

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-15468

(P2017-15468A)

(43) 公開日 平成29年1月19日(2017.1.19)

(51) Int.Cl.
G01N 23/207 (2006.01)

F I
G O I N 23/207

テーマコード(参考)
2 G O O 1

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2015-130466 (P2015-130466)
(22) 出願日 平成27年6月29日 (2015. 6. 29)

(71) 出願人 504160781
国立大学法人金沢大学
石川県金沢市角間町ヌ7番地
(74) 代理人 100114074
弁理士 大谷 嘉一
(72) 発明者 佐々木 敏彦
石川県金沢市角間町ヌ7番地 国立大学法人金沢大学内
Fターム(参考) 2G001 AA01 BA18 CA01 DA09 GA01 JA01

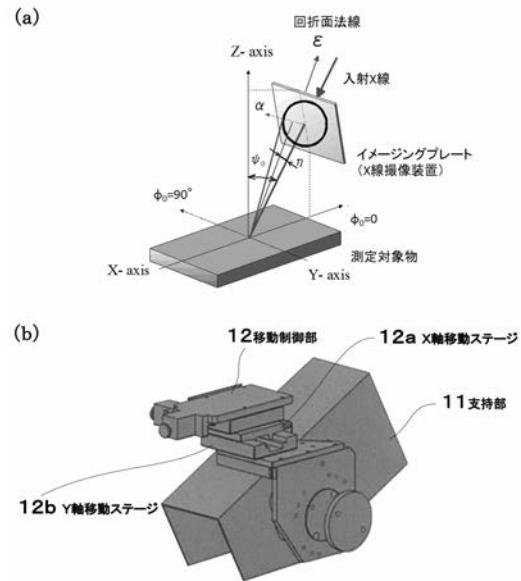
(54) 【発明の名称】 X線回折装置

(57) 【要約】

【課題】回折X線により発生する回折環の均一化に有効なX線回折装置の提供を目的とする。

【解決手段】測定対象物にX線を照射して当該測定対象物で回折した回折X線により発生する回折環の画像を撮像するためのX線回折装置であって、前記X線照射部と、回折環画像の撮像部とが支持された支持部を備え、前記支持部は、移動制御手段を有し、前記X線の照射点を所定の範囲移動させつつ、前記回折環画像を累積的に撮像可能になっていることを特徴とする。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

測定対象物に X 線を照射して当該測定対象物で回折した回折 X 線により発生する回折環の画像を撮像するための X 線回折装置であって、
前記 X 線照射部と、回折環画像の撮像部とが支持された支持部を備え、
前記支持部は、移動制御手段を有し、前記 X 線の照射点を所定の範囲移動させつつ、前記回折環画像を累積的に撮像可能になっていることを特徴とする X 線回折装置。

【請求項 2】

前記支持部は、前記測定対象物の X 線照射面の曲率及び凹凸形状等による変位を補正するためのレーザー変位計等の補正制御手段を有することを特徴とする請求項 1 記載の X 線回折装置。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、測定対象物に X 線を照射して得られる回折 X 線による回折環の画像を撮像するための X 線回折装置に関する。

【背景技術】

【0002】

これまでに提案されている X 線回折装置としては、特許文献 1 に試料を揺動させる技術を開示し、特許文献 2 に X 線管と X 線検出器とを二軸揺動させる技術を開示する。

20

しかし、特許文献 1 の方法では試料の大きさが小さい場合に限られ、特許文献 2 による方法は \sin^2 法を前提にしており、制御機構が複雑になり実用的ではない。

なお、本出願に係る発明者は他の発明者と共同して鉄道用レールを測定対象とした X 線回折装置をこれまでに特許文献 3 として提案しているが、本発明は回折環の撮像精度の向上を図ったものである。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特開 2013 - 88113 号公報

【特許文献 2】特公平 6 - 54265 号公報

30

【特許文献 3】特開 2005 - 241308 号（特許第 4276106 号）公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明は、回折 X 線により発生する回折環の均一化に有効な X 線回折装置の提供を目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明は、測定対象物に X 線を照射して当該測定対象物で回折した回折 X 線により発生する回折環の画像を撮像するための X 線回折装置であって、前記 X 線照射部と、回折環画像の撮像部とが支持された支持部を備え、前記支持部は、移動制御手段を有し、前記 X 線の照射点を所定の範囲移動させつつ、前記回折環画像を累積的に撮像可能になっていることを特徴とする。

40

【0006】

ここで回折環とは、図 1 (a) に模式図を示すように測定対象物の測定面に向けて X 線照射部から X 線を照射すると、測定対象物の表面付近の結晶内に存在する結晶格子で、Bragg の法則に基づいて回折された回折 X 線によりデバイ環（デバイーシェラー環）と称される二次元的な回折環が現れる。

この回折環を後述するイメージングプレートを用いた IP カメラや CCD センサー、CMOS センサー、SOI 検出器等の X 線撮像装置にて撮像する。

50

従来は1ポイントの照射点から得られる回折環を撮像していたが、得られる回折環のリング画像データが不均一になる場合もあった。

そこで詳細は後述するが、本発明は図1(b)に示すようにX線照射部と撮像部とを備えた支持部を移動制御部でX軸方向及びY軸方向に移動制御可能にしたものである。

なお、Z軸方向にも移動制御可能にしてもよい。

この際にX線の照射点の位置以外の光学系条件は一定に保ったまま、この照射点を移動させることで回折X線を累積的に蓄積、均一の回折環が得られる。

【0007】

また、本発明において、支持部は、前記測定対象物のX線照射面の曲率及び凹凸形状等による変位を補正するためのレーザー変位計等の補正制御手段を有してもよい。

10

【発明の効果】

【0008】

本発明に係るX線回折装置は、X線の照射点以外の光学系条件を一定に保ったまま、このX線の照射点を測定面の所定の面積範囲を移動させつつ、回折X線を蓄積させ撮像したので回折環が均一になり、材料特性の測定精度が向上する。

本発明に係るX線回折装置は、構造及び測定システムがシンプルであり実用的である。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1】(a)は回折環の説明図、(b)は本発明に係るX線回折装置の移動制御部を示す。

20

【図2】cos 法の説明図を示す。

【図3】X線の照射位置の移動量の違いによる回折環画像の変化を示す。

【図4】(a)は、溶接した実験サンプルの外観、(b)は応力測定部位を示す。

【図5】cos 法による計測条件を示す。

【図6】cos 法におけるX線照射面積と得られた測定応力値を示す。

【図7】図6に示した測定応力値の信頼限界値を示す。

【図8】X線照射面積とcos 線図との関係を示す。

【図9】X線照射面積とその際のcos 線図の相関係数の変化を示す。

【図10】X線照射面積とその際のcos 線図の直線近似式の傾きと切片の変化を示す。

【発明を実施するための形態】

30

【0010】

本発明に係るX線回折装置の信頼度をcos 法によるオーステナイト系材料の応力測定にて検証したので以下に説明する。

X線回折装置の測定部の構造を図1に模式的に示す。

支持部11には内部構造を省略したが、図1(a)に入射X線と表現したX線照射部と測定対象物の表面にて回折された回折X線を蓄積及び撮像するための撮像部としてX線撮像装置を配置した。

X線撮像装置には、イメージングプレート、CCDセンサー、CMOSセンサー、SOI検出器等を用いることができる。

このようなX線撮像装置のうち、イメージングプレートはX線を一旦蓄積した後に光による励起によって蛍光を発生する光輝尽性発光現象を利用して回折環の全体画像を撮像する記録媒体である。

40

ここで、光輝尽性発光(Photo-Stimulated Luminescence(PSL))とは、蛍光体に放射線などの第1の刺激を与えた後に、第2の刺激を励起光としてこの蛍光体に照射すると、第2の光よりも波長が短く、かつ、最初の刺激に対応した第3の光を発生する発光現象である。

【0011】

図1(b)に示した移動制御部12は、例えばロボットのアームハンドに取り付けられ図示を省略したPC等にて移動制御されている。

移動制御部12には、X軸方向に移動制御されたX軸移動ステージ12aとY軸方向に

50

移動制御された Y 軸移動ステージ 1 2 b とを有し、これら介して支持部 1 1 が取り付けられている。

なお、必要により測定面の曲率や凹凸変位等を補正するためのレーザー変位計等を介して Z 軸方向も制御されていてもよい。

【 0 0 1 2 】

次に応力の測定手順を説明するが、その前に cos 法について説明する。

実用材料の多くは、微細な結晶粒の集合体であり、X 線を照射すると次式の B r a g g の条件に従って回折ビームを発生させる。

【数 1】

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

d は格子面間隔， θ は B r a g g 角， λ は X 線の波長，n は回折次数（以下， $n = 1$ を用いる）である。

入射 X 線と垂直に二次元検出器を置くと、図 2 に示すようにほぼ円形の回折環が測定される。

二次元検出器方式では、図 2 のように最初に回折環半径 R を求め次式から θ を得る。（単位：r a d）

【数 2】

$$\theta = \frac{\pi}{2} - \frac{1}{2} \tan^{-1} \left(\frac{R}{C_L} \right) \quad (2)$$

C_L は X 線照射点と検出器との距離である。

格子面の法線方向の縦ひずみ ε と θ の関係は次のようになる。

【数 3】

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = \ln \left(\frac{\sin \theta_0}{\sin \theta} \right) \quad (3)$$

d は d の変化量（ $= d - d_0$ ， d_0 は無ひずみ時の d）、 θ_0 は無ひずみ時の θ である。

次に、回折環の中心角が θ の位置の場合に対して、式（3）から得られるひずみを ε_{ij} と書くと ε_{ij} は試料座標系（ S_i 系）のひずみに対して次式の関係を持つ。

【数 4】

$$\varepsilon_{\alpha} = n_{3i} n_{3j} \varepsilon_{ij}^S \quad (4)$$

n_{ij} は S_i 系から実験座標系（ L_i 系）への変換マトリクスであり、必要な成分のみを示すと次のようになる。

10

20

30

40

【数 5】

$$\begin{aligned}
 n_{31} &= \cos \eta \sin \psi_0 \cos \phi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \cos \phi_0 \cos \alpha \\
 &\quad - \sin \eta \sin \phi_0 \sin \alpha \\
 n_{32} &= \cos \eta \sin \psi_0 \sin \phi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \sin \phi_0 \cos \alpha \\
 &\quad + \sin \eta \cos \phi_0 \sin \alpha \\
 n_{33} &= \cos \eta \cos \psi_0 + \sin \eta \sin \psi_0 \cos \alpha
 \end{aligned} \tag{5}$$

10

は の補角 (= / 2 -)、 ψ_0 は入射ビームと S_3 軸 (z 軸) のなす角、 ϕ_0 は入射ビームの $S_1 S_2$ 面 (x y 面) への投影と S_1 軸とのなす角である。

材料を等方弾性体として次の応力ひずみの関係 (S_i 系) を適用する。

【数 6】

$$\varepsilon_{ij}^S = \left(\frac{s_2}{2} \right) \left[\sigma_{ij}^S + \delta_{ij} \frac{(s_1)}{(s_2/2)} (\sigma_{11}^S + \sigma_{22}^S + \sigma_{33}^S) \right] \tag{6}$$

20

δ_{ij} はクロネッカーのデルタである。

式 (6) の s_1 と s_2 は回折弾性定数を表し、ヤング率 (E) とポアソン比 () により次式で与えられる。

【数 7】

$$s_1 = -\nu / E, \quad s_2 = 2(1 + \nu) / E \tag{7}$$

(E および ν はいずれも回折用の値)

試料の X 線照射点に試料座標系の原点を設定し、応力成分を以下のように表記する。

30

【数 8】

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{xy} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{xz} & \tau_{yz} & \sigma_z \end{pmatrix} \tag{8}$$

回折環の中心角が θ の位置に対して、式 (3) を用いて得られるひずみ ε_α と式 (8) の応力との関係は、式 (4) ~ (8) より次のようになる。

【数 9】

40

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_\alpha &= \sigma_x \frac{1}{E} [n_1^2 - \nu(n_2^2 + n_3^2)] + \sigma_y \frac{1}{E} [n_2^2 - \nu(n_3^2 + n_1^2)] \\
 &\quad + \sigma_z \frac{1}{E} [n_3^2 - \nu(n_1^2 + n_2^2)] + \tau_{xy} \frac{2(1+\nu)}{E} n_1 n_2 \\
 &\quad + \tau_{yz} \frac{2(1+\nu)}{E} n_2 n_3 + \tau_{xz} \frac{2(1+\nu)}{E} n_3 n_1
 \end{aligned} \tag{9}$$

式 (9) は cos 法の基礎式である。図 2 に示すように、任意の θ に対する回折環に

50

において および中心角 α が だけ異なる方向のひずみ ε_{α} , $\varepsilon_{-\alpha}$ 方向のひずみ $\varepsilon_{\pi+\alpha}$, $\varepsilon_{\pi-\alpha}$ と異なる方向のひずみ $\varepsilon_{\pi+\alpha}$, $\varepsilon_{\pi-\alpha}$ について考え、これらを用いて次のような a_1 を求める。

【数 1 0】

$$a_1(\phi_0) \equiv \frac{1}{2} [(\varepsilon_{\alpha} - \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha})] \quad (10)$$

式 (10) に式 (9) を代入すると、 $\phi_0 = 0$ のとき次式が得られる。

【数 1 1】

$$a_1(0) = -\frac{1+\nu}{E} [(\sigma_x - \sigma_z) \sin 2\psi_0 + 2\tau_{xz} \cos 2\psi_0] \sin 2\eta \cos \alpha \quad (11)$$

式 (11) より、 a_1 は $\cos \alpha$ に関して直線的であり、また直線の傾きは以下のようになる。

【数 1 2】

$$\left(\frac{\partial a_1(0)}{\partial \cos \alpha} \right) = -\frac{1+\nu}{E} [(\sigma_x - \sigma_z) \sin 2\psi_0 + 2\tau_{xz} \cos 2\psi_0] \sin 2\eta \quad (12)$$

入射 X 線を試料面の法線方向から y 軸方向に傾斜させた場合、式 (10) は次のようになる。

【数 1 3】

$$\left(\frac{\partial a_1(90)}{\partial \cos \alpha} \right) = -\frac{1+\nu}{E} [(\sigma_y - \sigma_z) \sin 2\psi_0 + 2\tau_{yz} \cos 2\psi_0] \sin 2\eta \quad (13)$$

以下では、次式の平面応力状態の場合について考える。

【数 1 4】

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{xy} & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (14)$$

図 1 , 2 に示すような光学系を用いて回折環を二次元計測し、式 (10) , (11) の $a_1(0)$ の関係を求める。

このとき、 $\cos \alpha$ に対する直線の傾きは、式 (12) に、 $\tau_{xz} = \tau_{yz} = 0$ を代入し、次式のようになる。

【数 1 5】

$$\left(\frac{\partial a_1(0)}{\partial \cos \alpha} \right) = -\frac{1+\nu}{E} \sigma_x \sin 2\eta \sin 2\psi_0 \quad (15)$$

右辺には応力成分 σ_x が 1 個含まれる。

したがって、回折データから直線の傾きを決定できれば、次式のように垂直応力 σ_x を得ることができる。(ただし、 $\phi_0 = 0$)

10

20

30

40

【数 1 6】

$$\sigma_x = -\frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta} \frac{1}{\sin 2\psi_0} \left(\frac{\partial a_1(0)}{\partial \cos \alpha} \right) \quad (16)$$

一方、入射 X 線を試料面法線方向から y 軸方向に ψ_0 だけ倒して回折環を測定すると、次式から σ_y を得ることができる。(ただし、 $\psi_0 = 0$)

【数 1 7】

$$\sigma_y = -\frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta} \frac{1}{\sin 2\psi_0} \left(\frac{\partial a_1(90)}{\partial \cos \alpha} \right) \quad (17)$$

10

【0 0 1 3】

次に実験方法及びその結果を説明する。

工業部材への適用性を検証するため、平板状の溶接模擬試験体を作製した。

作製した溶接試験体の写真を図 4 (a) に示す。

測定部を図 4 (b) に示す。

図 5 に測定条件を示す。

X 線の照射方法による回折環の画像変化を図 3 に示す。

回折 X 線を蓄積するための X 線照射面積の増加により、回折環のリング形状が均一化しているのが分かる。 20

図 6 に $\cos \alpha$ 法による X 線照射面積と測定残留応力値との関係をグラフに示す。

図 7 に信頼限界の変化をグラフに示す。

このグラフから X 線照射面積を増すことで、測定値の精度が向上することが分かる。

具体的にはポイント測定においては応力値が 1 0 M P a 程度低い値を示し、信頼限界値も大きくなっている。

これに対して X 線照射面積が 2 0 m m ² で急激に信頼限界値が小さくなり測定精度が向上する。

なお、X 線照射面積は測定材料及びその結晶粒の大きさに応じて選定するのがよい。

【0 0 1 4】

30

次に $\cos \alpha$ 線図の直線性について検証した。

X 線照射面積による $\cos \alpha$ 線図の変化を図 8 に示す。

X 線照射面積の増加に伴って、 $\cos \alpha$ 線図の直線性が良好になることが分かる。

この点を定量的に確認するため、 $\cos \alpha$ 線図の相関係数 (R^2) と X 線照射面積の関係を図 9 に示す。

相関係数は、X 線照射面積が 4 m m ² 以下で低下し、その後は漸増することが分かる。

図 1 0 は、図 8 の各 X 線照射面積に対する測定結果えられた $\cos \alpha$ 線図の傾きと切片の関係を示す。

X 線照射面積が 2 0 m m ² 以上でほぼ安定することが分かる。

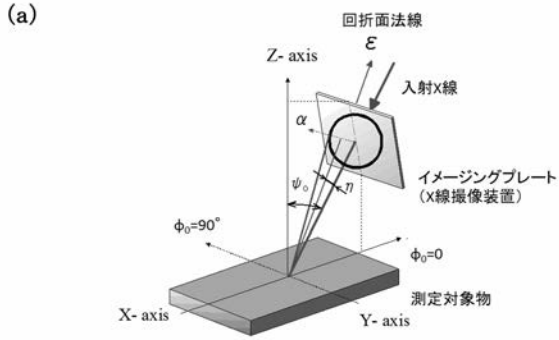
【符号の説明】

40

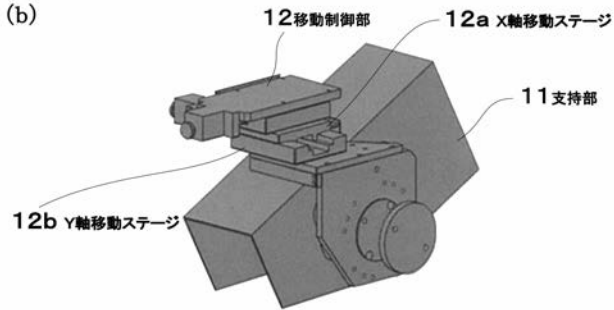
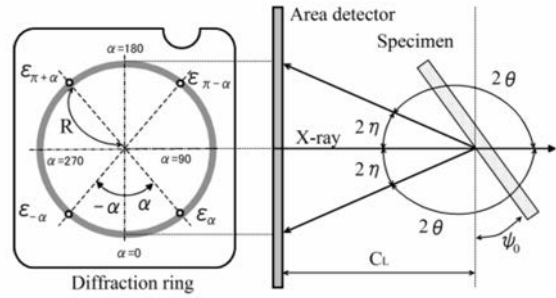
【0 0 1 5】

- 1 1 支持部
- 1 2 移動制御部
- 1 2 a X 軸移動ステージ
- 1 2 b Y 軸移動ステージ

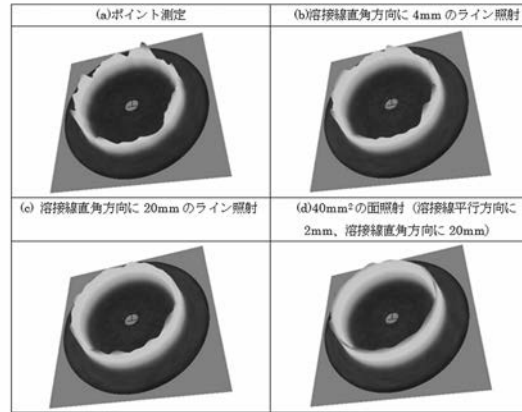
【 図 1 】



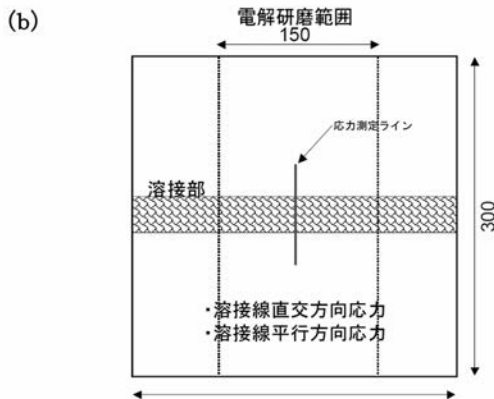
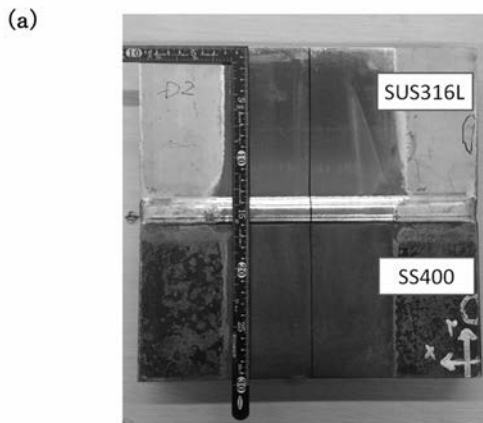
【 図 2 】



【 図 3 】



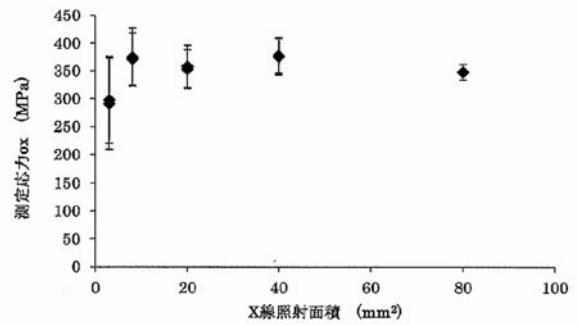
【 図 4 】



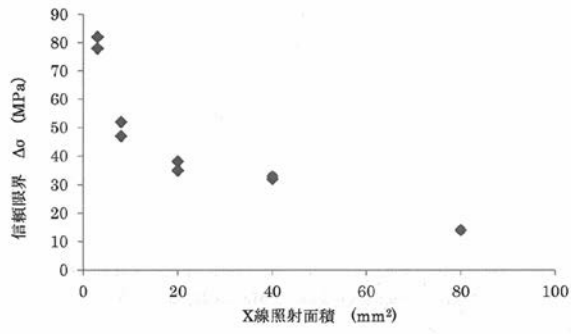
【 図 5 】

Stress determination	cos α method
Characteristic X-ray	MnK α
Diffraction line, [hkl]	331
Tube voltage [kV]	15
Tube current [mA]	1.5
X-ray irradiated time, s	20
X-ray incident angle, ψ_0 [deg]	35
Camera length [mm]	34
Diameter of collimator, mm	2
Young's module, E [GPa]	196
Poisson's ratio, ν	0.28
Diffraction angle, 2θ [deg]	148.7

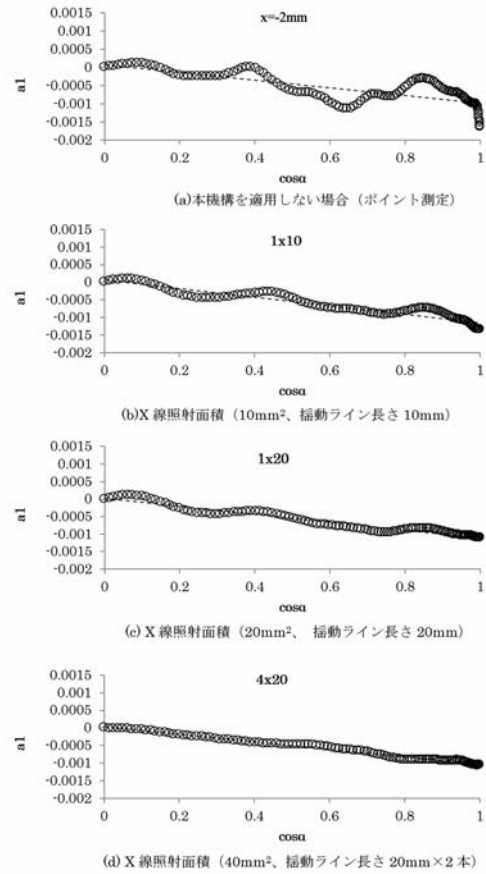
【 図 6 】



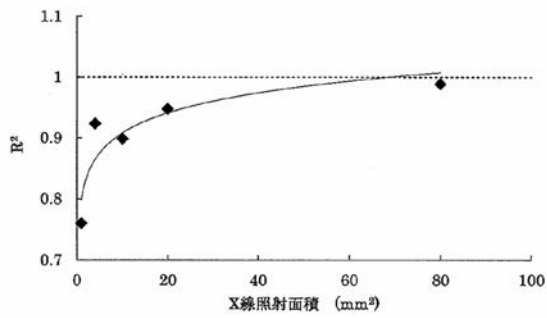
【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】



【 図 10 】

