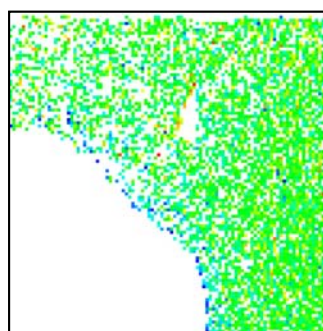
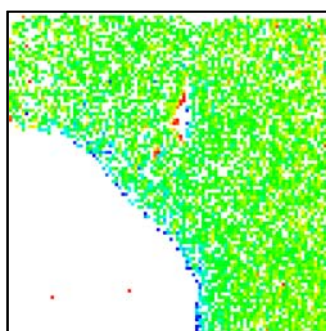


図 3.1-69 領域 I の (200) 反射の回折ピーク波長分布図。左から  $\psi=52.5$ 、45、39 度。上から  $10 \times 10$ 、 $40 \times 40$ 、 $100 \times 100$ 、 $200 \times 200$  を単位区画として粗視化した。

$2\theta = 120^\circ, \psi = 60^\circ$

$2\theta = 105^\circ, \psi = 52.5^\circ$



48 image # 58  
18.784°  $\theta_{\text{mono}}$  18.864°  
2.0193Å  $\lambda$  2.0276Å

54 image # 74  
17.116°  $\theta_{\text{mono}}$  17.196°  
1.8456Å  $\lambda$  1.8540Å

図 3.1-70 領域 I の(211)反射の回折ピーク波長分布図。左から $\psi=60$ 、 $52.5$ 度。上から $10 \times 10$ 、 $40 \times 40$ 、 $100 \times 100$ を単位区画として粗視化した。

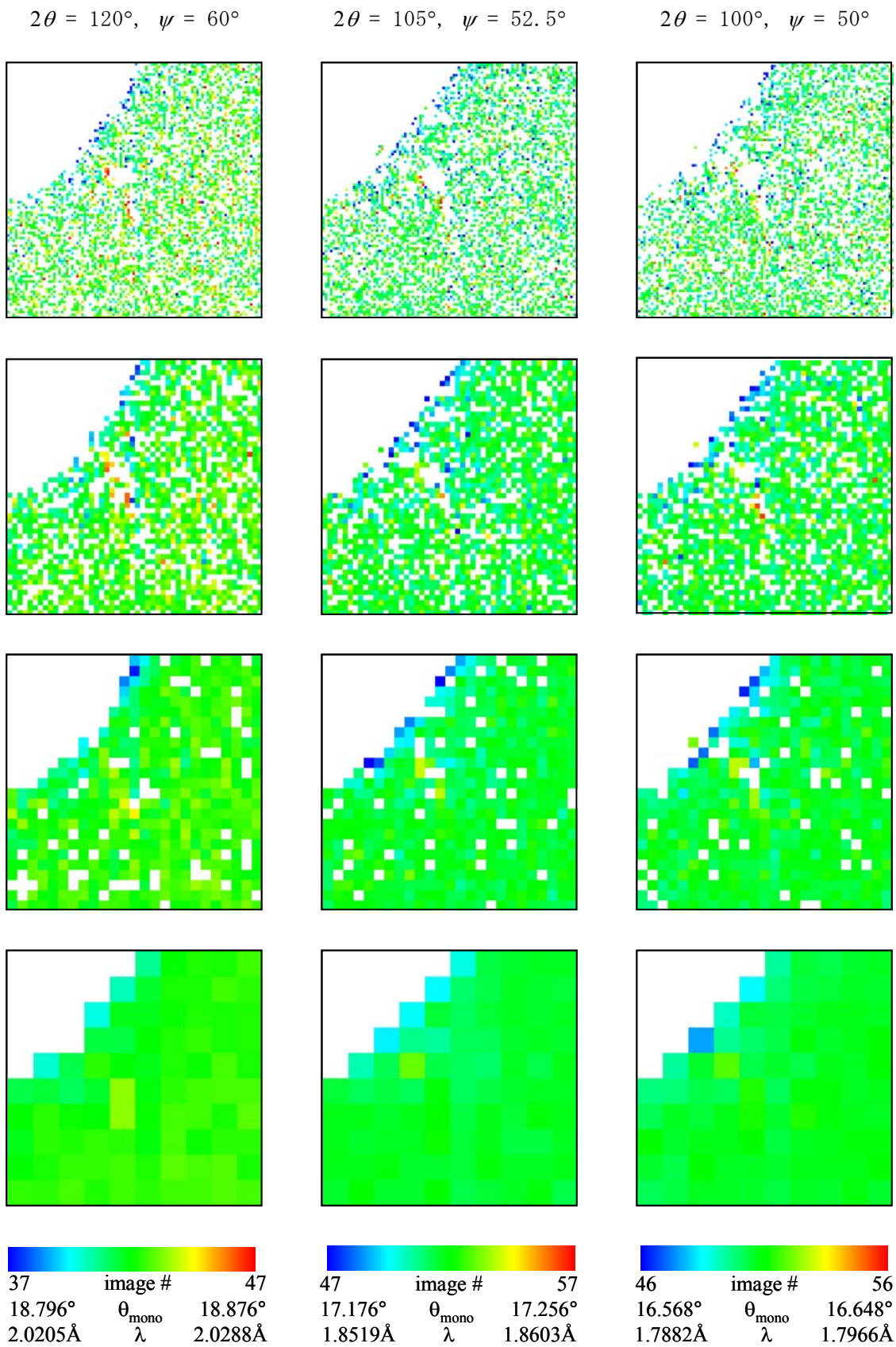


図 3.1-71 領域 II の (211) 反射の回折ピーク波長分布図。左から  $\psi=60$ 、 $52.5$ 、 $50$  度。上から  $10 \times 10$ 、 $20 \times 20$ 、 $40 \times 40$ 、 $100 \times 100$  を単位区画として粗視化した。



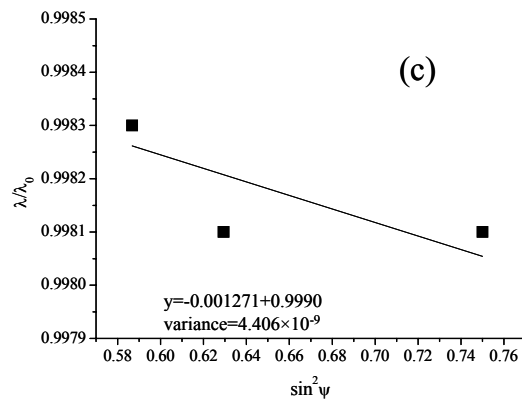
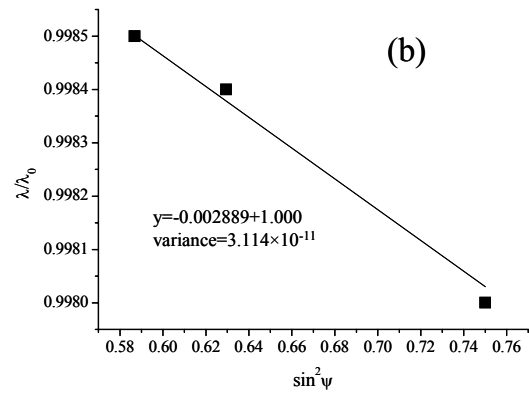
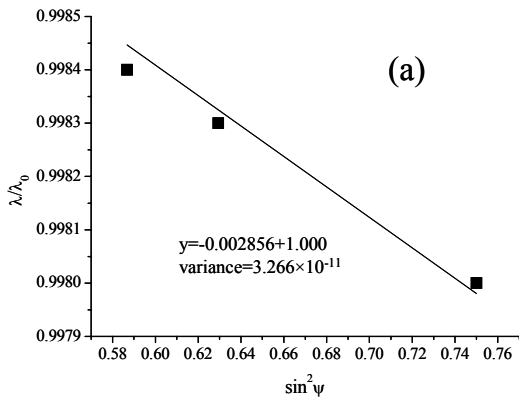
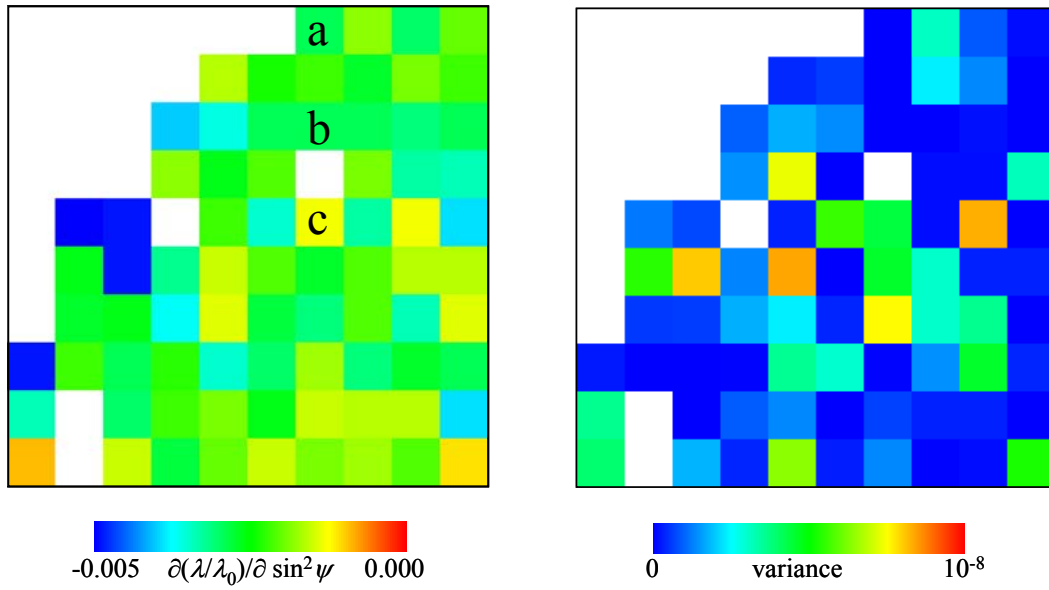


図 3.1-72 (左上) 領域 II の応力 ( $\partial(\lambda/\lambda_0)/\partial \sin^2 \psi$ ) 分布図。(右上) 最小二乗法の直線近似で  $\partial(\lambda/\lambda_0)/\partial \sin^2 \psi$  を決定する際の誤差分布図。(下) 応力分布図中のアルファベットを付した画素についての  $\lambda/\lambda_0$ - $\sin^2 \psi$  プロット。

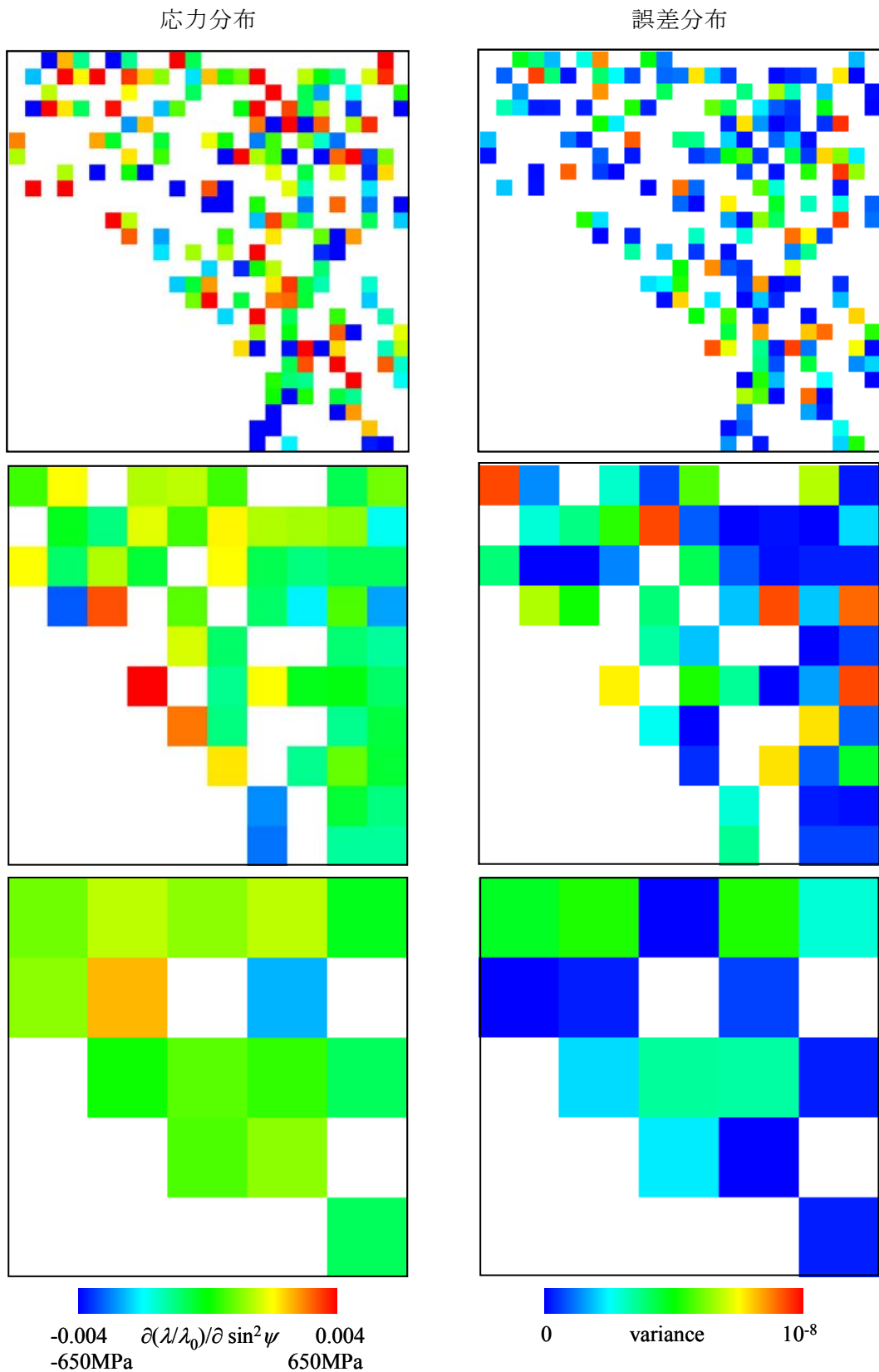


図 3.1-73 (左) 領域 I の(110)反射を測定したデータより求めた応力分布図。(右)  $\frac{\partial(\lambda/\lambda_0)}{\partial \sin^2 \psi}$  を算出する際の誤差分布図。上から  $40 \times 40$ 、 $100 \times 100$ 、 $200 \times 200$  を単位区画とした粗視化。白色の画素は応力値不明、もしくは誤差が  $10^{-8}$  より大きい。

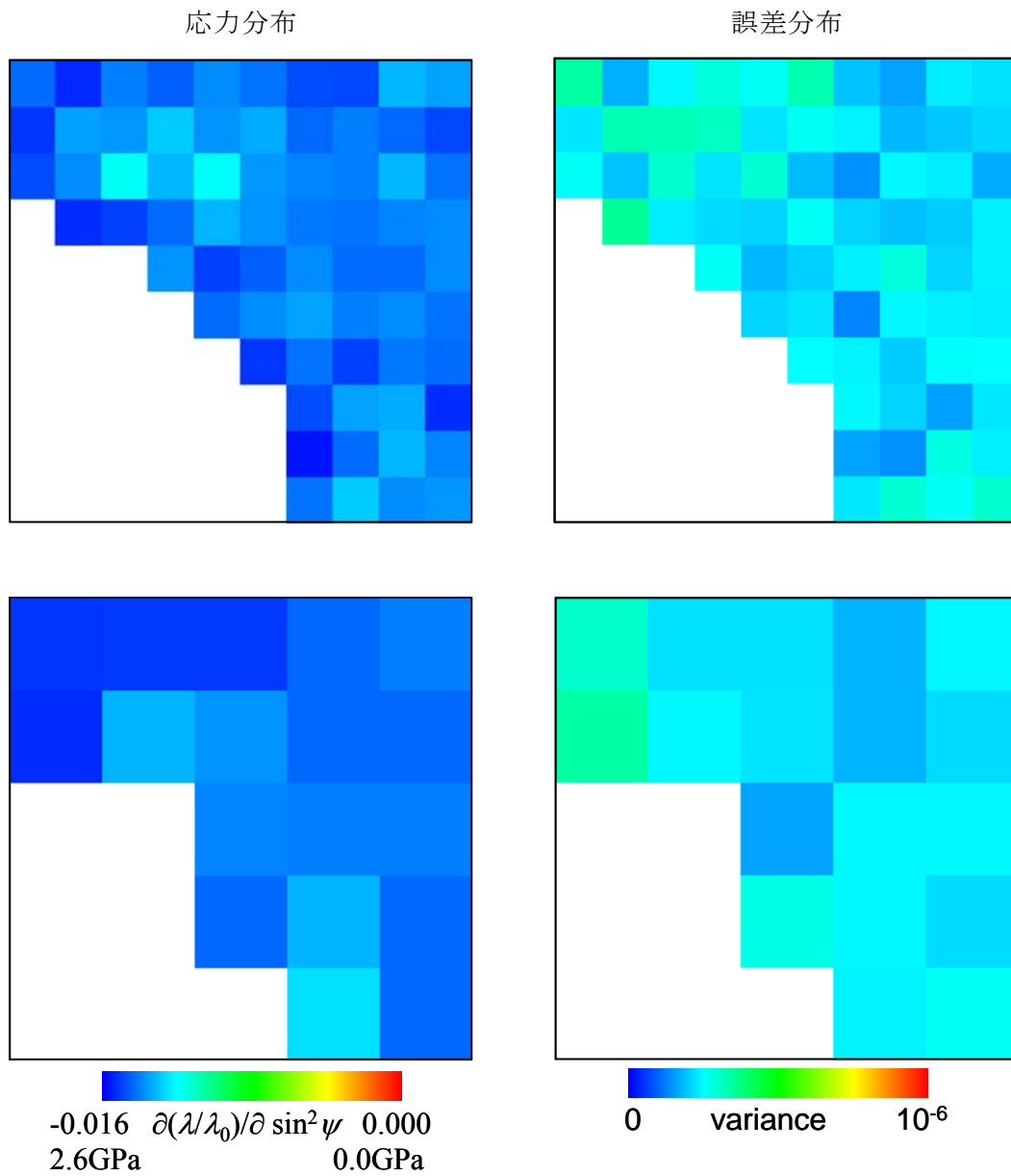


図 3.1-74 (左) 領域 I の (200) 反射を測定したデータより求めた応力分布図。(右) 最小二乗法の直線近似により  $\frac{\partial(\lambda/\lambda_0)}{\partial \sin^2 \psi}$  を算出する際の誤差分布図。上から  $100 \times 100$ 、 $200 \times 200$  を単位区画とした粗視化。白色の画素は応力値不明の画素。

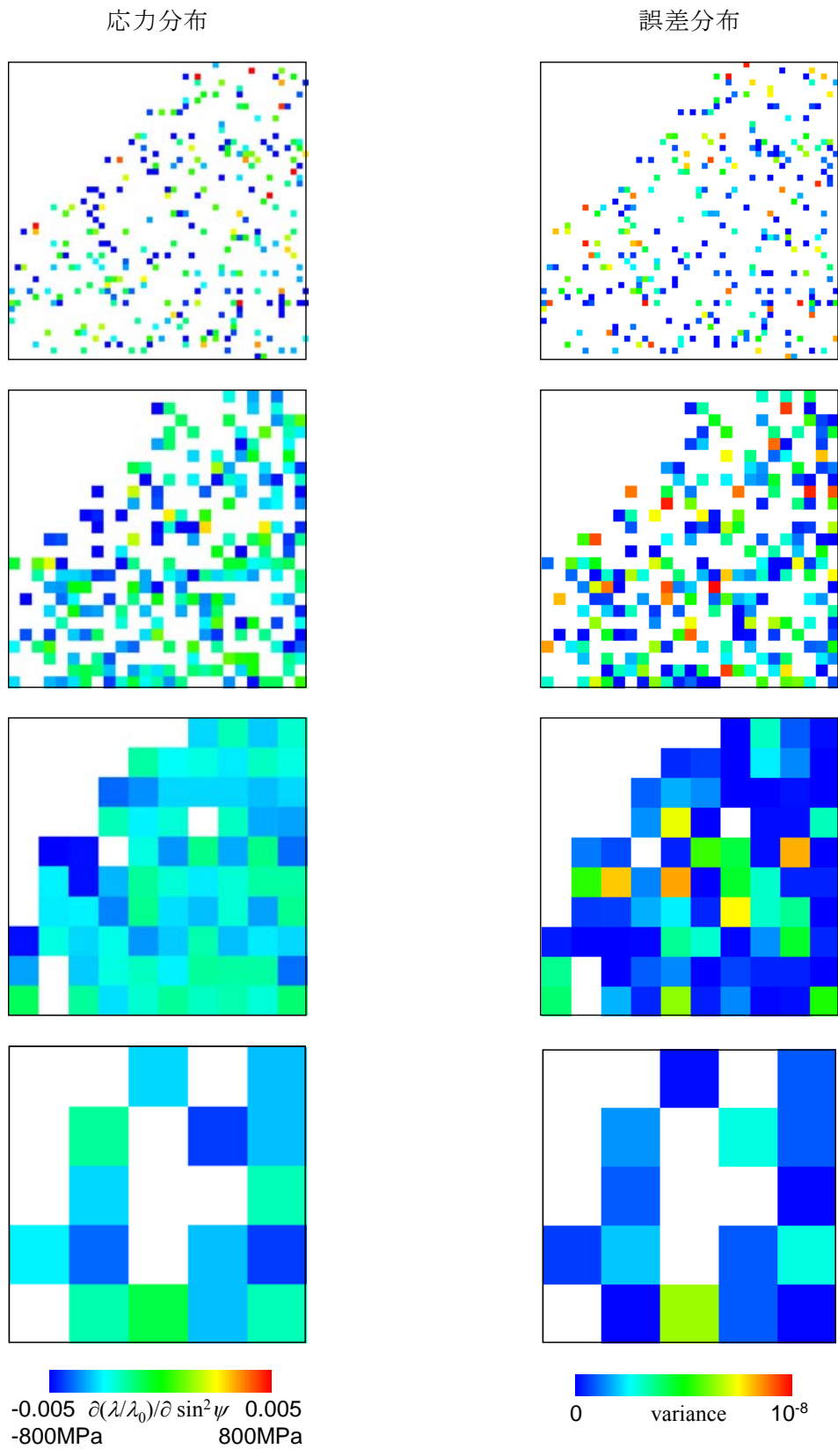


図 3.1-75 (左) 領域 II の (211) 反射を測定したデータより求めた応力分布図。(右)  $\partial(\lambda/\lambda_0)/\partial\sin^2\psi$  を算出する際の誤差分布図。上から  $20 \times 20$ 、 $40 \times 40$ 、 $100 \times 100$ 、 $200 \times 200$  を単位とした粗視化。白色の画素は応力値不明、もしくは誤差が  $10^{-8}$  より大きい画素。



### 3.1.7 その他

X線応力顕微鏡はまだ開発途上の新技術であり、当面の主な検討事項は、おのずからX線回折による構造解析とその応用に関する原理的または技術的な内容に集中しているのはやむを得ない。他方、将来、原子力施設等において、オンサイトで安全性に関わる検査・診断を行おうとするときには、機器を実際に効果的に動かすための周辺技術もきわめて重要である。例えば、ロボットによる検査・診断の支援はおそらく必要になるであろう。しかし、ここでは、工場で使用されている製品組み立て用の産業用ロボットがそのまま採用できるわけではない。何でもできる汎用のロボットというものは現時点では存在しないし、実質的に機能しないので、やはり、X線応力顕微鏡のシステムとの親和性が高い、専用にデザインされたロボットが必要である。

(独)物質・材料研究機構では、必ずしも原子力施設や産業プラント等ではない、ごく普通の小規模の事業所や研究室においても、計測・分析の分野へのロボット技術の導入は必要であると強く認識している。このため、数年前より、研究室において稼動するロボット群の開発を進めているところである。いずれも製品組み立て用の産業ロボットよりも圧倒的に小型であり、試料を搬送・交換し、あるいは検出器やX線源を、ゴニオメータやステージ等を使用することなく中空の絶対座標地点間を動かすのに用いることができる。図3.1-76は、研究室が保有する直進ロボット（ヤマハ製 FLIP-X Type T5）に CCD カメラを取り付け、移動しながら撮像を行い、取得した画像を無線ネットワークで転送しているものである。ここではテスト用に可視光用のカメラを取り付けているが、X線源とX線 CCD カメラのペアを取り付けることが可能である。レールやパイプのような一方向に長い構造物の検査は、ほとんどそのまま行うこともできるであろうし、図3.1-77に示す超小型アーム式ロボット（ダイナックス製 miniCRANE、1号機）と組み合わせると、複雑な形状を持つ対象であっても、任意の角度でX線をあて、任意の別の角度でX線像を撮像することができる。こうしたロボットシステムは、そのまま原子力施設等で使えるわけではないが、考え方の上で類似している点も多いように思われる。



図 3.1-76 直進ロボットとカメラシステムを組み合わせたテスト。ロボット上のカメラが移動しながら連続撮像を行い、無線でデータを転送する。



図 3.1-77 アーム式(垂直・多関節)ロボット。直進ロボットと組み合わせると、計測・分析へのさまざまな応用が有望になる。

### 3.2 平成17年度事業の実施内容をふまえたX線応力顕微鏡の今後の展開

新しい技術であるX線応力顕微鏡に関し、平成17年度は次の点において大きく前進した。

第1は、コンパクトな可搬型マイクロフォーカスX線管を採用したX線応力顕微鏡の装置・システムを製作し完成させ、白色X線による回折データの取得が確認できるまでに至ったことである。(独)物質・材料研究機構において開発されたX線回折顕微鏡の技術は、シンクロトロン放射光施設のビームラインにおける測定を暗黙のうちに念頭に置き、実際、かなりの頻度でビームラインに出向いて実験を行っていた。しかし、いかにシンクロトロン放射光が優れた特性を持ち、チューナブルな単色X線が利用できる点が魅力的であったとしても、将来、原子力施設等、社会インフラの安全性をオンサイトで診断するためには、X線源も含めた装置を現場のすぐ近くに持ってゆくことができなくてはならない。

第2は、同じ条件で作製した溶接材を用い、ひずみゲージ法とX線応力測定の結果を比較し、また研磨の影響等にも注意を払い、定量評価に関する検討を行ったことである。X線応力顕微鏡は、まったく新しい技術であり、実際に応用する際の諸問題についてはまだまだ細部まで把握されていない状況であるが、幸いなことに、顕微鏡的ではない従来技術であるX線応力法はよく成熟した技術であり、これとの対応関係はよく成立している。しかし、X線応力法は、非破壊的手法である利点の反面、間接的・限定的な情報にとどまる弱点もある。そのため、破壊的手法であるが、直接的な情報を得ることのできるひずみゲージ法と比較することは重要である。X線応力法をどのように用いるのがよいか、X線応力顕微鏡のように画像化された情報を取得する場合に、どのような点に着目して定量評価を行うべきであるか等の検討はきわめて重要である。

第3は、きわめて多くの高画質・大容量の画像群を扱う画像処理を効率的に行う新しい専用ソフトウェアを開発し完成させたことである。X線応力顕微鏡に依る画像の取得自体は、きわめて容易に、自動的かつ連続的に、いくらでも大量に取得し続けることができる。問題は、その画像から、どのような情報を引き出すかという点にあるが、あまりにも多くの画像を扱わなくてはならず、またX線応力顕微鏡という新技術に関するものであることから、既製のソフトウェアは存在しない。平成16年度までは(独)物質・材料研究機構において一般的な回折X線像の検討に使用していたマクロプログラムを流用するにとどまっていたが、今回、X線応力顕微鏡用に、独立した専用のソフトウェアを完成させ、きわめて効率的に、迅速に解析を行うことができるようになった。

他方、これらの検討を通して、課題も明らかになってきた。まず、X線応力測定に通常用いられるX線エネルギー（波長）領域では、鉄鋼材料等に対する侵入深さは数 $\mu\text{m}$ ～10数 $\mu\text{m}$ であり、特に、X線応力顕微鏡のように1～3度の低角入射配置を採用する場合、実効的な分析深さは高々1 $\mu\text{m}$ 前後にとどまる。これに対し、1.2.1で紹介した最近のESRFやSPring-8における研究事例は、従来よりも高いエネルギー（短波長）のX線を使うことにより、もっと内部の残留応力を解析しようとしているものである。このような高いエネルギー（短波長）のX線の利用は、疑いなく将来の1つの重要な方向であろう。他方、表面敏感であることを生かし、表面硬化層の残留応力モニターを行うのも有望ではないか。この場合は、そのモニターをどう安全性診断につなげるか、という道筋を明らかにする必要がある。

次に、測定に際しての研磨等の前処理の問題である。原子力施設等、社会インフラの安全性をオンサイトで診断する際のことを考えると、研磨等をしなくてもよい技術であることが強く望まれる。表面の凹凸により $\psi$ 角設定および $2\theta$ の角度変化検出の精度が犠牲になるが、X線応力顕微鏡には、点の分析ではなく、分布の分析を行っているという有利な特徴がある（3.1.5で検討したように、溶接材の引っ張り応力を圧縮側に大幅にオフセットがかかった形で観察している場合でも、点での解釈には困るが、分布をとれば傾向が明瞭になることはその好例である）。更には、残留応力の絶対値を計測すること自体よりも、安全上疑義のある地点を発見し特定する作業を支援することに重点を置くのであれば、必ずしも $\sin^2\psi$ プロット等を用いる伝統的なデータ解析手法に拘泥しない観点もありうるように思われる。

平成18年度は、上記の点を念頭に置き、ハードウェアの検討の面では、既に完成させたコンパクトな可搬型マイクロフォーカスX線管を採用したX線応力顕微鏡の装置・システムを用い、特に、固定波長の単色X線に重点を置いて、応力分布の測定を実施して詳細な検証を行うほか、検査・診断法等に関わるソフトウェア面での検討を継続し、ガイドラインを提示する。

3.3 原子力施設等においてX線応力顕微鏡による検査・診断を行うためのガイドラインについて

新しい技術であるX線応力顕微鏡を検査・診断に応用するためには、手順や方法を明確にし、また注意事項を具体的に示して、機器の開発に携わった関係者以外の誰が使用しても同じ結果を得ることができるようにする必要がある。そのためのガイドラインを平成18年度末に提示する予定である。表3.3-1に現在想定している主な項目を掲げる。もちろん、必要に応じ、拡充してゆくつもりである。

表 3.3-1 X線応力顕微鏡による検査・診断を行うためのガイドラインの項目(予定)

1. 装置	装置の構成	X線源 カメラ 角度調整機構（ゴニオメータ等） 観察視野の調整機構 その他の機構
	付属装置	可視光カメラによる観察視野および測定対象全体のモニタリング 有線および無線による画像データ転送 遠隔操作
	付加機能	蛍光X線法による化学組成イメージング
2. 測定準備	測定対象に関する準備	測定対象タイプの検討（取り外し可能かどうか等） 測定対象の形状や周辺状況の検討（突起等の障害物はないか等） 観察視野の指定 観察視野の材質、化学組成、構造等の情報 回折プロファイルおよび主要な回折線（格子面間隔）の事前調査
	装置に関する準備	光軸調整 角度較正 カメラの真空引きおよび冷却 ダーク画像の取得と評価 観察視野への照射条件の最適化

3. 測定方法	測定モードの選定	エネルギー走査（角度固定） 2 $\theta$ 走査（X線エネルギー固定） $\psi$ 角選定
	回折X線像（強度像）の取得	結晶粒サイズ 異相の検出 ひずみ分布 応力分布 介在物の検出 配向、組織
4. 測定条件	装置の設定および使用条件	ビームサイズ（スリットの寸法） X線エネルギー（波長）の選定 2 $\theta$ 角度の設定 撮像時間の設定 走査速度
	幾何学的配置	入射角 2 $\theta$ 角 $\psi$ 角 測定対象表面からカメラまでの距離の最適化
5. 画像処理	ひずみ分布像（ピークシフト）	ピークシフト量の評価（シフトの定義、分解能など） 格子面間隔の変化に変換
	応力分布像	$\sin^2\psi$ 法 その他の方法
6. 定量評価		絶対値の吟味（引っ張りか、圧縮か、どの程度の大きさか） 統計精度 応力集中部の検出 異常なひずみの存在位置検出
7. 診断	診断の指標	傷、きれつ等の外観 応力の正負、大きさ 応力分布のパターン ひずみの大きさ ひずみ分布のパターン 組織の変化 介在物、不純物

	標準データの使用	X線応力定数 X線回折パターン (ICDD) 機械的特性
8. 応用事例	溶接材	平板の溶接 パイプ レーザ溶接 異種材料の継手
	その他	表面改質層の劣化部分検出 酸化物層などの検出
9. 検査・診断 結果の整理	危険個所のリスト	ひずみ・応力マッピング 注意報、警報
	データベース化	状況 (4W1H) 操業条件 (温度管理等)、特記事項 現場配置図面 観察視野 他の検査結果 要するに何がわかったかという1行コメント
10. 装置の点検		性能確認 定期保守
11. 安全管理		遮蔽 (被曝の防止)
12. 注意すべき 事項		分析深さ 外形 (凹凸、端部など) の影響 蛍光X線、散乱X線の影響 顕著な優先方位を示す測定対象 大量の画像データを扱うことに伴う困難 (データの保管、閲覧)

#### 4. まとめ

本報告書では、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。

原子力分野を含む多くの構造材料において、性能の優れた材料の開発に加え、フェイル・セーフ機構としての安全性の検査・診断技術を確立することは、科学技術的のみならず、社会的な意味がきわめて大きい。最先端のX線技術を用いることは、非破壊的に材料の残留応力を知ることができ、大変有望と考えられる。X線回折法を用いて広い測定視野全体の平均の応力を計測できることはよく知られているが、これを顕微鏡化し、応力の分布画像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。(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X線顕微鏡の技術によれば、これまでのように、X線を小さく絞って照射領域を制限し試料をXY走査する必要がなくなり、きわめて迅速な画像化が可能である(表4-1)。本事業では、X線応力顕微鏡の試作開発と安全性の検査・診断技術の検討を行っている。

シンクロトロン放射光を用いるX線応力顕微鏡の試作開発が順調であったことを受け、平成17年度は、実用的な見地からコンパクトな可搬型X線管を採用したハードウェアの検討を行うとともに(表4-2)、ひずみゲージ法により得られる応力値との差異や研磨の影響等について、多くの実験データを取得して定量的な検討を行った。さらに、非常に多量の画像群を効率的に扱うX線顕微鏡専用の新しい画像処理ソフトウェアを開発し、きわめて効率的かつ迅速に解析を行えるようにした。すなわち、新しいX線顕微鏡技術を検査・診断技術として発展させることを意図し、そのために必要な事項の検討を網羅的に実施してきた。

新しいX線顕微鏡技術の最大の利点は、なんと言っても桁違いの迅速性にある。他方、どのような優れた技術にも必ず弱点や制約要因や、さまざまな注意事項が存在する。平成18年度は、可搬型X線顕微鏡による詳細な検証や検査・診断法等に関わる検討を継続し、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。



表 4-1 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 (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)	20～100 $\mu$ m
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 $\psi$ 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（ $2\theta$ 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。 $2\theta$ 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 $\psi$ 角を変化させる）。 $2\theta$ 走査は行わない。
ピーク位置変化の求め方	$2\theta$ 走査	入射 X 線のエネルギー走査
応力決定の方法	$2\theta$ - $\sin^2\psi$ プロットの傾き	$\lambda/\lambda_0$ - $\sin^2\psi$ プロットの傾き
X Y 走査	分布測定をしたいときは試料の X Y 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。  $\psi$ 角の点数ぶんだけ繰り返すと全部で 7～35 分。

表 4-2 X線応力顕微鏡の特徴（X線源による違い）

	シンクロトロン放射光		X線管	
	チューナブルな単色X線 (平成16年度検討)	白色X線 (平成17年度検討)	固定波長単色X線 (平成18年度予定)	
XY走査	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。			
検出器	高速 CCD カメラ (512×512~1000×1000 画素)			
使用するX線のエネルギー (波長)	チューナブルな単色X線 (4.5~12keV)	X線管の制動放射スペクトル。これまでに放射光で取得したデータにあわせ、4~10 keVを想定するが、管電圧を上げて60keVくらいまで容易に利用可能。		平成18年度検討
撮像モード	蓄積	単一光子計数 (蓄積しない)		
エネルギー分解能	ビームラインのモノクロメータで決まる。通常は10の-4乗~-3乗オーダー。	CCDの半導体素子で決まる。通常は10の-2乗オーダー。		
入射X線と試料のなす角	1~3度に固定 (いわゆる薄膜配置と同じ)			
分析深さ	使用するX線エネルギー (波長) により決まる。図 3.1-22 参照			
検出器の配置(2θ角)	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。			平成18年度検討
回折ピーク位置変化の求め方	入射X線のエネルギー走査  ただし、2θ走査で微小ひずみに対する感度を上げることも可能。	何もしなくてもよい。ただし、2θ走査で微小ひずみに対する感度を上げることも可能。		

<p>測定時間に関わる要因</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 選んだ <math>\psi</math> 角の点数 (例えば 3~5 点)</li> <li>・ 入射 X 線エネルギー走査の点数 (例えば 50~100 点)</li> <li>・ 1 点あたりの撮像時間 (1 秒×3 回等)</li> </ul> <p>この例ではトータルで 25 分。</p> <p>2<math>\theta</math> 走査に切り替えても時間はたいして変わらない</p>	<p>選んだ <math>\psi</math> 角の点数 (例えば 3~5 点)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・ 1 画像を得るのに撮像・読み出しを繰り返す時間 (0.1 秒×4096 回等)</li> </ul> <p>この例ではトータルで 34 分だが、強度が弱いとこれではすまない。また、大きなひずみの変化の検出にとどまるので、2<math>\theta</math> 走査に切り替えるとトータルの時間は例えば 100 倍以上に膨れ上がる。</p>	<p>平成 18 年度検討</p>
-------------------	---	---	-------------------

## 引用(参考)文献

- 1) R. W. Staehle: *Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking : proceedings of conference September 11-15, 1967, The Ohio State University Department of Metallurgical Engineering*, R. W. Staehle, A. J. Forty, D. van Rooyen (eds.), NACE, Houston (1969) p. 7; 腐食防食協会編: *腐食・防食ハンドブック*, 丸善, 東京 (2000); *金属 (特集 より高い信頼性を求めた原子炉材料の最近の研究動向)*, **73**(8), 721-759 (2003) .
- 2) W. -Y. Chu, R. -T. Ma, C. -M. Hsiao: *Scripta Met.*, **18**(6), 579-582 (1984).
- 3) M. E. Hilley, J. A. Larson, C. F. Jatzczak, R. E. Ricklefs (eds.): *Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction* (SAE Information Report J 784a), the Society of Automotive Engineers, Inc., Warrendale (1971).
- 4) 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).
- 5) I. C. Noyan, J. B. Cohen: *Residual Stress - Measurement by Diffraction and Interpretation*, Springer-Verlag, New York (1987).
- 6) 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).
- 7) V. Hauk: *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, Elsevier, Amsterdam (1997).
- 8) A. N. Fitch: *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, **109**(1), 133-142 (2004).
- 9) C. S. Montross, T. Wei, L. Ye, G. Clark, Y. -W. Mai: *Int. J. Fatigue*, **24**(10) 1021-1036 (2002); 宮野廣, 佐々木則夫, 須藤亮: *東芝レビュー*, **55**(10), 34-36 (2000).
- 10) 加藤亨, 橋本弘治, 定池幹夫, 松尾光恭, 北川茂: *材料*, **25**(268), 33-37 (1976).
- 11) 吉岡靖夫: *材料*, **23**(244), 15-20 (1974).
- 12) 秋田貢一, 吉岡靖夫, 佐野雄二, 小川和夫, 久保達也, 小畑稔, 田中寛大: *材料*, **54**(7), 710-716 (2005).

- 13) S.Takago, T.Sasaki, K.Akita, Y.Yoshioka, Y.Hirose: *Adv. in X-ray Anal.*, **44**, 215-221 (2001).
- 14) W. I. F. David, K. Shankland, L. B. McCusker, Ch. Baerlocher eds.: *Structure Determination from Powder Diffraction Data* (International Union of Crystallography Monographs on Crystallography, 13.), Oxford University Press, Oxford (2002).
- 15) Y.Chikaura, Y.Yoneda, G.Hildebrandt: *J. Appl. Cryst.*, **15**(1), 48-54 (1982).
- 16) 桜井健次: *応用物理*, **73**(6), 754-758 (2004).
- 17) T.Wroblewski, S.Geier, R.Hessmer, M.Schreck, B.Rauschenbach: *Rev. Sci. Instrum.*, **66**(6), 3560-3562 (1995).
- 18) T.Wroblewski: *Synchrotron Rad. News*, **9**(2), 14 (1996).
- 19) 桜井健次: *平成16年度原子力安全基盤調査研究報告書*.
- 20) Ch.Genzel, C.Stock, W.Reimers: *Mater. Sci. Eng. A*, **372**(1-2), 28-43 (2004).
- 21) 細川好則, 大澤澄人, 大谷清兵衛, 阪野明, 三好良夫: *材料*, **43**(490), 766-771 (1994).
- 22) W. S. Boyle, G. E. Smith: *Bell Syst. Tech. J.*, **49**(4), 587-593 (1970); W. S. Boyle, G. E. Smith: *IEEE Spectrum* **8**(7), 18-27 (1971).
- 23) 西村博明: *プラズマ・核融合学会誌*, **76**(12), 1259-1264 (2000).
- 24) K.Sakurai, N.Osaka, H.Sakurai, H.Izawa: *Adv. in X-Ray Anal.*, **39**, 149-153 (1997).
- 25) 渡辺理: *ひずみゲージとその応用 [改訂版]*, 日刊工業新聞社, 東京 (1977).
- 26) 溶接学会編: *溶接工学の基礎*, 丸善, 東京 (1982).

## 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 2005G-535）。同施設の澤博教授、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。