

# 2次元検出器による内部ひずみ評価法の研究

## Study on Evaluation of Internal Stresses using Area Detector

新潟大学	鈴木 賢治	Kenji SUZUKI	Member
原子力機構	菖蒲 敬久	Takahisa SHOBU	Non Member
徳島大学	城 鮎美	Ayumi SHIRO	Non Member
高輝度光科学研究センター	豊川 秀訓	Hidenori Toyokawa	Non Member

An area detector technique has to be applied to the strain scanning method for the coarse grains. A new rotating slit system was designed for a 2-dimensional (2D) detector strain scanning method. The rotating slit system focuses the 2D detector on the center of the goniometer, and the gauge volume is made by the rotating slit system. The stress measurements were examined by the rotating slit and 2D detector. The measured diffraction spots shifted for the 2D strain scanning. The magnitude of the shift of the diffraction spot was very large as compared with the shift due to the strain. This phenomenon was caused by interaction between the gauge volume and the coarse grain. That is a coarse grain effect. To overcome the coarse grain effect, we propose a diffraction spot trace method (DSTM), which is constructed by the rotating slit and the PILATUS detector. The bending stress distribution of the coarse grain aluminum alloy was measured by DSTM. The agreement between the measured stress and the applied stress is very good.

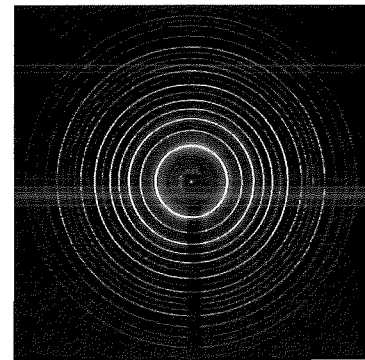
**Keywords:** Coarse grain, X-Ray Stress Measurement, Synchrotron, Rotating-slit, PILATUS

### 1. 緒 言

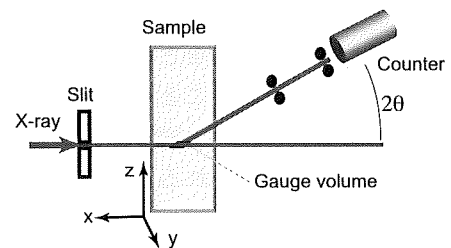
材料の実応力を知ることは、構造健全性や製造物の信頼性において重要である。近年、材料の内部の実応力を中性子や高エネルギー放射光を用いて評価するひずみスキャンニング法がある<sup>[1]</sup>。この新しい光源を利用した応力評価方法が急速に発展してきたことにより、内部の応力分布測定の手法も確立しつつある<sup>[2]</sup>。高エネルギー放射光は、透過力では中性子よりも劣るが、空間分解能に優れており、表面付近の応力分布測定に適している。細粒の材料であれば、Fig. 1 (a)に示すようなきれいな回折環を得ることができるので、Fig. 1 (b)に示すダブルスリット光学系とシンチレーションカウンターのような0次元X線検出器で、ゲージ体積 (gauge volume) の応力を測定することが可能である。つまり、回折装置の0次元検出器を Fig. 1 (a) の回折環の半径方向にスキャンニングすることで、回折角  $2\theta$  の変化からブラッグ条件を用いて格子ひずみ応力を評価する。

しかし、測定対象が粗大粒を持つ材料であったり、入射スリットを絞って微小領域に照射すると回折環は得られず、Fig. 2 (a)に示すような回折スポット像となる。この回折スポット中心を正確に通るように0次元検出器を走査することは困難であり、X線による粗大粒や微小領域の応力測定は困難視されていた。

本研究では、それを解決するために Fig. 2 (b) に示す2次元検出器による測定法である2次元ひずみスキャンニング法を検討する。特に、回転スリット光学系の有効性と2次元検出器の精度などの基礎的研究について報告する。また、計数型2次元検出器 PILATUS と回転スリットを組み合わせ、粗大粒の内部応力を評価する手



(a) Diffraction rings



(b) Strain scanning method by point detector

Fig. 1. Conventional strain scanning method for fine grain material.

法を提案し、その有効性を実証する。

## 2. 2次元検出器による内部応力評価方法

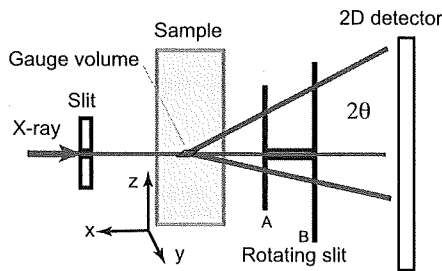
### 2.1 回転スリット

回折装置の0次元検出器では、Fig. 1 (b)のようにカウンターの前にダブルスリットが用意され、回折中心をカウンターが見ようになっている。その結果、ダブルスリットで作られるゲージ体積からの回折を測定することができる。これと同様の原理で、2次元検出器に対してもゲージ体積を作る方法を考えなければならない。2

連絡先: 鈴木賢治 〒950-2181 新潟市西区五十嵐二の町 8050 番地,  
新潟大学教育学部, 電話 025-262-7087  
E-mail: suzuki@ed.niigata-u.ac.jp



(a) Diffraction spots



(b) Strain scanning method by 2D detector

Fig. 2. 2D strain scanning method for coarse grain materials.

次元検出器用のスリットについては、これまでコニカルスリットおよびスパイラルスリットが開発され、応力測定に活用されている。コニカルスリットは円すいの単一のスリットを利用してゲージ体積を作り、スキミングすることで内部の応力を評価する手法であるが、単一スリットのため測定対象の回折角に対応したスリットを作成しなければならず、任意の回折角に対して対応することができない<sup>[3,4]</sup>。また、スパイラルスリットは、スリットの方位角により、ゲージ体積の位置が異なることを利用して内部応力分布を測定する利点があるが、方位角により深さが変わり解析が煩雑である<sup>[5,6]</sup>。

本法では、Fig. 2 (b) に示すように2次元検出器のあらゆる面がすべて回折中心に焦点を結ぶようなスリットを開発する。方位角  $\varphi$  (2次元検出器の回折環の円周角度) に依存せずに検出器の半径がすべて回折角  $2\theta$  を与えるようなスリットを設計するには、Fig. 2 (b) の回転スリット A と B が相似なスリット曲線を持つ必要がある。本研究では、2次元検出器に適した曲線としてアルキメデス螺旋およびインボリュート曲線を採用した。アルキメデス螺旋は、次式となる。

$$r_A = a\varphi, \quad r_B = b\varphi \quad (1)$$

ただし、 $r_A$  および  $r_B$  は回転スリット A, B のそれぞれの半径、 $\varphi$  は方位角である。また、インボリュート曲線の場合は

$$r_A = a\sqrt{1+\varphi^2}, \quad r_B = b\sqrt{1+\varphi^2} \quad (2)$$

で表され、 $a, b$  はそれぞれの回転スリットの基礎円半径である。これらのスリット曲線の  $a, b$  の値とスリット間隔  $L$  により、スリット A と焦点 O との距離  $F$  は、

$$F = \frac{aL}{b-a} \quad (3)$$

となる。つまり、これらの曲線では焦点間距離  $F$  が方位角  $\varphi$  に無関係であり、2次元検出器のすべての位置  $(x, y)$  が焦点 O を向くことを数理的に証明できる。同位相に回転スリット A と B を組立て、同一軸で回転をすることで、2次元検出器全面に焦点 (ゲージ体積) からの回折像を得ることができる。

本実験の回転スリットの諸元は、アルキメデス・スリットについては、 $a = 5/\pi$  mm,  $b = 10/\pi$  mm,  $L = F = 100$  mm である。スリット材料は板厚 2 mm のタンタル製で、スリット幅は 1 mm である。インボリュート・スリットについては基礎円  $a = 50$  mm,  $b = 70$  mm,  $L = 115$  mm,  $F = 287.5$  mm で製作した。スリットは板厚 2 mm の鋼製、スリット幅は 1 mm である。

## 2.2 2次元検出器

ひずみを測定するには2次元検出器の精度および性能も重要である。実際の実験を想定すると、ひずみ測定に求められる検出器の性能は、露光と読取り時間を合わせた測定効率、ひずみ測定に相応しい空間分解能の両者が要求される。本実験では、2次元検出器としてイメージングプレート (IP: imaging plate) およびパルス計数型 X 線画像検出器 (PILATUS: pixel apparatus for the SLS) を用いた<sup>[7]</sup>。

IP は低エネルギー X 線から高エネルギー X 線に対しても検出効率がよく、検出器面積が  $400 \times 400$  mm<sup>2</sup> と広く、解像度が 0.1 mm/pixel の優れた空間分解能を持っており、ひずみ測定の2次元検出器として期待できる。また、回折中心と IP との距離  $L_0$  は 450.01 mm である。その反面、露光、読み取り、消去の処理があるので、測定時間を要する。また、測定のたびに IP の着脱するので誤差要因になる。IP は積分型の検出器でバックグラウンドも含めたすべての X 線をカウントするので、長時間の測定には適していない。

一方、PILATUS 検出器 (100K) の検出部面積は約  $84 \times 34$  mm<sup>2</sup> で IP より狭く、空間分解能 172  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  で  $487 \times 195$  pixel を持つ2次元アレイである。回折中心と PILATUS 検出器までの距離  $L_0$  は、1,603.6 mm である。X 線エネルギー 10 keV から 30 keV に対しては検出効率が 90% 以上であり、波高弁別ができノイズなしで回折光子をカウントできる利点を持つ。さらに、検出器をそのままにして、効率よく測定できる。PILATUS は、IP の持つ弱点と対照的な検出器といえる。

Fig. 3 に実際の測定装置の一例を示す。入射した X 線は 4 象限スリットで  $0.2 \times 0.2$  mm<sup>2</sup> に絞られ、試料

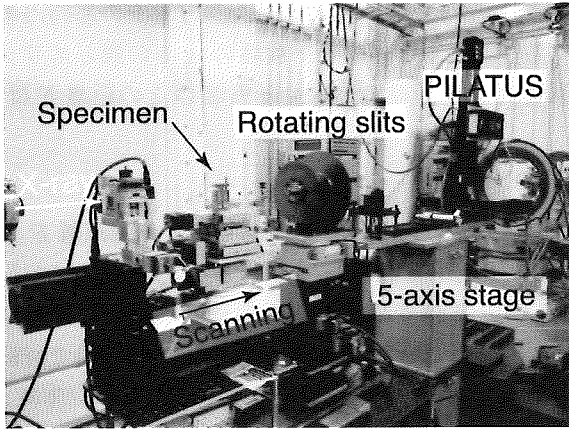


Fig. 3. Experiment with rotating slit and PILATUS.

を透過する。試験片からの回折X線は、回転スリットにより回折中心からのX線が検出器に入る。回転スリットは、5軸ステージを調整して回転軸が入射ビームと一致するように、また回転スリット焦点と回折中心が一致するように調整した。図中の検出器は PILATUS 検出器であり、検出器面積が小さいので目的の回折が測定できる位置に移動できるように、PILATUS を2軸ステージに載せている。図中の試験片は  $xyz$  ステージに載っており、スキャンニングすることで応力分布を測定する。本実験では大型放射光施設 SPring-8 の BL19B2 および BL22XU の2カ所のビームラインにて複数回の実験を行い、2次元検出器によるひずみ測定の基礎的実験を実施した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 2次元検出器による細粒の内部応力評価

まず、2次元検出器 IP が、高エネルギー放射光によるひずみ測定に対して十分な精度を持つか、理想的な結晶材料の連続回折環で精度を検証した。板厚 2 mm、幅 15 mm の S45C 焼きなまし平板試験片を用意して、油圧ピストンにより引張り試験をしながら IP にて回折環を測定して負荷応力をその場測定した。

S45C 平板試験片の引張り試験結果を Fig. 4 に示す。平板試験片に貼り付けたひずみゲージにて機械的負荷ひずみ  $\epsilon_A$  を測定した。油圧ピストンに装着した荷重変換器にて引張り荷重を測定して、機械的応力  $\sigma_A$  を求めた。IP の回折環は、211 回折から 521 回折まで 11 個の連続環が測定できた。測定した回折ひずみ  $\epsilon_{hkl}$  および Kröner モデルから計算した理論的回折弾性定数  $E_{hkl}$  から X 線応力  $\sigma_{hkl}$  を求めた。これらの X 線応力  $\sigma_{hkl}$  の平均値を IP による測定応力  $\sigma$  として図に示した。引張り試験の典型的な応力-ひずみ関係が測定され、機械的測定値と IP による測定値はよく一致している。このことから 67 keV の高エネルギー放射光による低い回折角 ( $2\theta = 10 \sim 20^\circ$ ) でも、IP を利用して応力を測定することは可能であり、2次元検出器の測定精度に問題はない。こ

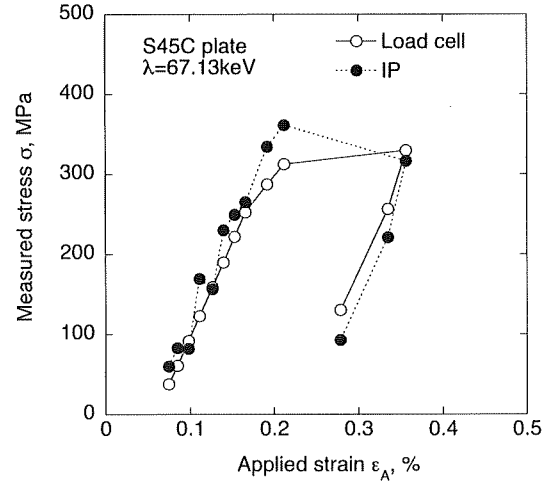


Fig. 4. Stress measurement of plate specimen by IP.

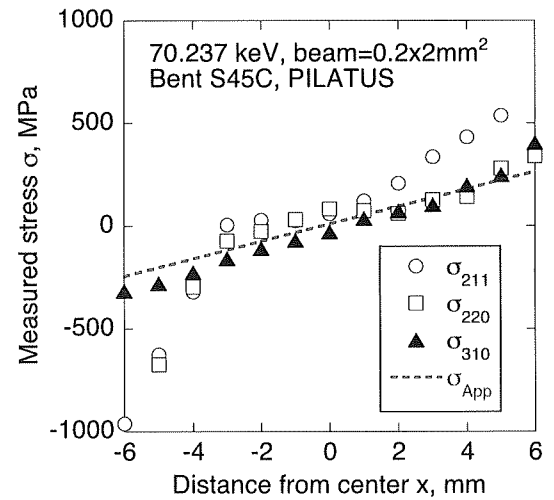


Fig. 5. Internal stress measurement by PILATUS.

の実験においては、使用したビームラインは BL22XU、ビームサイズは  $0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$ 、露光時間 2 分である。

さて、回転スリットを利用してひずみスキャンニング法で内部応力分布が測定できるかを実験的に試みた。その結果を Fig. 5 に示す。板厚 10 mm の S45C 試験片に曲げ応力分布を与え、圧縮側から引張り側までひずみスキャンニングした。負荷した曲げ応力は、試験片の圧縮と引張り側に貼ったひずみゲージから求めた。用いた検出器は PILATUS であり、X 線エネルギーは 70.23 keV である。測定された S45C の回折は良好な連続環で、 $\alpha$ -Fe の 211, 220, 310 回折が測定できた。ただし、PILATUS 検出器の高エネルギー X 線に対する計数効率が低いために露光時間が 40 分で、最も強い 211 回折でもそのピーク高さは約 70 カウントであった。しかし、積分型検出器の IP と違い、バックグラウンドはほとんどなく、パルス計数型検出器の優れた特性を確認できた。高エネルギー X 線の測定効率の高いパルス計数型 2 次元検出器の開発が望まれる。

Fig. 5に示すように、310回折を用いて得られた応力分布は、破線で示した負荷応力とよく対応し、応力分布が測定できる。しかし、211回折および220回折による応力値は中心から圧縮・引張り側の表面に近くなると、負荷応力から急激に外れてくる。これは、回転スリットで構成されるゲージ体積に試験片の表面が入ってくるために回折の中心がゲージ体積の中心と異なるために生じる表面効果である<sup>[8]</sup>。回転スリットは円板に垂直にスリットを切っているため、回折角が高いほど角度のコリメーションが厳しく、低回折角ほどコリメーションが甘くなる。その結果、211回折や220回折ではゲージ体積が大きくなり、表面効果が顕著に表れている。ただし、コリメーションを厳しくすると回折環が得られなくなるので、この問題はコリメーションを厳しくするだけでは解決できない。

### 3.2 粗大粒の応力評価

前述の実験では2次元検出器のひずみ測定精度を検討するために、細粒の試験片からの連続回折環を用いて応力を測定した。一方、粗大粒の場合は回折スポットを2次元検出器で測定して、ひずみを評価する必要がある。

まず、粒径170  $\mu\text{m}$ を持つオーステナイト系ステンレス SUSF316Lの板厚2 mmの平板試験片を用意した。前節と同様に、この平板試験片の両端に油圧シリンダーにて引張り負荷を与えた。負荷応力は油圧シリンダーにセットした荷重変換器で計測し、機械的ひずみを試験片に貼ったひずみゲージから求めた。X線波長エネルギーは67.13keVで、X線ビーム寸法は $0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$ である。放射光X線ビームを試験片に透過させ、IPにて回折スポットを撮影した。IPの露光時間は2分にて測定した。

粗大粒の回折の測定は0次元検出器では測定困難であっても、2次元検出器を用いることで測定ができた。引張り負荷過程を計測できる回折としては、420回折および511+333回折のみであった。2次元検出器を使った

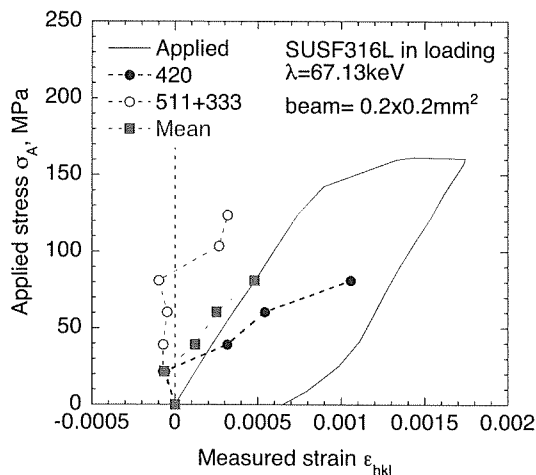


Fig. 6. X-ray stresses of stainless steel plate by IP.

としても、ある一定の回折スポット数が必要である。本実験では、IPを利用した2次元検出器の粗大粒測定は有効であった。測定された420回折および511+333回折を利用して測定した結果をFig. 6に示す。図では、IPにて測定したX線のひずみ $\epsilon_{hkl}$ を横軸に、荷重変換器から計測した負荷応力 $\sigma_A$ を縦軸に取った。図中の実線は、ひずみゲージと荷重変換器により測定した機械的引張り試験の結果である。Fig. 6の各回折は、引張り負荷による結晶粒の弾性変形挙動を示しているが、フックの法則に従った挙動とかなり異なる。420回折と511+333回折の平均を取ると、機械的弾性挙動の実線と対応している。個々の結晶粒は、周囲の結晶との関係を受け変形するので、1つの結晶粒が短軸引張りのフックの法則に従わなが、複数の結晶の平均的挙動は連続体の挙動に近づくことを示唆している。

以上のように粗大粒を測定する場合は、ある一定数の回折スポットを測定し平均することで機械的な応力を評価することができる。回折に寄与する結晶が極端に少なくなる場合は、機械的な値と異なり、個々の結晶の変形挙動を評価することになる。

### 3.3 回折スポット追跡法

粗大粒を持つ材料の内部の応力を評価するために、3.1項で用いた試験片と同じ寸法の片持ち曲げ試験片をアルミニウム合金(A5052)で製作した。これに所定の曲げ負荷をかけてひずみスキャンニングすることにした。PILATUSの検出効率を考慮してX線波長エネルギーを30 keVとした。測定ビームラインはSPRing-8の原子力機構専用ビームラインBL22XUで行った。板厚10 mmのアルミニウム合金試験片を透過するには波長エネルギー30 keVで十分である。ビーム寸法は $0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$ で、露光時間は60秒である。

Fig. 7にPILATUSで測定したAl試験片のX線回折スポットの画像例を示す。図に示すように、Alの200回折および111回折が測定された。回折スポットの数は少なく、板厚10 mmのスキャンニングで5点しか得られなかった。回折スポットのX線強度も強いものから弱いものまで分布していた。各スポットの領域の中で最大のカウントを示した画素を回折の中心と仮定した。測定については、回折スポットが得られる200回折を

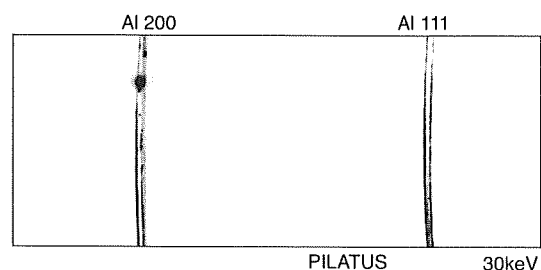


Fig. 7. Diffraction image of Al specimen by PILATUS.

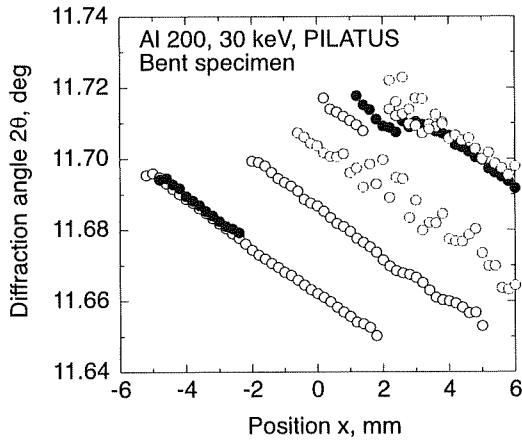


Fig. 8. Measured diffraction angle by 2D strain scanning method.

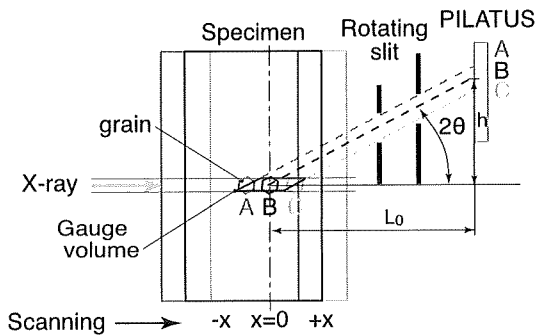


Fig. 9. Grain going through gauge volume.

利用して回折角  $2\theta$  を計測した。回転スリットは、高い回折角の方がコリメーションが厳しくなるので、ゲージ体積も小さくなり空間分解能も高い。

ひずみスキニングに伴う回折角  $2\theta$  の変化を Fig. 8 に示す。図からわかるように、各回折スポットは、スキニングに伴い回折角  $2\theta$  が徐々に減少し、やがて消えてゆく。それとは別な位置に回折スポットが現れて、同様に  $2\theta$  が減少して消えてゆく。このような挙動を繰り返してスキニングが終了する。このようにスキニングに伴いスポットによる回折角  $2\theta$  が系統的に変化する現象がみられた。

回折に関係する結晶粒が、スキニングに伴いゲージ体積中を移動する様子を Fig. 9 に示す。ステージが移動して試験片が A から B, C と移動することを考える。A においては、結晶粒がゲージ体積の図中左側にあり、その時の回折角は検出器の上側に回折が測定されるので、見かけの回折角  $2\theta = \arctan(h/L_0)$  が大きくなる。スキニングに伴いその結晶粒はゲージ体積中を移動し、ゲージ体積の右側を通過して、やがてゲージ体積から消える。このようなスキニング過程により、回折スポットが現れて回折角  $2\theta$  が底角度側にシフトして消えてゆく。例えば、ゲージ体積と試料表面とが干渉し、幾何学的回折中心と光学的中心がずれ、表面効果が生じる。

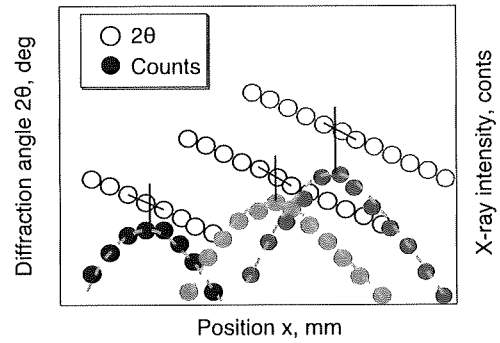


Fig. 10. Diffraction spot trace method.

これと同じように、粗大粒とゲージ体積との影響で、スキニングにより回折スポットが現れて回折角  $2\theta$  が減少して回折スポットが消えてゆく。

ここでは、ゲージ体積と粗大粒とが影響して変化する現象を「粗大粒効果」と呼ぶ。回転スリットのコリメーションを厳しくすることで、粗大粒効果を小さくすることができる。しかしながら、コリメーションを厳しくすると、回折に係わる結晶粒の数が減り、そして回折強度も減少するので、応力測定には不利である。ゆえに、ゲージ体積をある程度大きくしても粗大粒効果を解決できる測定方法を考えなければならない。その解決策として、本研究では回折スポット追跡法を提案する。

回折スポット追跡法は、Fig. 9 のようにゲージ体積中を回折に係わる結晶が通過するとき、その回折強度は徐々に大きくなり、極大を示した後に減少してゲージ体積から消えてゆく。回折角  $2\theta$  の変化に加え、回折強度も測定すると Fig. 10 に示す概略図のように結晶がゲージ体積の中心にあるとき最大の回折強度を示すはずである。ゆえに、回折強度が最大の位置の回折角  $2\theta$  を使うことで、粗大粒効果を解決することができるはずである。本研究では、PILATUS 検出器の読み出し速度が速いことを利用して、細かいステップでステージを動かし、回折強度の変化と回折角の変化を測定した。各回折スポットに対して回折強度とステージ位置との関係を放物線で近似して、その頂点位置を決定し、その頂点位置に対応する回折角  $2\theta$  を決定した。この方法を回折スポット追跡法 (DST 法: diffraction spot trace method) と呼ぶ。

提案した回折スポット追跡法により応力分布を測定した結果を Fig. 11 に示す。図中のプロットが測定された回折スポットから得られた応力値であり、破線が負荷した応力分布を示している。測定スポットが少ないが、測定結果は負荷応力分布とよく対応しており、回折スポット追跡法の有効性が実証された。回転スリットによる内部応力評価法により、粗大粒の応力測定の方法に道を開くことができた。PILATUS 検出器のような高速で読み取ることができる検出器と回転スリットを組み合わせ、

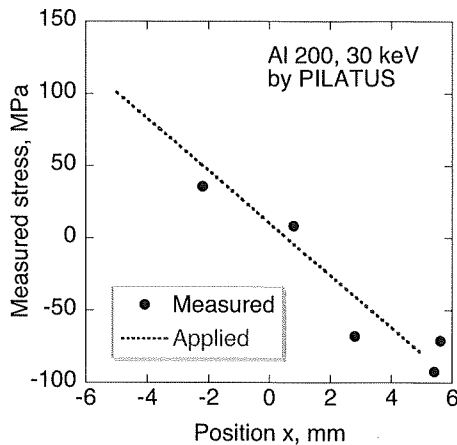


Fig. 11. Measured stress distribution by DST method.

回折スポット追跡法により応力評価をすることが期待される。今後は、PILATUS 検出器が高エネルギーに対しても測定効率が改善されること、ゲージ体積が回折角度に依存せず一定になる回転スリットの製作ができるならば、粗大粒の内部測定は格段に進歩するであろう。

#### 4. 結 言

本研究では、高エネルギー放射光において回転スリットと 2 次元検出器を利用した粗大粒の応力評価について研究した。得られた結果を以下にまとめる。

(1) 高エネルギー放射光を利用した応力測定の検出器としてイメージングプレートは十分な精度を持っていることが、S45C 平板試験片の応力測定により確認された。特に、各回折の平均値は機械的変化とよく一致した。一方、粗大粒を持つ SUSF316L 平板試験片の応力評価では、個々の結晶粒の挙動は機械的な値と一致せず、各スポットの平均値が機械的な値に近くなる。

(2) 回転スリットと 2 次元検出器を利用した内部の応力測定は、細粒を持つ材料については、連続な回折環を利用して内部応力を評価することができる。ただし、ゲージ体積と試料表面との表面効果があるので、回転スリットのコリメーションをある程度厳しくする必要がある。

(3) 粗大粒を持つ試験片の内部応力測定においては、回転スリットのコリメーションを厳しくすると回折そのものが得られなくなるので、ある一定のゲージ体積を持つ必要がある。また、ゲージ体積と結晶との関係で粗大粒効果が現れる。その解決のために、PILATUS 検出器と回転スリットを組み合わせた測定システムを利用した回折スポット追跡法を提案し、Al 試験片の内部応力を測定したところ、負荷応力と測定結果が一致し、回折スポット追跡法の有効性を確認した。

最後に、本研究の放射光実験は、日本原子力研究開発機構施設供用研究課題 (2008B-E15, 2009A-E06, 2009B-E15, 2010A-E04, 2010B-E10) および高輝度放射光科学研究センター重点産業利用課題 (2009B1810) によるも

のである。本研究は、文部科学省科学研究補助金基盤研究 (C) No. 21560081 の支援を得た。本実験は新潟大学教育学部学生の長谷川太一および小林真季子両君の協力により遂行した。これらの支援と協力に心より感謝の意を表します。

#### 参考文献

- [1] P.J. Withers, "Use of synchrotron X-ray radiation for stress measurement", *Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron Radiation*, ed. by M.E. Fitzpatrick and A. Lodini, Taylor & Francis, 2003, pp. 170-189
- [2] 例えば、田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明, 菖蒲敬久, "放射光による応力とひずみの評価", 養賢堂, 2009.
- [3] R.V. Martins and V. Honkimäki, "Depth resolved strain and phase mapping of dissimilar friction stir welds using high energy synchrotron radiation", *Texture and Microstructures*, Vol. 35, No. 3/4, 2003, pp. 145-152.
- [4] R.V. Martins, U. Lienert, L. Margulies and A. Pyzalla, "Determination of the radial crystallite microstrain distribution within an AlMg3 torsion sample using monochromatic synchrotron radiation", *Material Science & Engineering*, Vol. A402, 2005, pp. 278-287.
- [5] R.V. Martins, "Residual stress Analysis by Monochromatic High-Energy X-rays", *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science*, ed. by W. Reimers, A.R. Pyzalla, A. Schreyer and H. Clemens, 2008, Wiley-VCH, pp. 177-194.
- [6] R.V. Martins, C. Ohms and K. Decroos, "Full 3D spatially resolved mapping of residual strain in a 316L austenitic stainless steel weld specimen", *Material Science & Engineering*, Vol. A527, 2010, pp. 4779-4787.
- [7] 豊川秀訓, 兵藤一行, イメージを写す III (最新の 2 次元検出器), *放射光*, Vol. 22, No. 5, 2009, pp. 256-263.
- [8] 町屋修太郎, 秋庭義明, 鈴木賢治, 田中啓介, 栗村隆之, 小熊英隆, "高エネルギー放射光を用いたひずみスキニング法による残留応力分布測定", *日本機械学会論文集 A 編*, Vol. 71, No.711, 2005, pp. 1530-1537.

