

A1 Machining

X線応力測定法と基礎評価

半導体型X線残留応力測定装置の開発

"X-ray Stress Measurement Method and Fundamental Evaluation"
Development of X-ray Residual Stress Measurement System using Semiconductors

キーワード | 非破壊検査・X線応力測定・残留応力・金属材料
半導体検出器・画像処理

技術開発本部／開発推進部

乾 典規 Noriki Inui

要 旨

金属などの結晶構造を有する材料は、外力や残留応力により結晶格子面の間隔にひずみが発生する。X線応力測定法は回折X線を計測することで、格子面間隔のひずみをブラッグの法則に基づいて回折角の変化量として検出し、フックの法則のもとに応力値に変換する手法である。

X線応力測定法は検出器の進化に伴い発展してきた。1960年代にはゼロ次元あるいは一次元検出器を用いて回折X線像(回折環)の一部を利用する $\sin^2\psi$ 法が確立され、現在まで世界標準法として用いられる。また、1980年代には二次元検出器を用いて回折環の全周あるいは大部分を利用する $\cos\alpha$ 法が登場した。とくに検出器にイメージングプレート(IP)を用いた装置が2012年に製品化され、急速に普及している。

IP型 $\cos\alpha$ 法装置により測定時間は1点につき60秒程度まで短縮され、部品製造工程での抜き取り検査測定や現場への持ち出し測定に利用されている。しかしながら、インラインでの検査利用は数秒程度のラインタクト内での測定が求められるため実現していない。

X線応力測定のインライン検査利用を実現するべく、IPに比べて高速読出し可能な半導体検出器を搭載した $\cos\alpha$ 法装置を開発した。本稿では、X線応力測定法について解説し、開発試作機の基礎評価について紹介する。

Abstract

A material with a crystal structure such as metal develops strain between crystal lattices due to external forces and/or residual stress. In X-ray residual stress measurement method, a lattice strain is detected as a change in diffraction angle based on Bragg's law when X-ray diffraction is measured. Then, the value is converted into stress by applying Hooke's law.

X-ray stress measurement method has advanced along with the evolution of detection devices. In the 1960s, $\sin^2\psi$ method was established to utilize a part of X-ray diffraction image (diffraction ring) with use of zero-dimensional or one-dimensional detector and has been utilized to the present as the world standard method. Additionally in the 1980s, $\cos\alpha$ method was developed. This method uses the entire or majority of the diffraction ring using a two-dimensional detector. In 2012, the detector specifically using imaging plate (IP) was produced and has rapidly gained popularity.

The detector with IP-type $\cos\alpha$ method has reduced the measurement time per part to roughly 60 seconds and has been utilized for sampling measurement inspection at the parts manufacturing process and measurement at the production floor. However, this method has not been realized for in-line inspection since the measurement must be completed in a few seconds within a specified line takt time.

NACHI has developed the device using $\cos\alpha$ method with a built-in semiconductor detector which enables higher-speed reading in compared to IP. This makes it possible to realize the use of X-ray stress measurement for in-line inspection. In this article, the X-ray stress measurement method is explained, and fundamental evaluation of its developed prototype device is introduced.

1. X線の回折現象

X線を単一の結晶粒に対して入射する場合を図1に示す。結晶粒は原子が規則正しく配列した格子面で構成され、この結晶粒に波長 λ の特性X線を入射すると、次式の回折条件(Braggの式)のもとに回折X線が発生する。

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

ここで、 d は格子面間隔、 θ は入射X線と回折X線のなす角(回折角)であり、回折次数を示す n は正の整数で通常は1として扱う。

材料に応力が発生する場合、格子面間隔 d が Δd だけ変化するが、波長 λ は一定であることから式(1)より回折角 θ が $\Delta\theta$ だけ変化する。そこで、無ひずみ状態の格子面間隔 d_0 に対する回折角を θ_0 として、格子面法線が試料法線に対して ψ だけ傾いたとき、回折面法線方向のひずみ ε_ψ は式(2)により得られる。

$$(2) \varepsilon_\psi = \left(\frac{d_\psi - d_0}{d_0} \right)_\psi = -(\theta_\psi - \theta_0) \cdot \cot\theta_0$$

したがって、X線応力測定は回折X線を検出して回折角を計測し、式(2)により得たひずみをフックの法則により応力に変換する手法である。

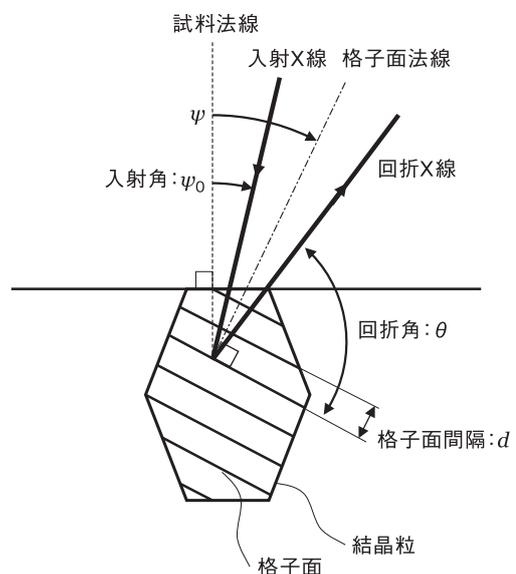


図1 結晶粒によるX線回折現象

2. X線応力測定法の原理

前項では単一の結晶粒に対する回折現象について解説したが、金属材料は方位の異なる結晶が無秩序に配置された多結晶体である。本節では多結晶体のX線応力測定法として開発試作機に採用した $\cos\alpha$ 法の測定原理を紹介する。

図2は多結晶体の各結晶粒の方向と応力方向の関係を示している。図2(a)のひずみ状態では各結晶粒の格子面間隔は同一であるが、図2(b)のように巨視的な圧縮応力が試料全体に加わると、格子面法線が応力方向に近いほど格子面間隔が小さくなる(すなわち回折角が大きくなる)。

$\cos\alpha$ 法の測定では、X線の照射面積が数 mm^2 程度になるように設定するため、上記の格子面間隔および、回折角の変化から、入射X線を軸とした円錐状に回折X線が発生する。この円錐の底面は回折環(Debye-Scherrer ring)と呼ばれる。

図3(a)は $\cos\alpha$ 法の光学系であり、二次元検出器を用いて回折環を二次元画像として撮像する。図3(b)は撮像された回折環の座標系であり、回折環中心を基準として半径 R と中心角 α を用いた極座標で表わされ、半径 R は測定試料距離(検出器平面とX線照射点の間隔)を介して回折角 2θ に換算できる。回折角 2θ に対して検出強度の分布をとると、図3(c)に示す回折プロファイルが得られ、式(2)により回折X線ひずみを算出できる。

ここで、二次元検出器では回折環の全周あるいは大部分が検出できることから、設定した中心角 α の数に応じた回折X線ひずみが得られ、 α 角 90° ごとに4分割して ε_α 、 $\varepsilon_{\pi+\alpha}$ 、 $\varepsilon_{-\alpha}$ 、 $\varepsilon_{\pi-\alpha}$ と定義する。回折X線ひずみを座標変換し、試料座標系の x 方向の垂直応力 σ_x を測定する場合、式(3)に示すひずみパラメータ a_1 を用いて式(4)が得られる。

$$(3) a_1 \equiv \frac{1}{2} [(\varepsilon_\alpha - \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} + \varepsilon_{\pi-\alpha})]$$

$$(4) \sigma_x = -\frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta} \frac{1}{\sin 2\psi_0} \left(\frac{\partial a_1}{a \cos \alpha} \right)$$

また、 xy 平面上のせん断応力 τ_{xy} を測定する場合、式(5)に示すひずみパラメータ a_2 を用いて式(6)が得られる。

$$(5) a_2 \equiv \frac{1}{2} [(\varepsilon_\alpha - \varepsilon_{\pi+\alpha}) - (\varepsilon_{-\alpha} + \varepsilon_{\pi-\alpha})]$$

$$(6) \tau_{xy} = \frac{E}{2(1+\nu)} \frac{1}{\sin 2\eta} \frac{1}{\sin \psi_0} \left(\frac{\partial a_2}{a \sin \alpha} \right)$$

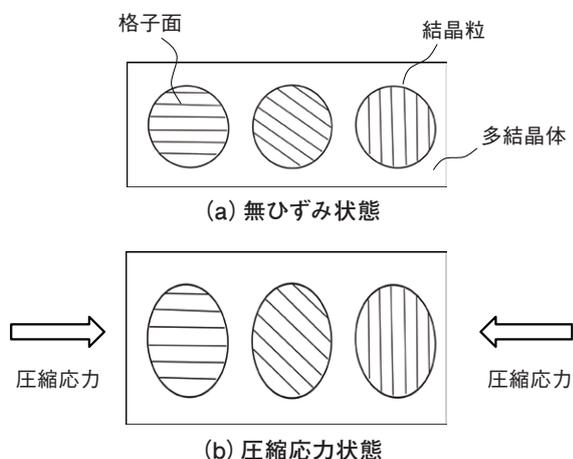


図2 応力による格子面間隔の変化

式(4)(6)より a_1 は $\cos\alpha$ に、 a_2 は $\sin\alpha$ に対して直線的に変化することを示している。図3(d)は a_1 を $\cos\alpha$ に対してプロットした $\cos\alpha$ 線図であり、直線近似した傾きを用いて垂直応力を算出する。

本節で紹介した $\cos\alpha$ 法と世界標準法である $\sin^2\psi$ 法のそれぞれの特徴を表1に示す。 $\sin^2\psi$ 法はゼロ次元あるいは一次元検出器を回折角方向に走査して回折角を直接的に検出し、応力に換算する。その際、回折環の一端を使用するため、複数の入射角からの回折環が必要となる。したがって、精密な測角機構により装置が大型化しやすく、測定に時間がかかる。一方、 $\cos\alpha$ 法は単一回折環の全周あるいは大部分の半径から回折角を決定し、検出器上の4点のひずみの相対関係から応力を算出するため、ラフなレイアウトで短時間の測定が可能である。

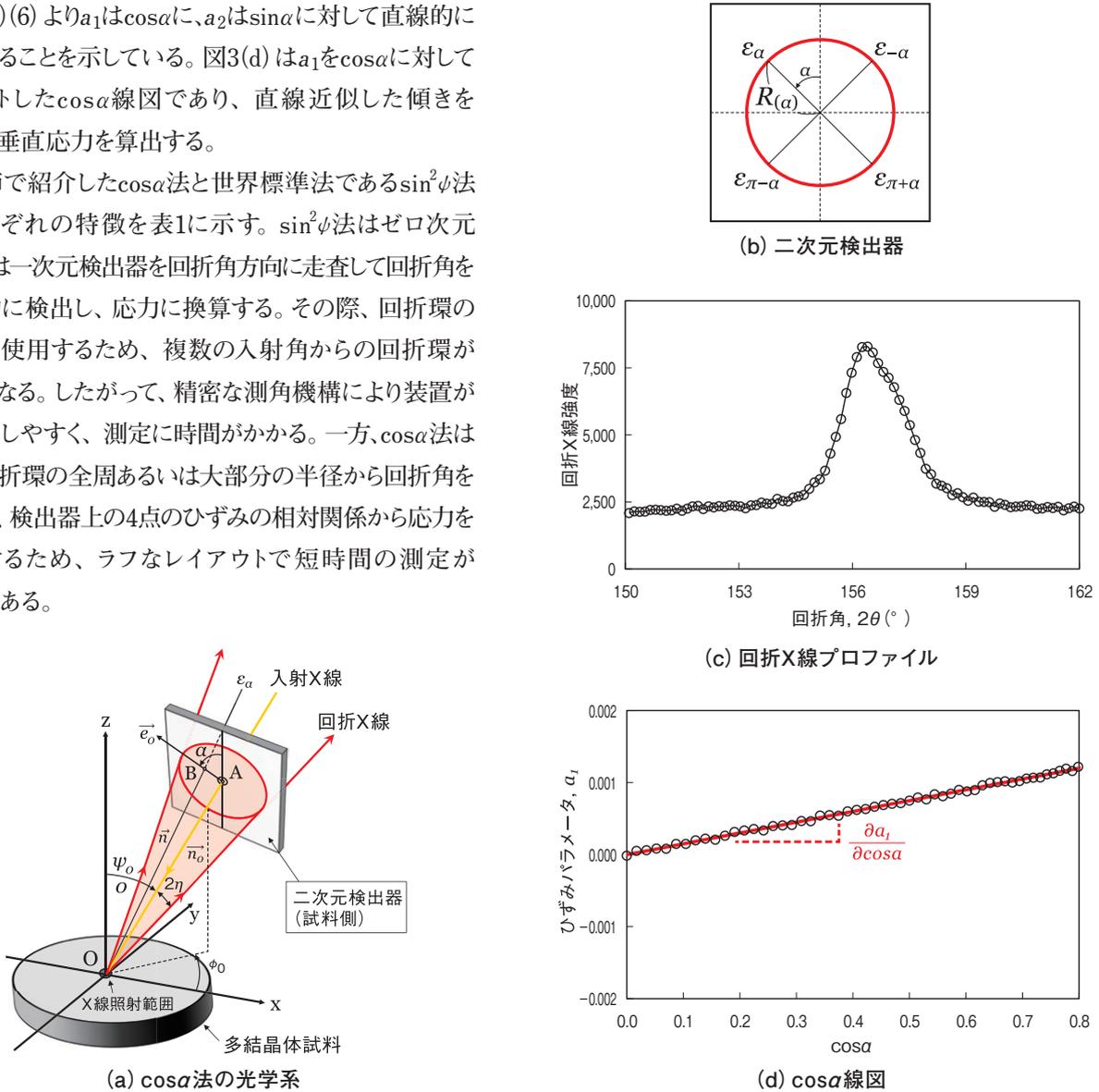


図3 $\cos\alpha$ 法による応力測定

表1 測定方法の比較

	$\cos\alpha$ 法	$\sin^2\psi$ 法	備考
検出器	二次元検出器	ゼロ・一次元検出器	
装置主要部	X線源・検出器	X線源・検出器・角度制御機構	
主要部寸法	0.004m ³ 以下	1m ³ 以上	
可搬性	○	×	$\cos\alpha$ 法は小型かつラフなレイアウト
情報量	○	×	$\cos\alpha$ 法は回折環全周を利用
測定時間	1秒～数十秒	5分以上	

3. 半導体検出器型X線応力測定装置

本節では半導体検出器を搭載したX線応力測定装置の装置構成について解説する。

表2に $\cos\alpha$ 法測定に使われてきた検出器の沿革を示す。研究開始当初の1980年代ではX線フィルムが用いられ、読出し工程を手作業で行なうことから工業利用は困難であった。その後、2012年にイメージングプレート(IP)を搭載した装置が登場し、自動読出しかつ測定時間が60秒程度まで短縮されたことで急速に広まった。しかしながら、X線応力測定によるインライン全数検査の実現には、ラインタクト内で回折環の撮像を完了する必要がある。機械部品製造のラインタクトは数秒程度である場合も多く、IP型装置からさらなる高速化が必要不可欠である。

そこで、半導体検出器がX線を電荷に即時変換して回折環画像を生成することができることに着目し、半導体検出器を搭載したX線応力測定装置を開発した。

開発試作機の主要な装置構成を図4に示す。図4(a)に示す測定ヘッドは試料へのX線入射および、回折環を撮像する機能がある。X線管から発生したX線は円錐状に広がりながら直進する。ここで、円筒形状のコリメータを通過することで入射X線を小径化し、試料に入射させる。試料からの回折環をコリメータの周囲に搭載した半導体検出器で撮像する。X線は不可視であるため、X線管側面に取り付けられたレーザー変位計により照射点を視認しつつ、測定試料距離を検出する役割がある。

図4(b)に示す測定ユニットは、測定ヘッドを試料距離およびX線入射角制御用の $z\theta_0$ ステージに搭載し、試料を測定位置制御用の xy ステージに設置する。本来 $\cos\alpha$ 法の測定には各ステージは不要だが、測定の自動化や再現性の向上を目的として標準仕様に組み込んだ。

図4(c)は装置外観であり、X線遮蔽ボックス内に測定ユニットを設置し、その制御機器や電源などがボックス外に設置した。測定ユニットをPCから制御することで被ばくの危険なしで測定できる。また、試料の応力分布の測定や繰り返し測定など、連続的に多数の回折環を撮像する場合は水冷チラーによって検出器基板の温度を一定に保つことで高精度な測定が可能である。

なお、図4の装置構成はラボ内での研究開発への利用に最適化した仕様であり、測定ヘッドの空冷仕様や現場に持ち出しできる可搬仕様、インライン検査に最適なインライン仕様など、用途に応じた機能を現在開発中である。

表2 検出器の沿革²⁾³⁾

年代	1970年代～	2012年～	現在
検出器	X線フィルム	イメージングプレート	半導体
読出しイメージ			
工程	現像・定着・洗浄	レーザー照射・光電子変換	X線を電荷に即時変換
読出し時間	30分以上	数十秒	数ミリ秒

4. 開発試作機に搭載した半導体検出器 (INTPIX4NA)

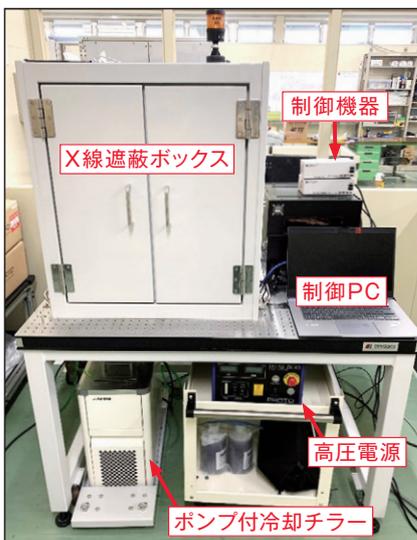
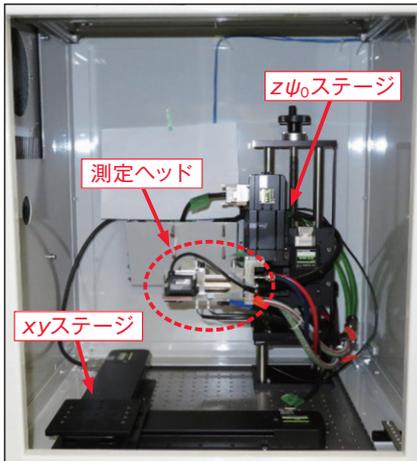
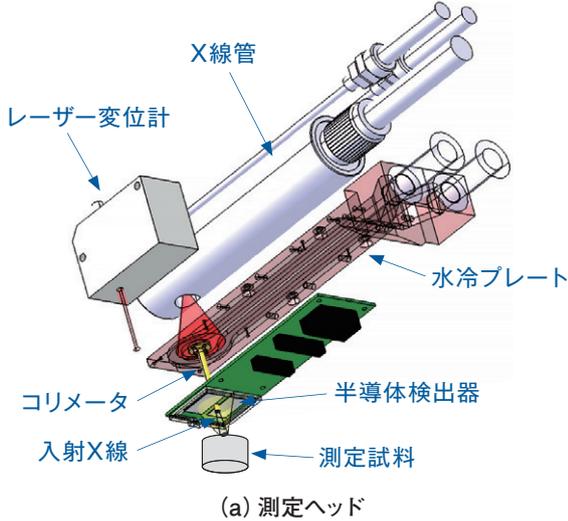


図4 開発試作機

本節では開発機の回折環の検出に使用した半導体検出器を紹介する。

表3に半導体検出器の特徴を示す。裏面照射型CMOSセンサは検出感度と撮像スピードを両立できるため、開発機の検出器に選定した。

裏面照射型CMOSセンサの一種であるSOI検出器の構造を図5に示す。SiO₂の絶縁層を介して比抵抗の異なる2枚のシリコンウェーハを接合した構造となっており、高比抵抗側(検出部)は通過したX線量に応じて電荷が発生し、低比抵抗側(回路部)で電荷の収集などの動作制御を行なう。なお、1画素の大きさは17 μ m角でチップ1枚は約43万画素(832 \times 512画素)で構成される。

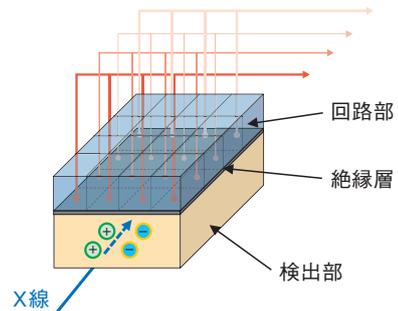
NACHIでは高エネルギー加速器研究機構で開発されたSOI検出器であるINTPIX4を改良したINTPIX4NAを製造し、X線検出器として開発試作機に搭載した。

INTPIX4NAは、X線のエネルギーが20keV以下の領域における検出能力が高い特徴があり、5～10keV程度の回折X線を撮像する応力測定において最適な検出器である。

表3 半導体検出器の特徴

	CCDセンサ	通常のCMOSセンサ	裏面照射型CMOSセンサ
感度	○	×	○
画質	○	△	△
消費電力	×	○	○
撮影スピード	×	○	○
コスト	×	○	△

X線量に応じた電荷を各画素で収集



5. 開発試作機による基礎評価

本節では、開発試作機の基礎評価として測定精度を評価した結果を解説する。

測定試料と測定条件の詳細を表4に示す。試料は鋼材の市販応力標準片(新東工業株式会社製)を使用した。標準片は無応力片と高応力片の2種で、それぞれの応力公称値はメーカーによる $\cos\alpha$ 法での応力測定値である。

測定は各試料の同一点に対して30回繰返し測定し、測定1回(すなわち単一回折環)の応力値信頼性と30回の繰返し精度を評価した。また、測定時間は1回につき1秒に設定した。

X線応力測定は、試料に適した波長のX線管を使用するため、本実験では一般的に鋼材の測定に用いられるCrターゲットX線管を使用した。なお、材質ごとの代表的なX線ターゲットを表5に示す。

$\cos\alpha$ 法では2節で紹介したように $\cos\alpha$ 線図を直線近似し、その傾きから応力値を決定する。そこで、本項では近似直線の標準偏差 σ を単一回折環の測定精度と定義した。あわせて、30回の応力標準偏差を σ_r とし、測定値の99.7%信頼区間である $3\sigma_r$ の値を繰返し精度と定義した。

無応力片から得た単一回折環の測定解析データを図6に示す。試料からの回折X線は図6(a)に示す回折環画像として得られる。これを2節にしたがって解析することで図6(b)の回折プロファイルや図6(c)に示す $\cos\alpha$ 線図を得る。 $\cos\alpha$ 線図から算出した応力値±標準偏差 σ は $-6\pm 3\text{MPa}$ であった。

図7は30回繰返し測定の結果である。実際のインライン検査を想定すると、工程不良による異常箇所と正常箇所では、応力値は数十～数百MPaほどの差があると予測できる。そこで本検証では、その差に対して十分小さい値である公称値±30MPaを赤線と青線で示した。

いずれの試料においても30回測定した応力値は公称値±30MPaの範囲内であった。また、平均値±標準偏差 σ_r は、無応力片で $9\pm 10\text{MPa}$ ($3\sigma_r=\pm 30\text{MPa}$)、高応力片で $-358\pm 7\text{MPa}$ ($3\sigma_r=\pm 21\text{MPa}$)であった。

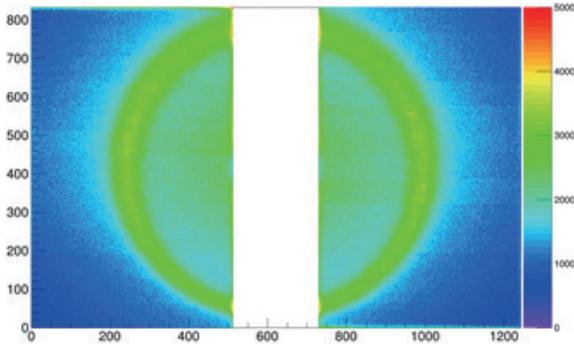
したがって、本節の精度検証により、開発試作機は測定時間1秒でのインライン全数検査適用に十分な測定精度を有することが明らかとなった。

表4 測定試料と測定条件

項目		パラメータ	
測定試料	試料	市販応力標準片	
	応力公称値	0MPa	-374MPa
	材質	Fe粉体	銅
測定条件	X線ターゲット	Cr	
	出力	80W(20kV×4.0mA)	
	繰返し測定回数	30回	
	測定時間	1秒/回	
	解析時間	4秒/回	

表5 試料材質に適したX線ターゲット

試料材質	X線ターゲット
α -Fe(フェライト・マルテンサイト)	Cr / Co
γ -Fe(オーステナイト)	Cr / Mn
Al	Cr / Co / Cu
WC	Co / Cu



(a) 回折環画像

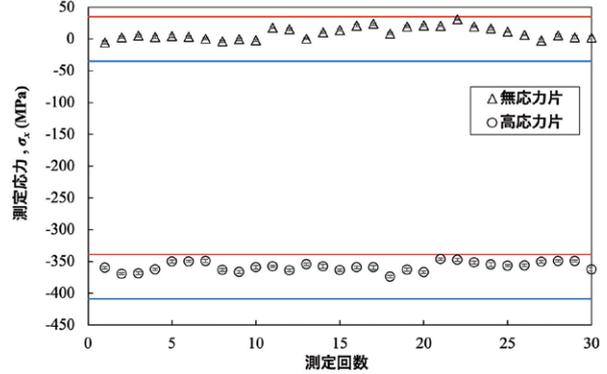
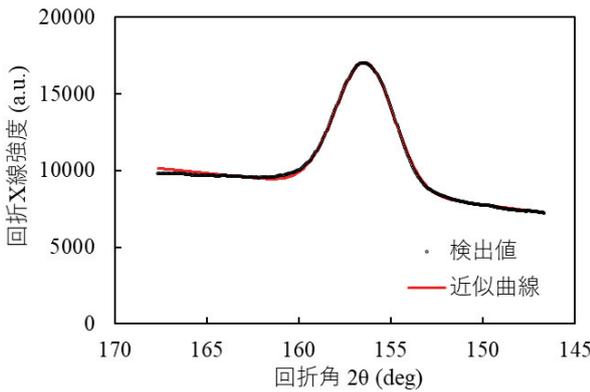
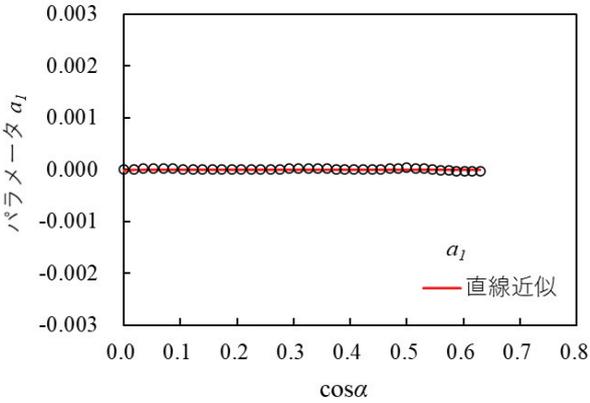


図7 30回繰返し測定結果¹⁾



(b) 回折X線プロフィール



(c) $\cos\alpha$ 線図

図6 無応力片から得た単一回折環データ¹⁾

6. まとめ

本稿ではX線応力測定法について解説し、開発した半導体型X線応力測定装置の測定精度について紹介した。

X線応力測定法は $\sin^2\psi$ 法が主流であったが $\cos\alpha$ 法の登場により、簡略かつ短時間での測定が可能となった。さらに、NACHIでは、回折環の撮像に適した半導体チップを製造して $\cos\alpha$ 法装置に組み込むことで、X線照射1秒で応力の高精度測定が可能となる装置を開発した。この測定装置はインラインでの全数検査に十分な速度と精度を有している。

NACHIはこれまで培ってきたロボットや工作機などの制御技術、熱処理や機械加工の知見を集結し、インライン全数検査を実現する。あわせて、ユーザーニーズに沿った仕様を提供していく。

参考文献

- 1) 乾 典規・佐々木 敏彦・三井 真吾: SOIPIXを用いたX線応力測定装置の基礎検討と検査適用評価, 非破壊検査, 72巻(1), pp.29-32
- 2) 岩本 貢・菊池 初太郎: 写真法によるX線応力測定法における露出時間について, 材料, 13巻(135), pp.923-929, (1964)
- 3) 吉岡 靖夫: 最近のX線応力測定技術, 材料, 37巻(417), pp.690-696, (1988)