

## 卓上型放射光 MIRRORCLE の X 線利用技術の現状

### THE X-RAY ANALYTICAL TECHNOLOGY USING THE MIRRORCLE X-RAY SOURCE

前尾修司<sup>#, A)</sup>, 山田廣成<sup>B)</sup>, 長谷川大祐<sup>C)</sup>, 山田貴典<sup>A)</sup>

Shuji Maeo<sup>#, A)</sup>, Hironari Yamada<sup>B)</sup>, Daisuke Hasegawa<sup>C)</sup>, Takanori Yamada<sup>A)</sup>

<sup>A)</sup> Photon Production Laboratory, Ltd.

<sup>B)</sup> Ritsumeikan University

<sup>C)</sup> MIRRORCLE Center, Ltd.

#### Abstract

The MIRRORCLE X-ray source is powerful tool for Non-Destructive Testing (NDT) and X-ray analyses. The features of the MIRRORCLE are 1) generation of high energy X-rays more than MeV, and 2) small focal spot size less than 10  $\mu\text{m}$ . Therefore, NDT and CT of high density or big sample using the MIRRORCLE were achieved with high resolution. Industrial material can be measured and made CAD data without destruction perfectly. And also the MIRRORCLE is useful for X-ray analyses, which named XRF, XRD, SAXS, and XAFS etc. Especially, X-ray residual stress measurement using XRD technique shows good performance for high energy X-rays. Because the penetration depth of high energy X-rays is deep. Then information of deep inside of the sample is got without cutting or etching. It shows true residual stress which cannot be measured by conventional method.

In this way, X-ray analytical technology using the MIRRORCLE X-ray source is respected as next generation X-ray source for new known.

#### 1. はじめに

SPRING-8 や Photon Factory に代表されるような大型放射光源は高輝度、高コヒーレンスなどの特徴を有するため、様々な分野に応用され、最先端の研究成果を挙げてきた。しかしながらその産業利用という観点においては、アクセスの不便さ、時間的制約、高度な知識が必要、などの問題があるためあまり進んでいないのが現状である。

一方では産業界において X 線を用いた検査・分析の需要は高く、その高度化への要求も著しい。特に生産現場において、非破壊検査とともにリバースエンジニアリングに対する要求が高まっている。さらに、非破壊検査ではより高い透過力、より高い分解能、分析ではより感度良く、より短時間でという要望が多く、一般的な X 線管では実現できない領域になりつつある。

卓上型放射光源 MIRRORCLE<sup>[1]</sup>は、放射光のような高輝度、高コヒーレンスな X 線発生装置であるが、非常に小型であり、放射光施設のような大がかりな設備は不要である。さらに放射光と比較して優位な点は、微小光源点を有し高輝度であること、制動放射による高エネルギーまでの広い波長領域の光を放射できること、および広い発散角を有することである。このため、これまで不可能であった、もしくは利用が進められていなかった分野での非破壊検査、分析においてその威力を発揮することができ、すでに多くの利用がされている<sup>[2-5]</sup>。X 線透過イ

メージングや X 線 CT においては大型で高密度なサンプルの完全非破壊分析が可能で、なおかつ高い解像度での撮影が実現している。さらには XRF (蛍光 X 線分析; X-Ray Fluorescence analysis)、XAFS (X 線吸収微細構造; X-ray Absorption Fine Structure)、XRD (X 線回折; X-Ray Diffraction)、SAXS (X 線小角散乱; Small Angle X-ray Scattering)など種々分析にも利用されている。いずれも極微小焦点、高エネルギーの特徴を活かして他では実現できない成果を挙げている。XRD においては材料分析のみならず、残留応力の測定にも利用されている。特に機構部品の残留応力を深部まで把握したいとの要望から、高エネルギー X 線を利用した測定技術の向上を行っている。

本報告では MIRRORCLE による X 線分析への応用例として X 線残留応力測定を主に紹介し、さらにその他の利用についても紹介する。

#### 2. MIRRORCLE を用いた X 線残留応力測定

機械部品や構造物などには加工等を行った後、残留応力が存在する。このような残留応力は部材の割れや歪みなどを引き起こす要因となるため、安全性や品質の向上のためにはその値を計測、管理することが重要である。

表面近傍の残留応力は X 線回折によって比較的精密な測定が可能<sup>[6]</sup>であるが、深部になるにつれ測定するのが困難になる。金属内部の残留応力を測定するには測定する深さまで X 線が侵入し、回折し

<sup>#</sup>maeo@photon-production.co.jp

た X 線が出てくる必要がある。したがって、深い位置での情報を得るためには高いエネルギーの X 線を用いることが必要となる。MIRRORCLE は高エネルギーの X 線を発生するため、これらの X 線を応力測定に利用することができ、内部残留応力の測定に有用であると考えられる。

## 2.1 測定深さの評価

X 線発生源としては、MIRRORCLE-CV1 を用いた。CV1 は軌道半径 8cm という世界最小の卓上型放射光装置であり、1MeV までの幅広いエネルギーレンジを有する、高輝度なパルス X 線を利用可能である。

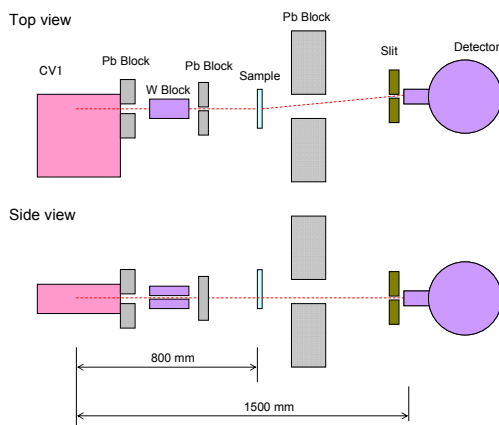


Figure 1: Schematic diagram of Energy dispersive XRD beam line using the MIRRORCLE X-ray source.

測定に用いた光学系の概略図を Fig. 1 に示した。CV1 からの X 線は鉛ブロックやタングステンブロックで 1 mm×1 mm にコリメートされ、サンプルに入射する。サンプルは回転、傾き、平行移動を自動制御できるようにした。検出器にはキャンベラ社製の Ge 半導体検出器を用いた。検出器の  $2\theta$  は固定とし、エネルギー分散で回折パターンを測定するようにした。サンプルは鉄板を用い、Fig. 1 のように透過配置とした。厚さを 4.5 mm、6 mm、9 mm のものを用意し測定を行った。 $2\theta$  の調整は Si 単結晶で回折ピークを用いてキャリブレーションを行い、Fe の回折ピークが 95 keV に現れるように  $2\theta$  を 1.8° になるようにした。

CV1 の運転条件としては繰り返し周波数 500 Hz、ビーム電流 200 mA、ビーム幅 200 ns×4 波であり、X 線ターゲットとして直径 39  $\mu\text{m}$  のタングステン球を用いた。測定時間は 30 min. とした。

Fig. 2 に各厚さの Fe の回折ピークを測定した結果を示した。95 keV に回折ピークが観測でき、4.5 mm 厚のものは明瞭にピークが認識できた。厚みが増していくに従ってバックグラウンド強度が増加していることが伺える。これはサンプルが厚くなることで、サンプルからのコンプトン散乱が増加しているものと考えられる。ピーク強度については厚くなるにしたがって減衰していることがわかる。サンプル自身での X 線の吸収が主な原因と考えられる。厚さ 9 mm になるとかなり S/N が低下している。し

たがって 100 keV のエネルギーで測定する場合、トータルの X 線光路は 10 mm 程度であると考えられる。

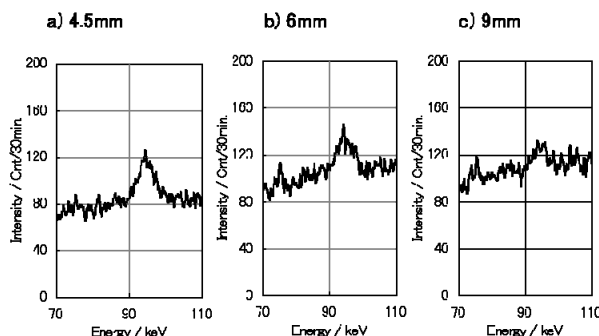


Figure 2: XRD patterns of Iron plate, which thickness is a) 4.5mm, b) 6 mm and c) 9 mm.

## 2.2 残留応力測定

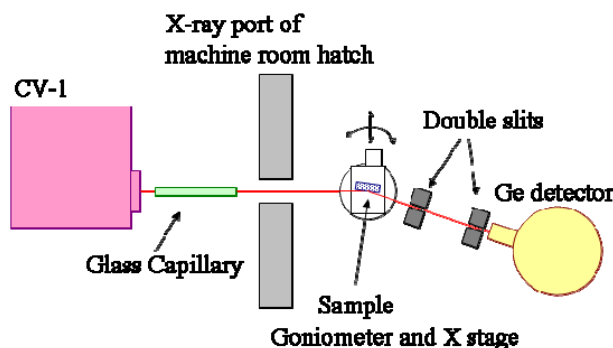


Figure 3: Schematic diagram of X-ray residual stress analysis beam line using the MIRRORCLE X-ray source.

測定方法としては一般的に知られている  $\sin^2\psi$  法で行う。測定光学系の概略図を Fig. 3 に示した。CV1 からの X 線は長さ 30 cm、内径 0.5 mm のガラス管でコリメートし、近似的な平行光学系を作り出した。検出器の前にはスリットを 2 個設置し、それぞれの視野が共焦点を結ぶように調整した。これにより、Fig. 4 に示したように、ある体積部分の情報のみを取得することができる。サンプルはゴニオメータにセットし、 $2\theta$  は任意の角度に固定、サンプルの角度である  $\psi$  をスキャンしてデータを取得する。またサンプルの位置を前後させることにより、任意の深さからの情報を得ることができる。

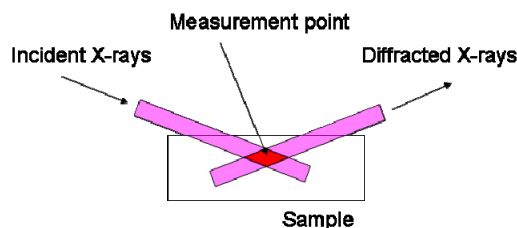


Figure 4: Measurement point of diffracted X-rays using confocal optics.

測定はまず評価用サンプルについて行った。評価用サンプルは Fig. 5 に示したように、鉄を両側から締めこむことにより引っ張り応力を加える構造である。また中央側面にはストレインゲージを貼り付け、歪量を調整、計測できるようにした。

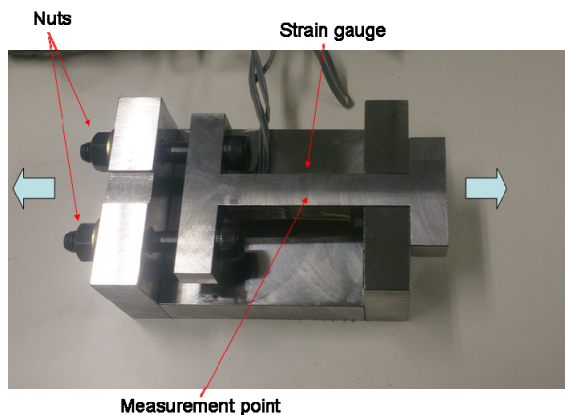


Figure 5: Estimation sample of residual stress.

ボルトを均一に締め込み、ストレインゲージにより歪量を測定した結果、 $1490\mu$ を示した。鉄のヤング率  $211\text{ GPa}$  より、応力値は  $314\text{ MPa}$  と計算できる。その状態のものをサンプルとし、X線残留応力測定を行った。深さ方向については  $0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 0.8\text{ mm}$  について行った。測定したデータをまとめ、 $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ 線図を作成したものを Fig. 6 に示した。それらの結果から求まる残留応力値を表 1 に示した。

測定値については、ほぼ  $300\text{ MPa}$  の値が計測されているが、深くなるにつれて徐々に応力値が少なくなっているように伺える。通常、サンプルは均一に歪を加えているため、深さが変わっても応力値が変化することはない。そこで測定終了後にストレインゲージで歪を確認したところ、 $1260\mu$  になっていることが分かった。これは  $266\text{ MPa}$  に相当する。測定している間に徐々に変形、もしくは締め付けの緩みなどが起こって、歪量が緩和されていることが原因であると考えられる。測定結果はそれを反映しており、正確に測定が行われていることが裏付けられる。その測定誤差は  $10\%$  以内に収まっている。

次に実試料としてヘリカルギアの測定を行った。測定はギアの一つの歯面について行った。測定位置は X 線用 CCD カメラで画像を確認し、歯面が X 線ビームの中心に来るようにセットした。測定セットアップの様子を Fig. 7 に示した。X 線の回折角  $2\theta$  は  $\text{Fe}(110)$  回折を  $97.4\text{ keV}$  で測定するために  $3.7^\circ$  に固定した。サンプルは  $\theta = 1.85^\circ$  を  $\psi = 0^\circ$  とし、 $0^\circ, 0.5^\circ, 1^\circ, 1.5^\circ, 2^\circ$  の条件で測定した。また、深さ方向に対しては  $0\text{ mm}, 0.1\text{ mm}, 0.2\text{ mm}, 0.3\text{ mm}, 0.5\text{ mm}$  の場合について測定した。Fig. 8 に測定深さと残留応力値の関係を示した。この結果を見ると深さ  $0.2\text{ mm}$  で残留応力値は極大値を持ち、深くなるにつれて緩和されている様子がわかる。

このようなデータを完全に非破壊で測定したのは初めてであり、ギアのような機構部品の安全性向上などに貢献できると期待されている。

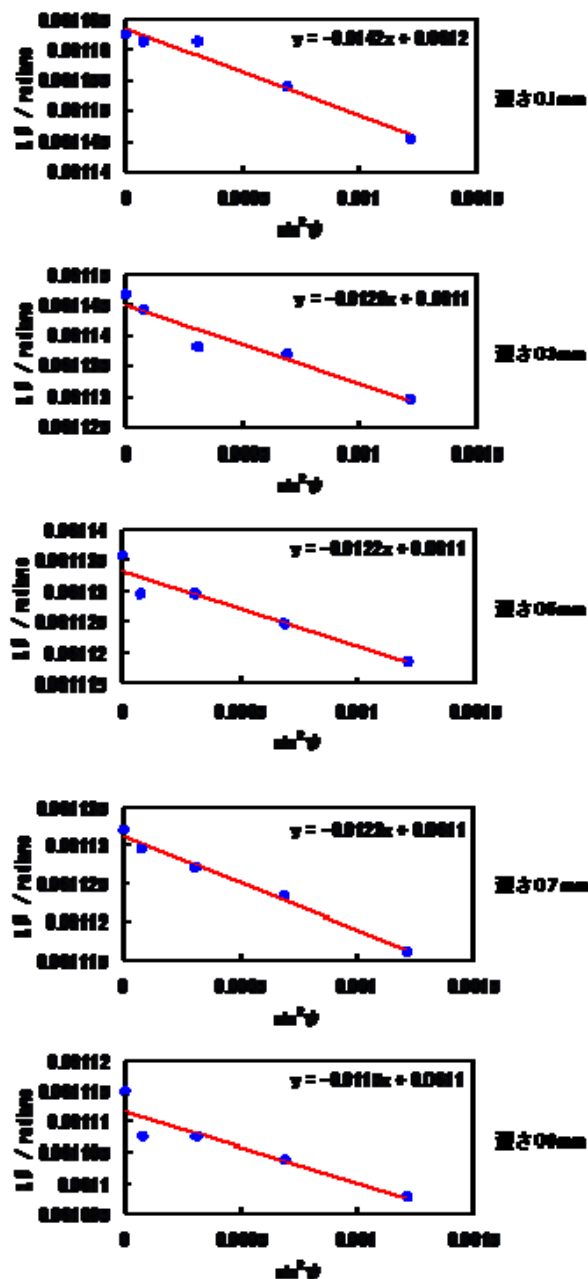


Figure 6:  $2\theta\text{-}\sin^2\psi$  diagram of estimation sample.

Table 1: Residual Stress of Estimation Sample

Measurement depth / mm	Residual stress by X-ray measurement / MPa	Residual stress by strain gauge / MPa
0.1	331	314
0.3	301	5 hour after ↓
0.5	284	
0.7	287	
0.8	268	
		266

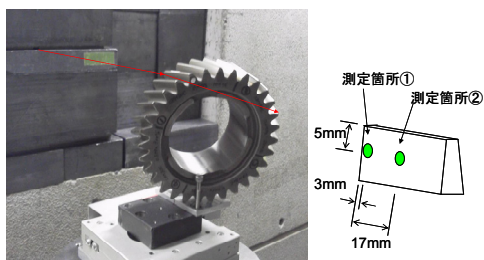


Figure 7: measurement setup of helical gear.

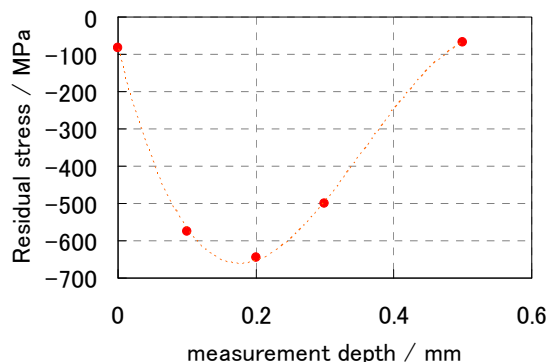


Figure 8: Measurement results of residual stress of a cog of a helical gear.

### 3. その他の X 線分析技術への応用

MIRRORCLE はその他の X 線分析技術にも応用可能である。高エネルギー X 線の発生を利用した XRF では通常ではできないような重元素の K 殻励起分析が可能である。Fig. 9 は高エネルギー蛍光 X 線スペクトルを測定した例であり、タングステンや鉛の K 線が観測されているのがわかる。

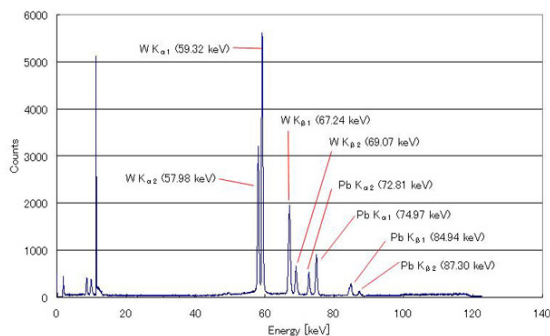


Figure 9: XRF spectrum of heavy metal sample.

XAFS 測定においても高エネルギー領域での測定が可能で、K 吸収端近傍のスペクトルを測定することができる。Fig. 10 はモリブデン薄膜の EXAFS 測定例で、20 keV 近傍の情報を得ることができた。

その他にも SAXS 測定では薄膜の膜厚測定やナノ粒子の粒度分布測定なども可能である。

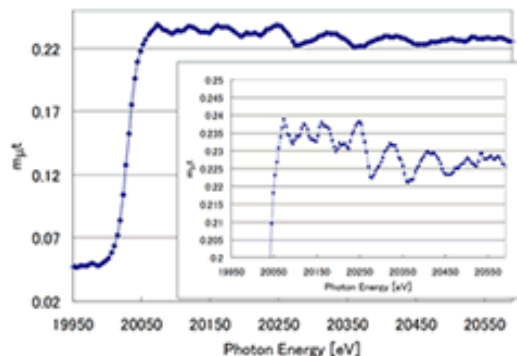


Figure 10: EXAFS spectrum of Mo foil.

### 4. まとめ

卓上型放射光源 MIRRORCLE は研究室レベルで使用できる高輝度、高エネルギー X 線源として X 線透過イメージングや CT 撮影に用いられ、多くの成果を上げてきた。一方で X 線分析技術においてもその微小焦点、高エネルギーの発生という特徴を活かした利用が可能である。

X 線残留応力測定では高いエネルギーを用いた完全に非破壊での深部評価が可能であることを実証することができた。ヘリカルギアのような複雑な形状のサンプルでもエッチング、切断などの処理なしで深さ 0.5mm までの情報を得ることができ、残留応力値の分布を見ることができた。

またその他にも XRF、XAFS、SAXS に利用され、MIRRORCLE ならではの成果を上げることに成功している。

### 参考文献

- [1] H. Yamada: Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. A 467-468, 122 (2001).
- [2] 前尾修司ら：“超微小焦点高エネルギー X 線源の利用”、検査技術、18 巻、1 号、pp.64-69 (2013).
- [3] 西勝英雄ら：“卓上型放射光装置みらくるを用いた重元素の蛍光 X 線分析”、X 線分析の進歩、第 36 集、pp.285-292 (2005).
- [4] 前尾修司ら：“卓上型放射光みらくるを用いた毛髪の Ca 分析”、第 46 回 X 線分析討論会講演要旨 (2010.10.22-23).
- [5] 前尾修司ら：“卓上型放射光みらくるを用いた XAFS 測定ビームラインの評価”、第 47 回 X 線分析討論会講演要旨 (2011.10.28-29).
- [6] 中代雅士：“残留応力の基礎 (その 2) 残留応力計測方法の紹介”、IIC REVIEW、No.38、pp.2-10 (2008).