

微小部X線応力測定装置 AutoMATE II



1. はじめに

従来の微小部X線応力測定装置 AutoMATE の特長を活かしつつ、高感度・高強度・エネルギー高分解能を備えた新型半導体検出器 D/teX Ultra 1000 を搭載した、新型微小部X線応力測定装置 AutoMATE II を開発しました。半導体検出器を用いているため充填ガスが不要となり、メンテナンスが容易になりました。また半導体検出器の利点を活かすことで、微小領域の測定は高感度特性により測定時間が短縮され、高強度特性により粗大結晶粒や集合組織を形成する試料に対しても数え落としすることなく応力測定ができるようになりました。

2. 特長

2.1. 高感度測定

D/teX Ultra 1000 は、検出効率が99%の Silicon Strip

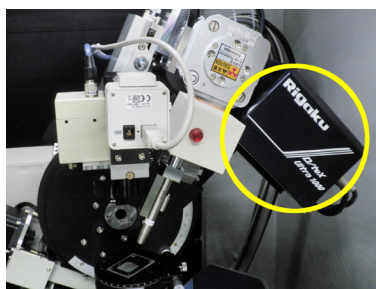
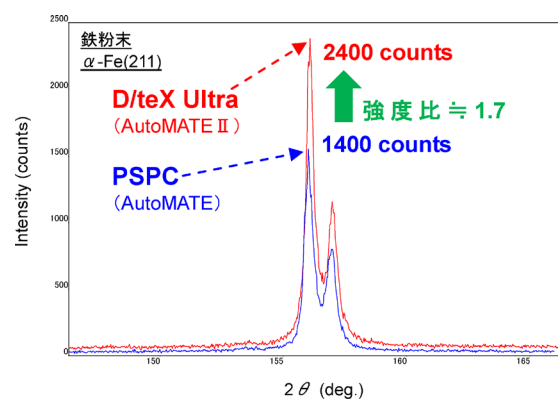


図1. 半導体1次元検出器 D/teX Ultra 1000.

Detector (SSD) 式の高感度な1次元半導体検出器です。図1は AutoMATE II に搭載した D/teX Ultra 1000 の写真です。図2は、 $\phi 1\text{ mm}$ のコリメーターを用いた鉄粉末 $\alpha\text{-Fe}(211)$ のピークプロファイルを PSPC と D/teX Ultra 1000 で測定した例です。従来の PSPC に比べて回折強度が約1.7倍に増加しました。



<測定条件>
 •X線源: $\text{CrK}\alpha$
 •管電圧-管電流: 40 kV-40 mA
 •コリメーター径: $\phi 1.0\text{ mm}$
 •計数時間: 20 sec.
 •測定反射: $\alpha\text{-Fe}(211)$
 •無歪回折角: $2\theta_0=156.08^\circ$
 •ステップ幅: 0.03°

図2. 新旧 AutoMATE で測定した鉄粉末 ($\alpha\text{-Fe } 211$ 反射) の回折ピーク。

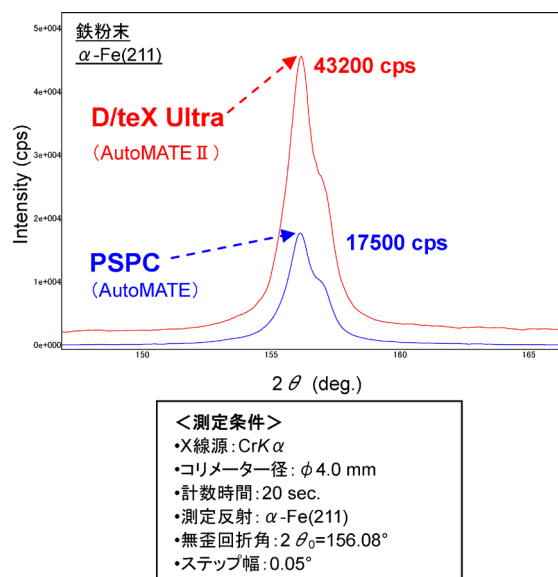


図3. D/teX Ultra 1000とPSPCの最大強度計数率.

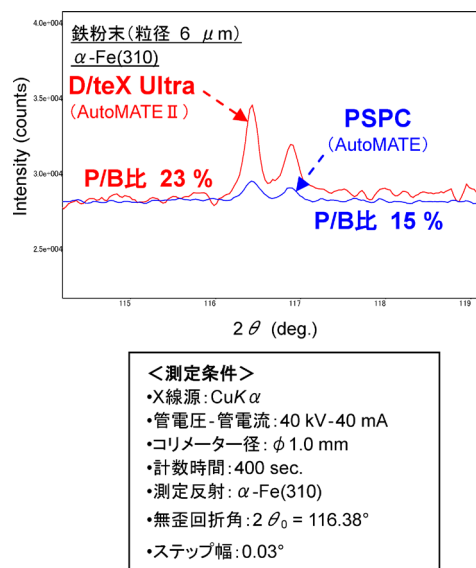


図4. D/teX Ultra 1000とPSPCのエネルギー分解能.

2.2. 高強度測定

D/teX Ultra 1000の計数率は 10^6 cps/strip $\times$ 1024 stripsです。粗大結晶粒あるいは集合組織を形成する試料からの高強度な回折線のプロファイルも、数え落としをすることなく検出できます。すなわち、溶接部、電磁鋼板、アルミニウム材など粗大結晶粒を形成する試料における残留応力測定に対して、数え落としなくピークプロファイルを検出します。図3にD/teX Ultra 1000とPSPCで測定した鉄粉末(α -Fe(211))の回折ピークを示します。D/teX Ultra 1000では、PSPCに比べて、観測強度の計数効率(cps)が約2.5倍に大きくなっていることが分かります。

2.3. エネルギー高分解能測定

エネルギー分解能が向上したことにより、従来のPSPCに比べて検出される反射のP/B比が高くなりました。Cu線源を用いた鉄系試料などの測定で問題となる蛍光X線を効率良く低減できます。

図4にCuK α 線を用いてD/teX Ultra 1000とPSPCで測定した鉄粉末(α -Fe(310)反射)の回折ピークを示します。D/teX Ultra 1000では、PSPCに比べて、P/B比が約1.5倍に向上していることが分かります。

3. 応用例 (揺動法による応力測定)

電磁鋼板は、強磁性体である鉄(Fe)に数%のケイ素(Si)を加えた磁気特性をもち、電気エネルギーと磁気エネルギーの変換効率が高い鋼です。電磁鋼板には、Siの添加量を増やすと鉄損(電力損失)が減少しますが、添加しすぎると結晶粒径が大きくなり鋼板が割れる性質があります。

図5は、負荷応力を試料(電磁鋼板)に掛けた状態の4点曲げ治具とひずみゲージを装着した電磁鋼板試

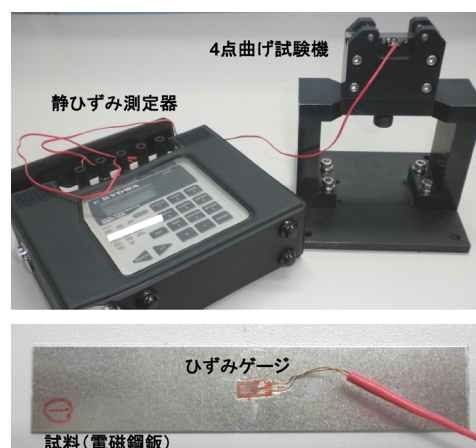


図5. 電磁鋼板における4点曲げ測定.

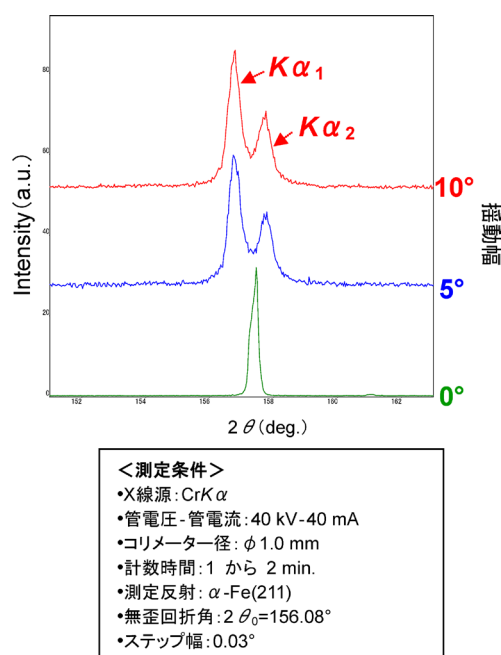


図6. 電磁鋼板における揺動の効果(コリメーター径 ϕ 1 mm, $\psi=0^\circ$).

表 1. 結晶粒径 $100\ \mu\text{m}$ の電磁鋼板の負荷応力測定結果.

コリメーター径	揺動幅	応力値 $\pm$ 信頼限界値 (MPa)	
		長手方向	短手方向
1 mm	$\pm 10^\circ$	247.44 ± 9.91	-33.68 ± 28.40
	$\pm 5^\circ$	248.35 ± 15.11	-41.12 ± 31.73
	0°	—	—

料の写真を示しています. 図 6 には, 結晶粒径 $100\ \mu\text{m}$

の電磁鋼板について, $\phi 1\ \text{mm}$ のコリメーターを用いて揺動幅を 0° , $\pm 5^\circ$, $\pm 10^\circ$ の 3 種類に変えて, $\alpha\text{-Fe}(211)$ について残留応力を測定した際のピークプロファイルを表示しています. 揺動幅 0° のときには, 正しい位置におけるピークプロファイルが観測されていませんが, 揺動幅が $\pm 5^\circ$ と $\pm 10^\circ$ では, $K\alpha_1$ 線と $K\alpha_2$ 線のピークが分離されて観測されていることが分かります.

測定結果は表 1 で示すように, 揺動幅 5° と 10° において長手方向および短手方向にほぼ同等の負荷応力が検出されています.