

X線2次元検出器による粗大粒のひずみ測定の研究

A Study on Strain Measurement of Coarse Grains Using X-Ray Area Detector

新潟大学

鈴木 賢治

Kenji SUZUKI

Member

X-Ray diffraction spots from coarse grains of austenitic stainless steel, SUS316L, were measured with an area detector. The error of the measurement of the diffraction angle was investigated. “ π -method” was proposed to solve the error due to the position of the coarse grain. However, the π -method was not effective in solution of the error. A double-exposure method (DEM) was proposed as the measurement without error due to the position of the coarse grain. The DEM did not solve the error due to the divergent X-ray beam. From this study, it was found that the measurement error of the diffraction angle is caused by the position of each coarse grain and the divergence of the X-ray beam, when the diffraction angle is determined from the diffraction spot.

Keywords: X-Ray Stress Measurement, Coarse Grain, Area Detector, Imaging Plate, π -Method, Double Exposure Method

1. 緒 言

2次元検出器を利用したX線応力測定法として、これまで $\cos\alpha$ 法^[1]、2D法^[2]、直接法^[3]が提案されている。それらは、回折環が連続であれば、2次元検出器で十分に応力測定が可能である。2次元検出器を利用したX線応力測定法の標準が制定されれば、測定効率の優れた方法として普及することも期待できる。

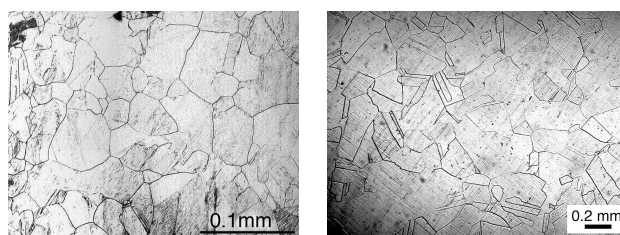
しかしながら、2次元検出器の利用に期待されていることは、0次元、1次元検出器で回折の測定困難な材料の応力測定である。その代表である粗大粒、集合組織、溶接部は、「X線応力測定の三大悪魔」と称され、これまでX線応力測定の困難材とされてきた。例えば、粗大粒からのX線回折は斑点状となり、それを0次元検出器で捉えることは困難である。これに対して、2次元検出器による回折斑点の検出は容易であり、回折斑点から精度よく回折角が測定できるのであれば、2次元検出器によるX線応力測定の対象が格段に広がるはずである。

粗大粒のひずみを測定するためには、回折斑点を利用して精度よく回折角を決定することが必要であり、回折斑点数の確保も必要となる。回折斑点から精度の高い回折半径を得るためには、回折半径の誤差要因について詳細に解析する必要があるが、それについての詳細な研究はなされていない。本研究では、粗大粒を持つ材料の回折斑点から得られる回折半径の誤差要因について検討した結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 材料および試験片

本研究に使用した材料は、オーステナイト系ステンレス鋼(SUS316L)を用いた。材料を切り出した後、4点曲げ試験片を機械加工にて製作した。試験片寸法は、長さ60 mm、幅10 mm、厚さ2 mmである。なお、機械加工の影響を除くため、試験片のX線測定面を電解研磨にて除去した。粗大粒の影響をみるために、Fig. 1に示す



(a) 35 μm

(b) 150 μm

Fig. 1. Microstructure of SUS316L

ように試験片の結晶粒を平均粒径35 μm と150 μm の2種類を用意した。

試験片に任意の負荷応力を与えるために、Fig. 2に示す4点曲げ治具を製作した。この治具の下部ボルトを回転させることにより引張応力 σ_A を試験片に負荷できる。その負荷ひずみ ε は、試験片の背面に貼ったひずみゲージにより測定した。この治具の特徴は、負荷ボルト側の円筒部をベアリングの内輪にはめ込み、曲げ応力を負荷したまま治具を回転できるところにある。この治具の回転は、後述する π 法で試験片を回転させるときに役に立つ。回折領域の中心、X線照射制限マスクの中心など、中心の割り出しには、対象物を回転

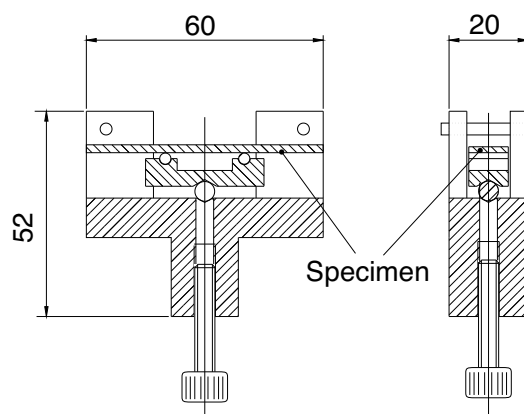


Fig. 2. Bending jig

させて中心を得る機構が必要となる。本実験のように、曲げ治具が回転することで中心を決定することができ、それによりX線の照射域の中心を得ることができる。

2.2 X線測定方法

本実験におけるX線条件を Table 1 に示す。高回折角に回折ピークが現れるように、Mn-K α 特性X線を用いて γ -Feの311回折を測定した。Crフィルターを用いてK β 線を除去した。管電圧は20 kVとし、管電流と露光時間はその都度調整した。

回折中心を得るときは、W粉末を試験片の照射領域に塗布して、W粉末(平均粒径1 μ m)の220回折を利用して回折中心を決定した。また、X線照射領域の中心と照射域制限マスク(直径3.5 mm)との中心が一致するように試料ステージで調整した。

本研究では、2次元検出器としてイメージングプレート(IP)を利用してX線回折を測定した。IPの空間分解能は垂直・水平方向ともに0.1 \times 0.1 mm/pixelで、IPの寸法は横252 mm、高さ201 mmである。IPの読み取りは、RAXIA-Di(リガク)を使用した。読み取りした画像データは、画像処理ソフトウェアImageJでフィルター処理を行い、詳細な解析は自作した専用プログラムで行った。

3. 結果および考察

3.1 π 法による回折角の測定

回折環が連続環であれば、試料面にX線を垂直入射する直接法で応力を測定することは十分可能である。しかしながら、回折像が粗大粒のために斑点を呈する場合、回折斑点が回折中心(X線照射域中心)に位置するとは限らない。回折半径 r は Fig. 3 に示すように各粒の位置ずれを含んでいる。その結果、斑点の位置が回折環からずれると、ひずみ測定における誤差の原因となる。また、回折斑点のずれが、回折中心のずれを引き起こすことも考えられる。

その対策として、X線の照射域中心と回折中心を一致させ、回折斑点による中心ずれを補正する方法とし

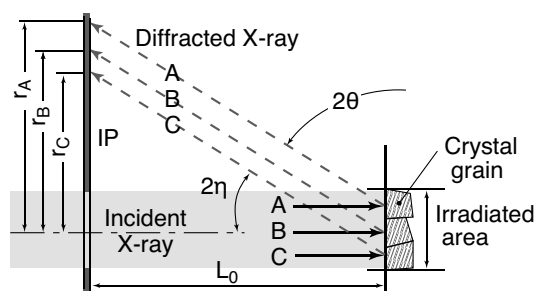


Fig. 3. Change in radius due to position of grain

て π 法を提案する。この方法は、円形の照射域制限マスクを試験片に貼り、そのマスクの中心と試料の回転中心を一致させる。平面応力であるために、 $\varphi = 0^\circ$ と 180° 回転に対して、応力状態は不変であることを利用して、試料の回転角度が $\varphi = 0^\circ$ と 180° の2箇所でも二重露光して回折像を得る方法である。 π 法では、

- 1) 試料を回転させることで、X線照射ビームの中心、照射域制限マスクの中心および回転中心を一致させることができる。
- 2) $\varphi = 0^\circ$ と 180° 回転の二重露光により、斑点が回転対称となるので、回折中心のずれが相殺される。
- 3) 試料の回転による二重露光で回折斑点数が増え、応力測定の精度が改善される。

の効果が期待できる。

π 法を試すために、Fig. 4 に示す回転台を製作し、曲げ試験片を装着した治具(Fig. 2)を任意に回転できるようにした。

π 法に使用したSUS316Lの曲げ試験片の平均粒径は35 μ mである。直径3.5 mmの円形の照射域制限マスクを試料に貼り付け、回折中心を決定するためにW粉末を試験片表面に塗布した。その回折像を Fig. 5 (a) に示す。図(a)に示すように粗大粒の影響で、回折斑点が連続回折環の上に現れている。なお、外周の連続環は回折中心を得るためのW粉末の220回折である。

Fig. 5 (a)の $\varphi = 0^\circ$ で2次元検出器に露光した後、さらに治具を 180° 回転させて、 $\varphi = 0^\circ$ と $\varphi = 180^\circ$ で二

Table 1. Conditions for X-ray measurement

Characteristic X-rays	Mn-K α
Wavelength	2.10314 Å
Filter	Cr
Tube Voltage	20 kV
Diffraction	γ -Fe, 311
Diffraction angle, $2\theta_0$	152.313 deg
Plane spacing, d_0	1.083001 Å
Area detector	Image plate (IP)
Detector dimensions ($w \times h$)	2520 \times 2010 pixel
Pixel size	0.1 \times 0.1 mm/pixel

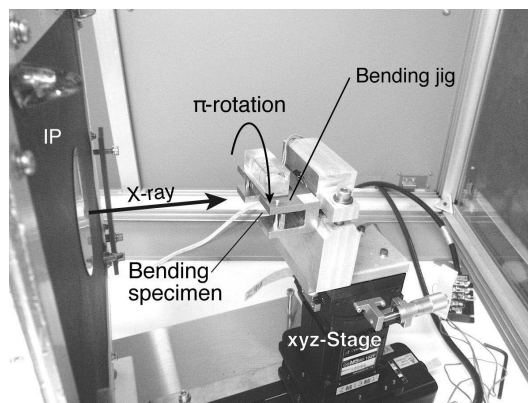
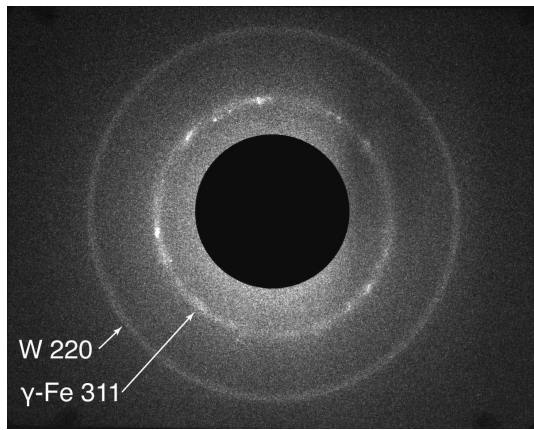
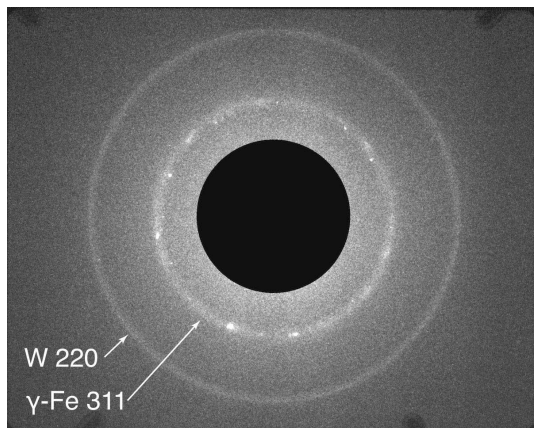


Fig. 4. IP detector and bending jig



(a) Diffraction image ($\varphi = 0^\circ$)



(b) Diffraction image using π -method

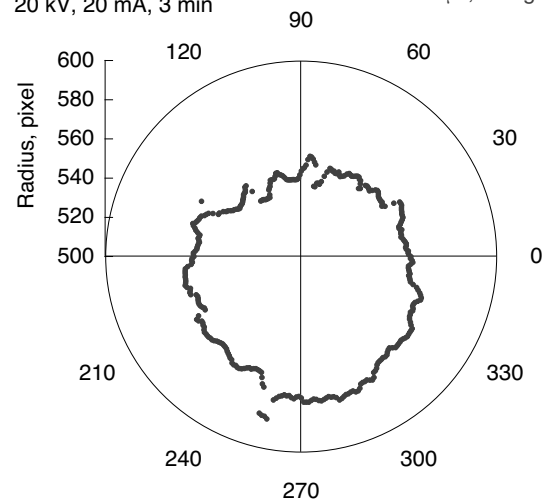
Fig. 5. IP image for SUS316L with a grain size of $35 \mu\text{m}$

重露光させて測定した π 法の画像の例を Fig. 5 (b) に示す。 π 法の回折像である図 (b) は、図 (a) と比較して回折斑点の数が増加しており、 π 法の効果が見られる。垂直入射X線による回折は、回折中心と回転中心が一致しているならば、平面応力では $\varphi = 180^\circ$ の像の応力状態は $\varphi = 0^\circ$ と同じであると仮定できるので、 π 法による二重露光の回折像でひずみを評価することができる。

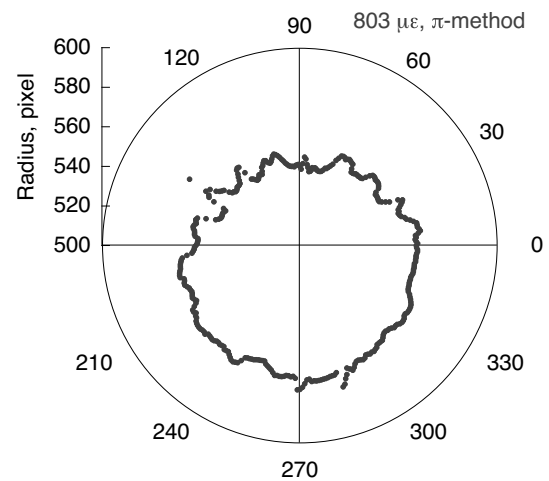
Fig. 6 に、負荷応力 $\sigma_A = 157 \text{ MPa}$ ($803 \mu\epsilon$) を負荷したときの回折半径を示す。図 (a) は試験片が水平のとき ($\varphi = 0^\circ$) であり、図 (b) は π 法で測定したときの回折半径 r である。なお、試験片と IP の距離 L_0 は、 104.087 mm である。Fig. 5 では W 粉末による回折中心と $\gamma\text{-Fe}$ の 311 回折の中心が一致しているように見えるが、Fig. 6 では回折半径 r を拡大して描いているので、W 粉末による回折中心と $\gamma\text{-Fe}$ の 311 回折の中心が一致していないことがわかる。Fig. 6 (a) と (b) を比較すると、 π 法で測定したことによる前述の効果は明確には認められず、粗大粒の照射領域の位置による回折半径の誤差が解決されていない。

ゆえに、粗大粒を持つ材料の X 線応力測定を行うためには、粗大粒の位置によらない回折半径の測定方法を考える必要がある。

SUS316L, $\gamma\text{-Fe 311}$ by Mn- $K\alpha$ • $803 \mu\epsilon$, 0 deg
20 kV, 20 mA, 3 min



(a) Rotation angle 0°



(b) π -method ($0^\circ + 180^\circ$)

Fig. 6. Diffraction radii for SUS316L with a grain size of $35 \mu\text{m}$

3.2 二重露光法による回折角測定

前節で検討した π 法では、粗大粒における回折半径の誤差を解消できなかった。その原因は、実際の粗大粒の照射領域の位置は X 線照射領域の中心にないのに、X 線照射領域の中心から回折が来ると仮定していることにある。それを解決するためには、W 粉末の回折中心を利用しない回折半径の測定方法を考えなければならない。

Fig. 7 のように、粗大粒からの回折は入射 X 線の中心から回折するのでなく、個々の粗大粒から検出器に到達する。回折角を測定するのであれば、回折中心 O から回折半径を測定するのでなく、IP を P_0 と P_1 の位置に移動して、それぞれの位置で二重露光を行うことで回折半径を測定することもできる。例えば、粗大粒 A の回折斑点の対の距離から r_A を求め、検出器の移動距離 ($P_0 \rightarrow P_1$) を L_0 とすると、次式から粉末による回折中

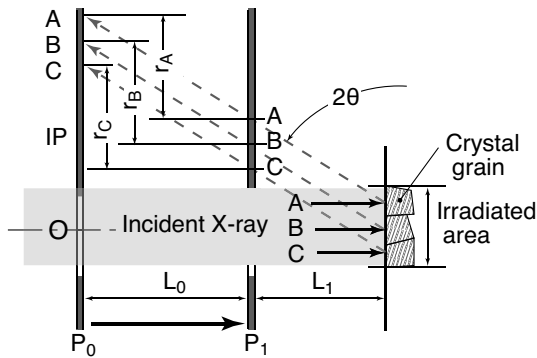


Fig. 7. Double exposure method (DEM)

心がなくても回折角 2θ を得ることができる。

$$2\theta = \pi - \arctan\left(\frac{r_A}{L_0}\right) \quad (1)$$

以上が、本研究で提案する二重露光法 (DEM: double exposure method) である。DEM は、回折中心を必要としないので、W 粉末の塗布が不要である。この二重露光法については、すでに吉岡らが提案しているが^[4]、その研究は細粒材を対象にしたものであり、回折角の測定の精度問題については、距離の移動精度に言及しているのみである。本研究では高精度自動ステージおよび試料の回転機構により、試料測定的位置精度については解決している。また、並川らは、二重露光法の誤差について検討し、回折角測定に入射 X 線の発散角の問題を指摘しているが^[5]、具体的に回折の測定に基づいた誤差の定量的な検討はされていない。

本研究では、典型的な回折斑点を示す粗大粒材料として平均粒径 $150 \mu\text{m}$ のオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L を用いた。4 点曲げ試験片に直径 3.5 mm の円形の X 線照射制限マスクを貼り照射領域とした。

IP を固定したままで、試料ステージを入射 X 線の光軸に対して移動 ($L_0 = 80.086 \text{ mm}$) した。また、測定し

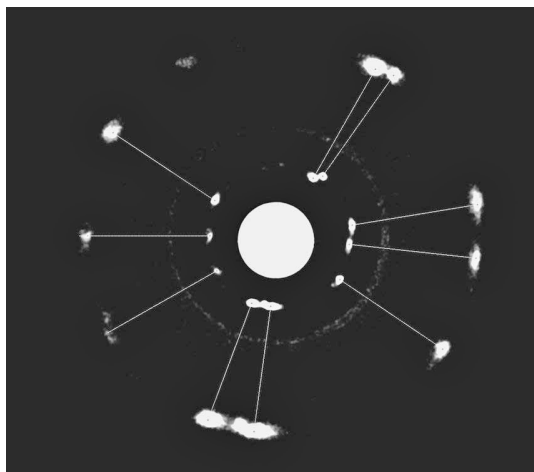


Fig. 8. Diffraction image of coarse grains ($150 \mu\text{m}$) using double exposure method

た回折画像に対して、スパイクノイズを処理するためのメジアンフィルタ (半径 $r = 2 \text{ pixels}$) 処理および平滑化するためのガウシアンフィルタ (半径 $r = 5 \text{ pixels}$) 処理を施した。回折斑点の最大輝度の 70% 以上の領域の輝度の重心を回折斑点の位置とした。

そのようにして処理した回折斑点の対の距離 r を決定した一例を Fig. 8 に示す。平均粒径が $150 \mu\text{m}$ になると、典型的な回折斑点の像となる。明瞭な回折斑点画像であることで回折斑点の対がわかりやすく、粗大粒になると DEM を適用しやすい。二重露光の個々の回折斑点を見ると、例えば内側の斑点で回折半径が小さいものは、外側の斑点でも回折半径が小さくなっており、DEM により粗大粒の位置による誤差が相殺されている。

DEM により測定した回折半径をより詳細に検討するために、Fig. 9 の方位 φ と回折半径 r のグラフを作成した。粗大粒の位置による誤差がなく、精度の高い回折半径 r が測定されると予想したが、Fig. 9 を見ると回折半径 r のバラツキがみられる結果となった。

3.3 二重露光法の誤差要因

Fig. 9 に見られる各回折斑点の回折半径 r が、負荷応力とともにどのように変化するかを考察するために、曲げ負荷・除荷による回折面のひずみ $\varepsilon_{\varphi\psi}$ と回折半径 r の変化 Δr との関係を Fig. 10 に示す。各回折斑点の対ごとに回折半径 r の長さが異なるが、無負荷の回折半径 r からの差 Δr は初期の回折半径の差に関係なく、回折面の負荷ひずみで整理されるものと考えたが、誤差が大ききく、わずかに比例関係の傾向が見られるのみである。

図をみると、 $\varphi = 147^\circ$ の回折半径 r が負荷・除荷と関係なく大きな変化を示している。これに該当する回折斑点の挙動を調べてみると、Fig. 8 では一つの回折

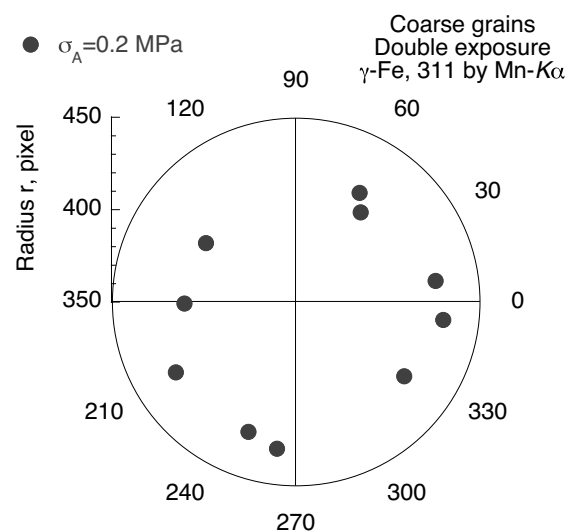


Fig. 9. Measured diffraction radii using double exposure method

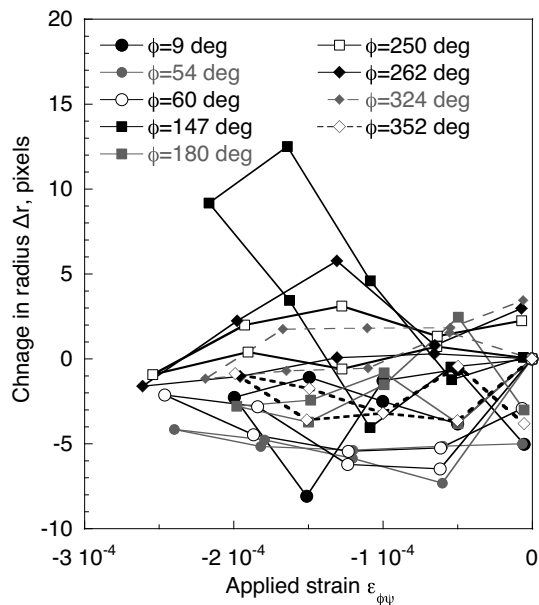


Fig. 10. Change in radius with applied strain $\varepsilon_{\phi\psi}$

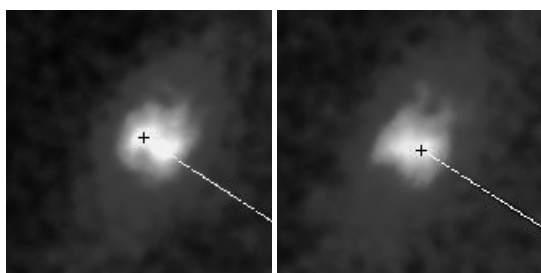


Fig. 11. Difference in center of diffraction spot

斑点のように見えるが、外側の回折斑点を拡大してみると Fig. 11 に示すように 2 つの斑点が隣り合っていることがわかる。そのため、回折斑点の位置を決定するときに、回折斑点の位置の決定が曖昧になると、回折半径 r の決定に大きな誤差を持ち込むことになるので、回折位置の決定では、このような問題のある回折斑点の対は除外した。

さて、DEM により粗大粒の位置による誤差のない回折半径 r を測定しているにもかかわらず、Fig. 9 に示したように、個々の回折半径 r に大きな差が生じている原因を検討する必要がある。本研究では、この回折半径 r の差は、見かけの回折角度 2θ によるものであり、その原因は入射 X 線の発散によるものと仮定して検討する。

Fig. 12 (a) は、全く発散のない平行ビームの X 線が試料に対して垂直に入射し、それを DEM で測定する場合を表している。そのとき、DEM で測定される回折角 2θ は、粗大粒の回折角 (格子面間隔) と一致する。一方、Fig. 12 (b) に示すように入射 X 線が発散角 α を持っている場合、格子面法線が試料面に対して角度 α を持つ結晶粒も回折斑点を生じる。つまり、発散角 α を持つ X 線が入射すると、発散に対応した半頂角が $\eta \pm \alpha$ の

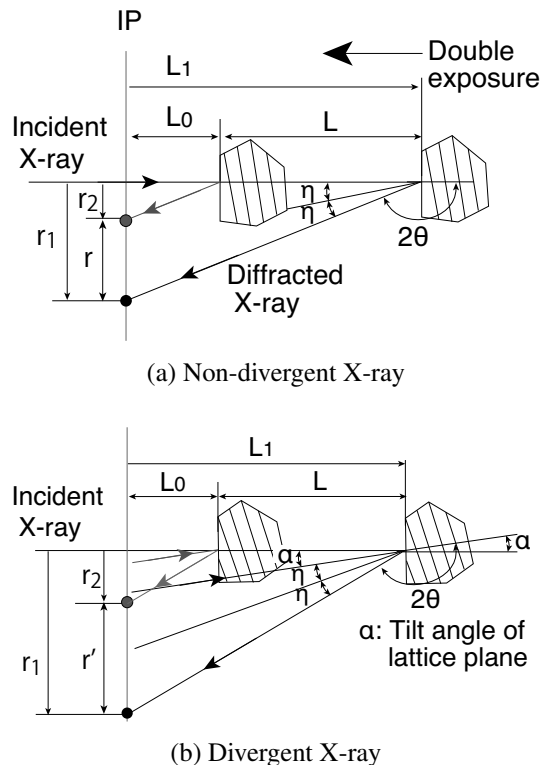


Fig. 12. Measurement of diffraction radius using DEM

回折面法線を持つ結晶の回折が生じる^[6]。その結果、DEM で測定される回折半径 r_+ は次式となる。

$$r_+ = L \tan(2\eta + \alpha) \quad (2)$$

ただし、 2η は回折角 2θ の補角である。同様なことが $-\alpha$ 傾いた結晶粒で起きたときの回折半径 r_- は、

$$r_- = L \tan(2\eta - \alpha) \quad (3)$$

となる。このことから、DEM で測定される回折半径 r には、入射 X 線の発散に起因する誤差が含まれ、粗大粒の回折斑点の測定においては、入射 X 線の発散が大きく影響する。その結果、見かけの回折半径 r の変動幅 Δr は、次のようになる。

$$\Delta r = r_+ - r_- = L [\tan(2\eta + \alpha) - \tan(2\eta - \alpha)] \quad (4)$$

実際に、DEM における発散をどのように規定するかを考えなければならない。Fig. 13 (a) は、コリメータの発散角 α が DEM による回折半径の誤差を与えると定義した場合である。一方、本測定では照射制限マスクを使用しており、その照射制限マスクの規定する発散角は、Fig. 13 (b) に示す試料の位置 C_1, C_2 に対してそれぞれで β_1, β_2 となる。

本研究における実験の条件からそれぞれの発散角を求め、回折半径の変動幅 Δr を計算する。コリメータによる発散 $\alpha = 0.92^\circ$ に対して計算すると、 $\Delta r = 33$ pixels となる。マスキングテープと C_1, C_2 の値から計算すると、 $\beta_1 = 1.49^\circ$ に対して $\Delta r = 53$ pixels、 $\beta_2 = 0.68^\circ$ に対して $\Delta r = 24$ pixels となる。

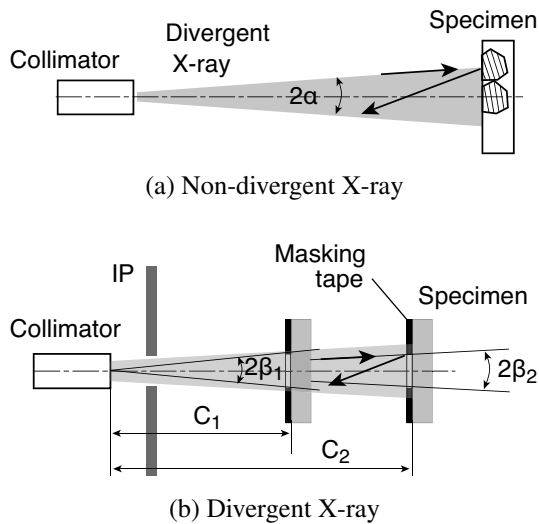


Fig. 13. Measurement of diffraction radius r .

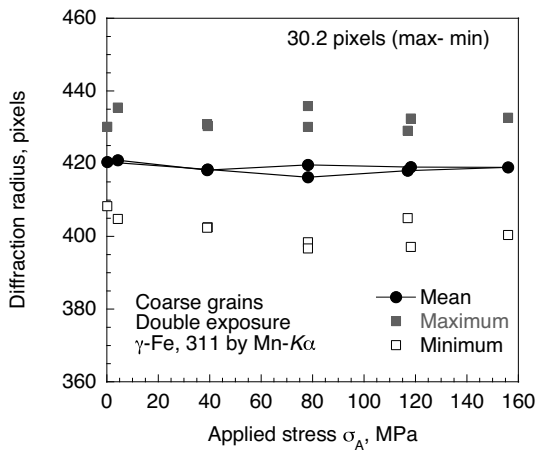


Fig. 14. Difference in measured radii

さて、Fig. 14 は、各負荷曲げ応力において DEM により測定した回折半径の平均、最大、最小の値を示したものである。この実験結果から得られた回折半径の変動幅 $\Delta r = 30.2$ pixels は、前述のコリメータによる発散 $\alpha = 0.92^\circ$ ($\Delta r = 33$ pixels) とよく対応している。このことから、入射 X 線の発散 $\pm\alpha$ が、回折斑点から回折角を測定するときの誤差要因となる。

入射 X 線の発散角による回折角の影響は、連続環を呈する材料では平均化により相殺されるが、そのような平均化は粗大粒に対して困難である。他方、2次元検出器で粗大粒の応力評価する方法として、回折斑点追跡法 (DSTM) が提案されている^[7]。この DSTM で粗大粒の応力評価を達成できたのは、放射光であることを指摘すべきであろう。したがって、放射光のように指向性の高い平行ビームを用いれば、二重露光法で十分な精度のひずみ測定ができる可能性がある。今後、粗大粒のひずみを 2次元検出器で測定するためには、入射 X 線の発散があるラボ X 線に適した回折角度の評価方法を検討する必要がある。

4. 結 言

本研究では、粗大粒をもつ材料のからの回折を 2次元検出器でひずみ測定をする方法として π 法および二重露光法を提案し、その誤差要因について検討した。

- (1) 粗大粒を持つ材料の回折角のずれは、X 線の照射中心と粗大粒の位置との差が影響している。それを解消するために π 法を提案したが、十分な効果が得られなかった。
- (2) 粗大粒の位置によらない回折角の測定法として、二重露光法 (DEM) を提案した。
- (3) 二重露光法は粗大粒の位置による回折角誤差を解消できるが、それでも回折角の誤差が生じた。
- (4) 二重露光法の誤差を解析した結果、入射 X 線の発散角が回折角の誤差の原因であることがわかった。

謝 辞

本研究は学術研究助成基金助成金 (基盤研究 (C) 課題番号 26420009) の援助を受けた。ここに記して感謝の意を表します。

参考文献

- [1] 平修二、田中啓介、山崎利春、“細束 X 線応力測定の一方法とその疲労き裂伝ば問題への応用”、材料、Vol. 27, No. 294, 1978, pp. 251-256.
- [2] B.B. He and K.L. Smith, “A New Method for Residual Stress Measurement Using An Area Detector”, Proceedings of The Fifth International Conference on Residual Stresses (ICRS-5), Ed. by T. Ericsson, M. Odén, A. Andersson, Linköping, Sweden, 1997, pp. 634-639.
- [3] 鈴木賢治、西川聡、秋庭義明、内山宗久、大城戸忍、橋本匡史、三浦靖史、湯村友亮、“2次元検出器による X 線応力測定”、養賢堂、2015, p. 75.
- [4] 吉岡靖夫、小嶋正夫、“二重露出による X 線応力測定”、Vol. 18, No. 195, 1969, pp. 1034-1039.
- [5] 並川宏彦、磯谷彰男、青山咸恒、知久健夫、“多重露光写真法による X 線応力測定”、Vol. 19, No. 207, 1970, pp. 1035-1041.
- [6] P.B. Hirsch and J.N. Keller, “A study of cold-worked aluminium by an X-ray microbeam technique. I. Measurement of particle volume and misorientations”, Acta Crystallographica, Vol. 5, 1952, pp. 162-167.
- [7] K. Suzuki, T. Shobu, A. Shiro and S. Zhang, “Internal stress measurement of weld part using diffraction spot trace method”, Materials Science Forum, Vol. 996, 2014, pp. 76-81.