

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 8 日現在

機関番号：13101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420009

研究課題名(和文)粗大粒を持つ部材のX線応力評価の確立

研究課題名(英文)X-Ray stress measurements of coarse-grained materials using area detector

研究代表者

鈴木 賢治 (Suzuki, Kenji)

新潟大学・人文社会・教育科学系・教授

研究者番号：30154537

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円

研究成果の概要(和文)：粗大粒ではX線回折像が斑点状になることから、2次元検出器を利用した応力測定法が必要である。本研究においては、回折斑点から応力値を決定する方法として、線形計画法の一種であるシンプレックス法を利用した直接法を提案した。また、回折斑点からの回折角度の誤差は、結晶粒の回折中心とX線照射中心が一致しないことに起因することを解明した。それらを解決することを目指して、2次元検出器を利用した法、二重露光法を提案した。さらに、X線ビームの発散角も回折各測定の誤差要因であることも明らかにした。

研究成果の概要(英文)：An X-ray area detector is needed for an X-ray stress measurement of coarse-grained materials, because the X-ray diffraction pattern of coarse grains becomes spotted. In this study, I proposed the "direct-method" using the area detector and the normal incident X-ray to determine the optimum values of stresses. The direct-method uses the simplex method which is a kind of linear programming. The error of the diffraction angles for spotted pattern is caused by the difference between the center of the irradiated area and the center of the grains. As the measure against the problems of the coarse-grained materials, the -method and the double exposure method were examined. In addition, it is clarified that the divergence of the X-ray beam causes the error of the diffraction angle.

研究分野：材料力学

キーワード：X線応力測定 2次元検出器 粗大粒 粗大粒 二重露光法

1. 研究開始当初の背景

X線応力評価の原理は、X線波長 $\lambda$ 、回折角 $\theta$ 、格子面間隔 $d$ とし、X線の回折角度からブラッグ条件( $\lambda = 2d \cdot \sin \theta$ )により結晶の格子面間隔を測定して、材料内のひずみを計測するものである。均質等方な材料からの回折はきれいな連続環となり、その回折角度を回折計で測定して応力評価する手法はすでに $\sin^2 \psi$ 法として確立している。

一方、粗大粒を持つ材料では、回折環が斑点となり、回折計による回折プロファイルの測定は困難であり、応力評価はできない。この典型的例が、粗大粒、集合組織および溶接部である。これらはX線応力測定「三大悪魔」と言われている。その解決には、IPなどの2次元検出器を利用した手法しかない。しかし、2次元検出器を利用した粗大粒などの測定手法は未確立である。その結果、オーステナイト系ステンレス鋼などの粗大粒を持つ材料、溶接部など残留応力のX線評価は、産業界でも重要な課題となっている。

2. 研究の目的

ラボX線における粗大粒の問題は、X線照射領域内の回折結晶位置と照射中心が異なることが大きな問題である。前述ではスキヤニングさせて回折中心と結晶粒中心を一致させた。この着想から、本研究では照射中心に試料を $0^\circ$ および $180^\circ$  ( $\pi$ )で回折を測定し、各回折斑点を照射中心対称に結像させ、粗大粒の問題を解決する。そのためには、 $\pi$ 回転しても結像に幾何的な問題が生じないためには、垂直入射X線の光学系をとる必要がある。 $\cos \alpha$ 法<sup>[1]</sup>は斜入射法であり、垂直入射X線で応力を測定する方法は確立されて折らず、本研究では垂直入射X線の回折から直接応力を測定する直接法<sup>[2]</sup>を提案する。

本研究の直接法は、垂直入射X線の各回折斑点からそれぞれの方位の格子面間隔を求め、それを応力楕円で近似して直接に応力成分を求める方法である。これまでは連続環を基礎とした方法のみで、応力楕円と回折斑点を結びつけたところに特色がある。また、応力の対称性に着目し試料を $180^\circ$ 回転させ、結晶の回折中心と照射中心とを一致させる「 $\pi$ 法」を提案する点に独創性がある。また、「 $\pi$ 法」が可能となれば、照射領域をある程度大きくすることも可能となり、粗大粒の応力測定には有利となる。

ただし、垂直入射による直接法を利用することで「 $\pi$ 法」が可能となるので、直接法の解析方法を研究する必要がある。

本研究では、2次元検出器としてIPを利用して

- 1) 垂直入射による回折斑点から応力楕円を求める解析方法直接法を確立する。
  - 2) 照射中心に試料を $180^\circ$ 回転させる機構を製作する。
  - 3) 前項の機構を利用して $\pi$ 法を実証する。
- これらのステップにより、これまで測定で

きなかつた粗大粒の応力測定を実現する。

3. 研究の方法

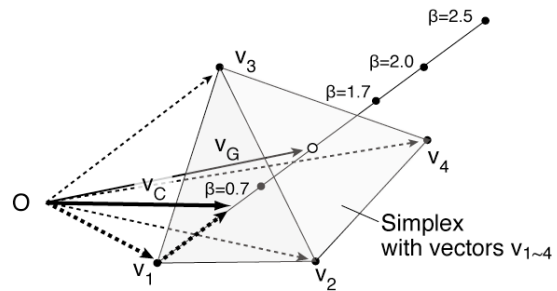


図1 平面応力を探索するシンプレックス

(1) 最適応力の決定方法

X線を試料に照射し、背面反射にて回折を測定する。その回折角から任意の方位のひずみがわかる。それらのデータの誤差を最小にする応力値( $\sigma_x, \tau_{xy}, \sigma_y$ )を探索する方法を考える。一般には、最小二乗法により、最適値を探す逆問題の解法を用いるが、本研究では、収束かつ安定性に優れた方法、また導関数を必要としない方法を検討した。その結果、線形計画法の一種であるシンプレックス法を用いて最適値を探索する<sup>[3]</sup>。

図1に示すように、シンプレックス法は

1. 任意の応力ベクトル( $\sigma_x, \tau_{xy}, \sigma_y$ )を成分とする初期ベクトル $v_1 \sim v_4$ を用意する。
2. 誤差の一番大きい $v_1$ から $\beta = 0.7, 1.7, 2.0, 2.7$ の位置にベクトル $v_C$ を設け、それぞれの $\beta$ について誤差を計算する。
3. 誤差のもっとも小さいベクトル $v_C$ を $v_1$ に代入する。

以上の計算を繰り返して、最適な応力ベクトル $v_1(\sigma_x, \tau_{xy}, \sigma_y)$ を求める。この最適化方法を応力の逆問題の方法として利用する。なお、 $v_1 \sim v_4$ で構成する形を多形(simplex)という意味からシンプレックス法と呼んでいる。

(2) 直接法

応力値を決定するために、試料に対して多数の方位からX線を入射して回折角度を測定する方法がとられている(例えば2D法<sup>[4]</sup>)。しかし、試料に対して多数の方位からX線を入射することは、現場測定での煩わしさだけでなく、測定精度および効率からも問題がある。また、試料面に斜入射する場合、照射面が広がるために、粗大粒では測定精度に大きな問題となる。

以上のことを考えると、試料に対してX線を垂直に入射する方法が、粗大粒においては、最も簡単かつ精度を向上できる光学系であり、測定現場での効率も優れている。本研究では、2次元検出器を用いて垂直入射X線により回折を測定し、その回折情報から最適な応力値をシンプレックス法で求める。この垂直入射X線とシンプレックス法を組み合わせた2次元検出器による応力測定方法を直接法という。

### (3) $\pi$ 法

粗大粒で問題になるのは、X線回折パターンが斑点になることであり、その解決策として2次元検出器を利用して回折を撮影する。しかし、粗大粒からの回折では、粉末回折のような平均効果が得られない。その結果、粗大粒からの回折では、照射領域中心が回折中心という仮定が成立しない。回折に与る各粗大粒の位置からの回折斑点であり、その位置は照射領域中心ではない。そのため、粗大粒の回折角度を決定するとき、あえて照射領域中心を回折中心とする仮定を便宜的に用いることができる条件を作る必要がある。

本研究では、平面応力状態においてX線ビームが試料に対して垂直入射であれば、回折環もひずみも点対称になる性質を利用する。つまり、試料を $0^\circ$ で結像し、さらに $180^\circ$ で結像させ、二重露光したX線回折斑点像を測定する。その場合、回折斑点は点対称となるので、照射域中心と回転中心が一致させれば、回転中心を回折中心と見なすことができる。また、回折斑点の数が増すために、平均操作が可能になることが期待できる。

## 4. 研究成果

### (1) 直接法の確立

粗大粒を持つ部材として平均粒径 $50\mu\text{m}$ のオーステナイト系ステンレス(SUS316L)を選定した。本試料に対して垂直入射したX線により回折斑点を測定した。特性X線はMn-K $\alpha$ を利用した。コリメータ(径1mm, 照射域径2mm)から試験片に垂直にX線を照射し、 $\gamma$ -Feの311回折を利用してイメージングプレート(IP)により回折斑点を得た。回折中心およびIPの姿勢は試験片に塗布したタングステン(W)粉末の220回折環で補正した。

粗大粒からの回折を2次元で検出すると回折斑点を特徴とする回折パターンであった。それらを $\cos\alpha$ 法で応力評価すると回折斑点のばらつきで十分な精度が得られなかった。細粒で適用できる $\cos\alpha$ が、粗大粒に対して適用できない原因は、斑点のために $180$ 度の対となる回折角が得られない場合があること、回折角度そのものが大きく変動することがわかった。

$\cos\alpha$ に対応できるように対となる回折角を得るために曲線近似による補完法を用いて $\cos\alpha$ 法を試みた。この改良には一定の効果があるものの、根本的解決には至らなかった。他方、粗大粒に対応して斑点から回折角を直接求め、応力値を求める直接法を試みた。回折角(ひずみ)から応力の最適値を計算する手法としてシンプレックス法を用いた。図2は、ウォータジェットピーニングした試験片の残留応力を $\cos\alpha$ 法と直接法で評価した例である。ただし、入射X線を $30^\circ$ として測定している。ピーニングにより、表面は回折幅が大きくなり、細粒に近い様相を呈する。図2からわかるようにピーニング面では、直

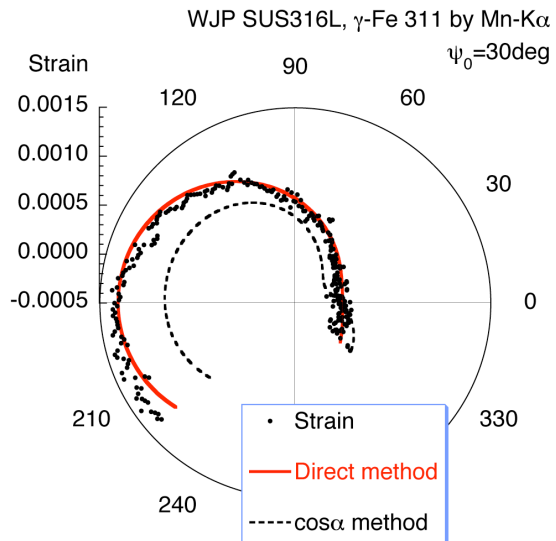


図2 直接法と $\cos\alpha$ 法の比較

接法が $\cos\alpha$ 法よりも測定されたひずみとの誤差が少なく、優れた結果を得ることができ、直接法の有効性についても検証することができた。また、図2のような方位ひずみ線図は、回折により測定されたしたひずみと最適化の結果を直接比較することができる利点がある。

一方、本研究にて、回折角が大きくばらつく現象については、回折中心と各結晶粒の位置が異なるため、その幾何学的差が、ひずみのオーダーよりも大きいことを突き止めた。

### (2) 回折中心の重要性

$\cos\alpha$ を例に2次元検出器によるX線応力測定においては、回折中心の精度が重要であることを解析的に検討した。図3に示すよう

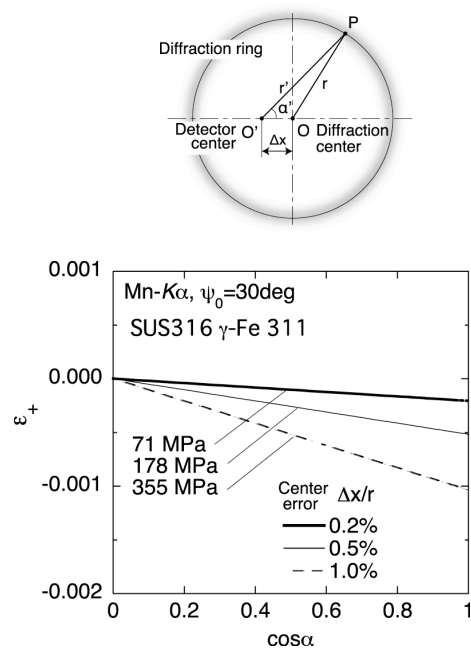


図3 回折中心の誤差が応力に与える影響

に、回折中心Oに対して検出器の中心O'が、 $\Delta x$ ずれたとき、 $\cos \alpha$ 線図の傾きが変化する。回折半径  $r$  に対して 0.2% の中心誤差で 70MPa の応力誤差を与える。

照射回折中心と検出器で規定した回折中心とを一致させるために、標準粉末を利用するなど、注意したとしても校正には限界がある。回折中心を補正できる解析方法が必要である。

直接法は、垂直入射X線ビームを利用するので、回折環(回折ひずみ)は楕円形となる。楕円形は、点对称なので、測定された結果に検出器中心誤差がある場合、回折ピークの検出器位置の楕円近似から回折中心を決定すれば、検出器中心の誤差を補正することができる。

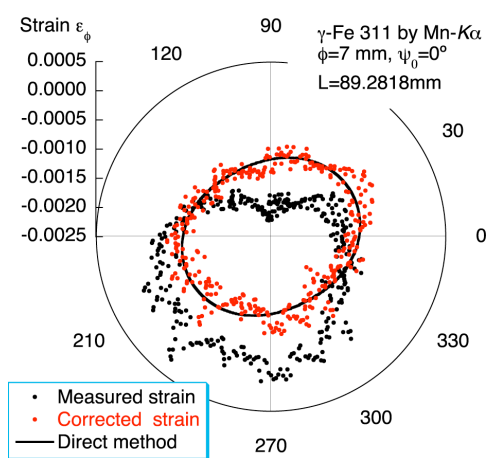


図4 直接法における中心補正

図4は、研削されたSU316Lの残留応力測定結果である。コリメータ径を7mmとして大きくすると、中心誤差が大きくなるが、ひずみ楕円の特長を生かして直接法により中心補正を行うと、測定結果と最適化応力がよく一致するので、精度よくかつ測定もし易い。本研究で提案した直接法は、2次元検出器の中心誤差に影響されない優れた方法である。

### (3) $\pi$ 法の適用

平均粒径が約  $50 \mu\text{m}$  のオーステナイト系ステンレス(SUS316L)を試験片材料として、本研究で提案した $\pi$ 法を適用した。そのために回転できる負荷治具を設計製作すること、その治具の回転中心とX線照射域中心を一致させ真の回折中心を実現できるように、中心決定方法と3軸試料ステージなどの装置を完成させた。これらの装置と解析方法の完成した後、既知の負荷をSUS316Lの試験片に負荷して、既知の曲げ応力を「 $\pi$ 法」で測定し、その有効性について実際に検証した。その結果、従来の測定では照射域の結晶粒の位置が回折半径に含まれるため、正しい回折半径が得られない。 $\pi$ 法においては、回折粒の位置ずれが $\pi$ 回転により相殺され、かつ回折斑点の数が増える効果を期待した。しかし、回折

粒の位置ずれの相殺は期待できなかった。 $\pi$ 法による効果は、連続環ほどの効果は得られなかった。直接法に $\pi$ 回転を組み合わせた手法では、十分な成果は得られなかった。

### (4) 二重露光法

さらに、平均粒径が約  $150 \mu\text{m}$  のオーステナイト系ステンレス(SUSF316L, 原子炉シールド用鍛鋼材)を曲げ試験片として準備した。そのX線回折は典型的な回折斑点を呈した。このような回折斑点位置を解析する手法の研究を行い、回折粒の位置による回折中心誤差を相殺する二重露光法について検討した。

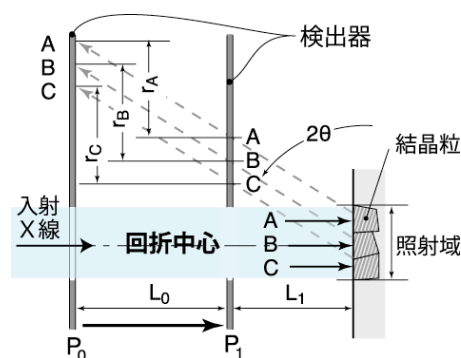


図5 二重露光法

図5に示すように、A B Cの結晶粒の各回折中心は、X線照射中心とは異なる位置にある。粗大粒では、「X線照射中心が回折中心である」照射中心仮説が成立しない。そのため、回折中心を必要としない回折角測定方法が必要となる。本研究では図5に示すような、二重露光法を提案した。

2次元検出器(イメージングプレートIP)を光軸方向に  $L$  移動して二重露光することで検出器の同一回折斑点の2点を直線で結んだ線分  $r$  を取り出し、回折角度を測定する。

実際に、試験片に曲げ負荷を与えて、二重露光法で粗大粒の回折角を測定した。その結果、二重露光法で回折中心を用いなくて回折角を測定することは可能であった。しかし、入射X線による発散が影響し、二重露光法だけでは正確な回折角を測定できないこともわかった。今後は、入射X線ビームの発散を小さくすることで、粗大粒のX線応力測定ができるものと期待される。

### <引用文献>

- [1] 平 修二, 田中啓介, 山崎利春, 細東 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, pp. 251-256 (1978).
- [2] 鈴木賢治, 直接法によるX線応力測定, 第49回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, pp. 12-17, (2015) 日本材料学会.
- [3] J.A. Nelder and R. Mead, A simplex

method for function minimization, Computer Journal, Vol. 7, pp. 308-313 (1965).

- [4] 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. Oden, A. Andersson, pp. 634-639, Linkeping, Sweden, (1997).

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 7 件)

- ①鈴木賢治, 菖蒲敬久, 城 鮎美, 張 朔源, 西川 聡, 回折斑点追跡法によるオーステナイト系ステンレス鋼の残留応力の評価, 保全学(査読有), Vol. 14, (2015), pp. 89-95.
- ②K. Suzuki, T. Shobu, A. Shiro and H. Toyokawa, Evaluation of Internal Stresses using Rotating-Slit and 2D Detector, Materials Science Forum (査読有), Vol. 772 (2014) pp. 15-19.
- ③K. Suzuki, T. Shobu, A. Shiro and S. Zhang, Internal stress measurement of weld part using diffraction spot trace method, Materials Science Forum (査読有), Vol. 777 (2014), pp. 155-160.
- ④鈴木賢治, 菖蒲敬久, 城 鮎美, 張 朔源, 2次元検出器を利用した粗大粒の内部応力評価, 材料(査読有), Vol. 63 (2014), pp. 527-532.
- ⑤K. Suzuki, T. Shobu, A. Shiro and S. Zhang, Evaluation of welding residual stresses using diffraction spot trace method, Advanced Materials Research (査読有), Vol. 996 (2014), pp. 76-81.

[学会発表] (計 10 件)

- ①Kenji Suzuki, Proposal of Direct Method for Stress Measurement Using X-ray Area Detector, 2016 International Conference on Maintenance Science and Technology (Invited), November 1-4, 2016, Shenzhen, CHINA.
- ②鈴木賢治, 2次元検出器による粗大粒のひずみ測定の研究, 日本材料学会第50回X線材料強度に関するシンポジウム, 2016/7/21-22, 国立オリンピック記念青少年総合センター(東京都渋谷区).

- ③鈴木賢治, 2次元検出器による応力評価の研究と課題(基調講演), 日本材料学会第64期学術講演会, 2015/5/24, 山形大学米沢キャンパス(山形県米沢市).

- ④鈴木賢治, 直接法によるX線応力測定, 第49回X線材料強度に関するシンポジウム, 2015/7/1, エル・おおさか(大阪市中央区)

- ⑤K. Suzuki, T. Shobu, A. Shiro and S. Zhang, Evaluation of welding residual stresses using diffraction spot trace method, The 9th European Conference on Residual Stresses, July 7-10, 2014 Troyes, FRANCE.

[図書] (計 1 件)

- ①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) pp. 1-139.

#### 6. 研究組織

(1) 研究代表者

鈴木 賢治 (SUZUKI Kenji)

新潟大学・人文社会・教育科学系・教授

研究者番号: 30154537