

アナライザを用いたひずみスキャンニング法の 表面効果の補正

原研放射光, スプリングエイトサービス (株) ○菖蒲 敬久

原研放射光 水木純一郎, 原研中性子 鈴木裕士, 新潟大学 鈴木賢治

Correction of Surface Aberration in Strain Scanning Method with Analyzer

Takahisa SHOBU, Junichiro MIZUKI, Hiroshi SUZUKI and Kenji SUZUKI

1 緒 言

高エネルギー放射光 X 線は, これまでの非破壊的に行われてきた X 線, および中性子回折において手が届かない領域とされてきた材料の表面から数百 μm までの深さにおける残留応力を知ることが可能であり, しかも高輝度, 高分解能であることから微小領域の測定も可能である. この高エネルギー X 線を利用した測定手法としてひずみスキャンニング法がある. これは, 高エネルギーの入射 X 線束と受光側のスリットで作られるゲージ体積の平均ひずみを測定し, 試料を移動してゲージ体積を法線方向に移動させることで, 表面下のひずみ分布を迅速に測定できるものである⁽¹⁾. しかしながら, この測定手法においてはゲージ体積と表面の相互作用 (表面効果) の問題が付きまとっている. この表面効果について, Si や Ge などの完全結晶をアナライザとして受光側に入れることで解決することが報告されている⁽²⁾が, アナライザを挿入することで散乱 X 線の強度は激減し, 偏光電磁石を光源とするビームラインにおいてはその実現は非常に困難であった.

そこで本研究では第 3 世代の放射光における代表的な光源である挿入光源を使用したひずみスキャンニング法の検討を行った.

2 ひずみスキャンニング法

ひずみスキャンニング法により測定する場合, ゲージ体積が重要となる. 受光側の発散を考えなかった場合のゲージ体積を Fig. 1 に示す. ここで受光側の発散を考えない場合の公称ゲージ体積はひし形で表されているが, 実際の測定では光学系による X 線の発散によりゲージ体積は少し大きくなる. このゲージ体積を装置ゲージ体積と称し, Fig. 2 (a) の通常のひずみスキャンニング法における光学系中の薄い灰色で示している. 公称ゲージ体積

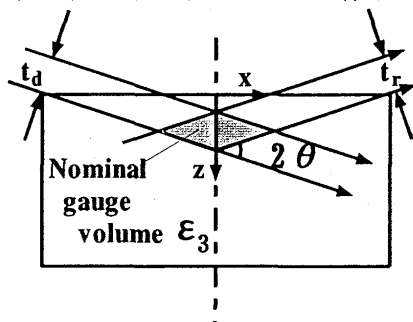
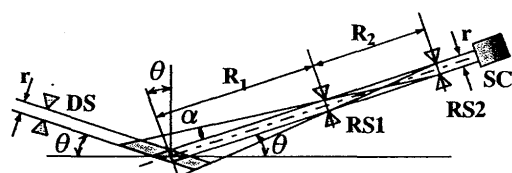


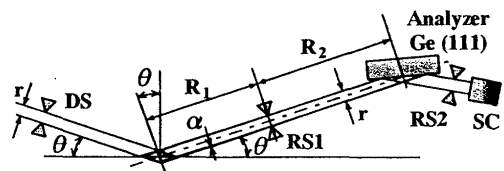
Fig. 1. Configuration of gauge volumes.

(灰色) に対して, 装置ゲージ体積が明らかに広いことがわかる. この時, 極表面測定で装置ゲージ体積が試料からはみ出ている場合を考えると, 実際の回折に与かる測定ゲージ体積の中心と公称ゲージ体積の中心である光学中心とが異なるため回折ピークがシフトする. この表面効果の対策として, 計算による補正方法が提案され, 高精度の測定が可能である⁽³⁾.

一方, Fig. 2 (b) のダブルスリットの間にアナライザを挿入した場合にはアナライザの発散が小さいことからこのような表面効果が軽減されるはずであるが, 有限な広がりが存在する限り表面効果が現れることが予想される. ひずみスキャンニング法による無ひずみの場合の理論曲線は, Fig. 3 のようになる. 図中で "Double Slit



(a) Normal double slits method.



(b) Double slits method with Ge (111) analyzer.

Fig. 2. Optics for strain scanning method.

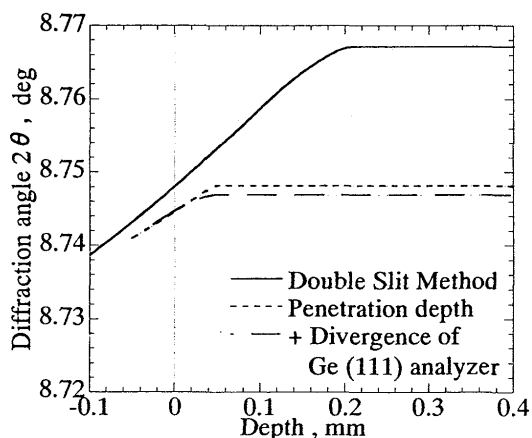


Fig. 3. Comparison of the corrected surface aberration effects.

Method”は従来のひずみスキャンニング法でアナライザを使用しない場合, “Penetration depth”は公称ゲージ体積とX線侵入深さを考慮した場合, “+Divergence of Ge analyzer”は上述の理論より求めた場合である。アナライザの使用ありなしで深さ方向に対する回折角の変化は歴然としており, アナライザを用いた場合には極表面まではほとんど変化していないことがわかる。つまり, 角度発散の減少がひずみスキャンニング法に大きく影響していることがこのことからわかる。

3 実験的検討

3.1 実験方法 本実験には, 高輝度の高エネルギーX線を光源とする必要から, SPring-8の日本原子力研究所専用量子構造物性ビームラインBL22XUを使用した。エネルギーは $E = 69.502\text{keV}$ であり, 中流部には集光のためのBeレンズを挿入した。測定装置には横振型4軸回折計を使用し, 入射側および受光側のスリットを $0.2 \times 1.0\text{mm}^2$ とした。また, 試料をスピナーでまわして, 回折にあずかる結晶粒の数を多くした。本測定のメインとなるアナライザには結晶性の非常によいGe(111)を使用し, 受光側ダブルスリットの間に設置した。これにより空間分解能の高い測定が可能となる。

3.2 ひずみスキャンニング法におけるアナライザの効果 Fig. 4中の黒丸に前述のS45C焼鈍材のアナライザ法による測定結果を示す。アナライザ法による測定では, 回折角は表面付近まで一定となり, アナライザの効果が現れている。図中白抜き丸のダブルスリット法と比較すると, アナライザ法が表面効果の除去に優れた威力を発揮していることがよくわかる。Geアナライザは, ダブルスリットに比較して発散が少ないために, 強いコリメーション効果を発揮するが, アンジュレータの強い光源を必要とすることは明白である。ただし, Fig. 4に示すようにごく表面部において回折角の減少が見られ, 完全に表面効果を除去することはできていない。これは前述のとおり現象が起こっているためであると考えられる。Fig. 4中の白抜き三角はこの結果から補正を施したひずみスキャンニング法におけるAnnealed-S45Cの深さ方向に対する回折角度の変化である。表面近傍においても十分補正されていることが明らかである。

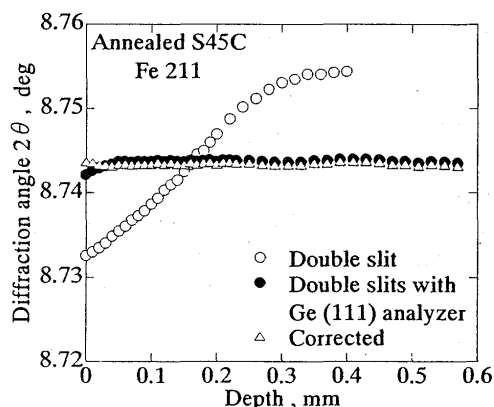


Fig. 4. Change in diffraction angle of annealed S45C.

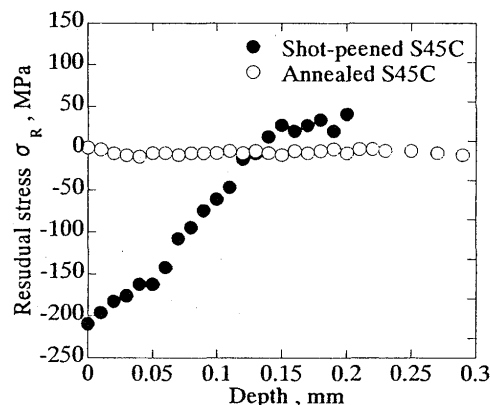


Fig. 5. Residual stress distribution in Shot-peened S45C and Annealed S45C.

3.3 ショットピーニング材の残留応力測定 Fig. 5にショットピーニング材について残留応力の分布を求めた結果を示す。黒丸がShot-peened S45Cであり, 白丸がAnnealed S45Cである。2つは明らかに異なった結果を示しており, アナライザを用いたひずみスキャンニング法が機能していることを意味している。しかしながら, 約 $70\mu\text{m}$ の深さまで残留応力が入っている結果が得られているラボ X 線の値と比べると深いところまで残留応力が入っている結果となっている。これは試料厚さに不均一のある場合は, スピナーの回転により試料のあおりが生じ, 残留応力層が見かけ上深くなることが原因であると考えられる。試料の形状, 設定などの精度が影響している可能性もあり, このようなときは試料を回転させないことも必要である。

4 結 言

本研究により以下の結果が得られた。

- 1) アンジュレータの高輝度高エネルギーX線を利用することで, アナライザを用いたひずみスキャンニングが可能である。
- 2) アナライザの優れたコリメーション効果により, ゲージ体積の広がりが少なくなり, ダブルスリット法と比較して表面効果の大幅な改善ができる。アナライザにより高い空間分解能が達成できる。
- 3) アナライザを用いたときもゲージ体積と表面の影響は現れ, アナライザの発散によるゲージ体積の広がり, X線侵入深さおよびアナライザとスリットの光軸のずれによる強度分布を考慮して表面効果が補正できる。
- 4) スピナーの利用により粗粒の問題を解決できる。
- 5) 本補正によりアナライザを用いたひずみスキャンニング法においても, ラボ X 線応力と表面の測定補正された応力を一致させることで無ひずみの d_0 を決定できる。

また, 今後はスリットをさらに狭くしてよりゲージ体積を小さくできる優れた精度の光学系を実現すること, オーステナイトステンレスなどの粗粒材に対するひずみスキャンニング法の実現を検討することが必要である。

参考文献
省略