

高エネルギー放射光X線を利用した粗大粒の応力評価法

Stress Measurement of Coarse Grains Using Hard
Synchrotron X-Rays鈴木 賢治¹・菖蒲 敬久²・柴野 純一³・上杉 圭吾⁴Kenji SUZUKI¹, Takahisa SHOBU²,
Jun-ichi SHIBANO³ and Keigo UESUGI⁴

Abstract

In a strain scanning method with hard synchrotron X-rays, the stress measurement of materials with coarse grains is one of challenging assignments. As measures of the coarse grain problem, an advanced strain scanning method was proposed in this paper. In this method, the gauge volume is scanned under rotating the sample, consequently the scanning stage has to set on the rotating stage. The special stage, which we had made using a slip-ring mechanism, enabled the proposed method. The diffraction angles of the annealed S45C sample were measured by the strain scanning method with a rotation. The diffraction angles were constant and the surface aberration effect did not appear. Therefore, the strain scanning method with a rotation demonstrated the excellent correction of the surface aberration effect. The diffraction profiles of the shot-peened austenitic stainless steel of SUS304L were measured by the strain scanning method without a rotation, but the residual stress distribution was not obtained due to the distorted profiles. On the other hand, the residual stress distribution of the same specimen could be measured using the strain scanning method with a rotation. As a result, this method is useful for the stress measurement of coarse grains.

Key Words: Strain scanning method, Synchrotron, X-Ray stress measurement, Coarse grain

1. 緒 言

近年、ひずみスキャンニング法は中性子および高エネルギー放射光による応力測定法として利用され、材料のひずみマップ作成の手法として確立されている。ひずみスキャンニング法において均質等多結

晶体であれば、十分な精度で応力測定が可能である。しかし、粗大粒を持つ材料および微小領域の応力測定については、回折に与る結晶粒数が少なく回折環がスポット環となり、精度の高い応力評価が困難となる。特に、放射光は優れた指向性のビームを用いるので、発散が小さく大型ゴニオメータを用いると

2008.12.1 受理

¹新潟大学教育学部技術科 〒950-2181 新潟市西区五十嵐2の町8050番地

²日本原子力研究開発機構量子ビーム応用部門放射光科学研究ユニット 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都1-1

³北見工業大学機械システム工学科 〒090-8507 北海道北見市公園町165番地

⁴上越教育大学大学院 〒943-8512 新潟県上越市山屋敷町1番地

スポット環になりがちである。加えて、表面効果の補正のためにコリメーションを厳しくしたり、アナライザーなどを使う場合は、よりスポット環の傾向が強まる。放射光を利用する場合は、回折角度の高精度測定が可能な反面、一般のX線測定よりも粗大粒問題が顕著になる¹⁾。その対策としての揺動法を考えると、 $\sin^2\psi$ 法では揺動範囲が限られる。これまで、ひずみスキャンニング法でも種々の揺動法による解決策が研究されている²⁾。しかし、揺動をかけながらひずみスキャンニングを行う場合、並進揺動ではゲージ体積が大きくなり、ひずみの空間分解能が低下する。また、表面付近では揺動に制限も生ずるので問題がある。試料ステージや回折装置を揺動に使うことは、実験効率や装置の保守上も好ましくない。

一方、表面および表面下の応力分布を高エネルギー放射光で測定するとき、表面付近で回折角が変化する表面効果が問題となる。これは、試料表面とゲージ体積の関係から公称ゲージ体積と実際のゲージ体積の中心が異なることが原因である。この表面効果の補正については、アナライザーにより回折X線ビームのコリメーションをより厳密にする方法が提案されている³⁾。しかし、アナライザーはX線の強度を減衰させるので、偏向電磁石からの放射光には適さない。そこで、表面効果を解析的に補正する方法も研究されている⁴⁾。ただし、解析的に補正する方法は手続が煩雑になり、実用の面では不便でもある。

本研究では、表面効果の補正機構および粗大粒対策について検討し、透過法におけるひずみスキャン

ニング法を改良した回転ひずみスキャンニング法を提案する。そして、表面効果の補正および粗大粒対策の有効性について検証した結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 回転ひずみスキャンニング法

粗大粒にX線ビームを照射してダブルスリットを介して回折線を測定する様子を Fig. 1 に示す。この図は、高エネルギー放射光X線による透過法の様子を示している。試料回転角 ϕ の全方位から入射した入射X線の回折X線を考えたとき、回折X線は粗大粒のために図のようなスポット状回折環になる。一般に、ひずみスキャンニング法ではゲージ体積を z ステージによりステップ走査し、回折プロファイルを逐次測定する。回折環がスポット状になると、測定位置によって回折プロファイルが測定できなかったり、プロファイルのゆがみが現れ、精度の高い応力測定が困難となる。それを避けるために揺動が利用される。

さて、試料を回折面法線を軸に回転したとき、カウンターにはスポット状回折環のすべてが入ってくる。その結果、スポット状回折環の影響を受けて測定困難な場合でも、全周回転の揺動をかければ、粗大粒の問題を解消できることが期待される。ひずみスキャンニング法において、回折格子面間隔 d は、全周回転に影響されないので、試料を回転ステージの上に置き、目的の hkl 回折を測定することは可能である。しかし、試料を回転させながら z 軸ステー

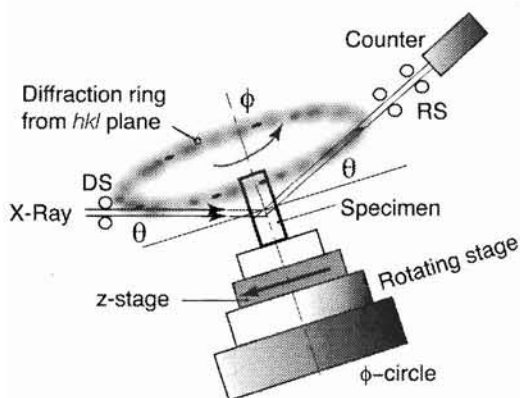


Fig. 1: Spotted diffraction ring and z-axis stage on rotating stage.

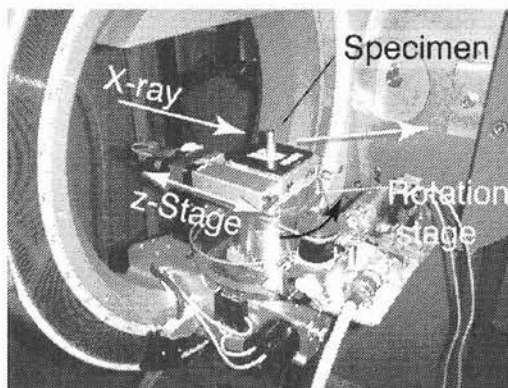


Fig. 2: Rotating stage for strain scanning method.

ジを逐次ステップ走査する必要があるので、回転ステージの上に z 軸ステージを置かなければならない。つまり、回転により z 軸ステージのコードが巻き付くことを避けなければならない。

本研究では、スリッピング機構を組み込んで回転により z 軸ステージのコードの巻き付を解決した。そして、放射光ビームラインの実験ハッチの外部から回転ステージ上の z 軸ステージを回折装置制御のホストコンピュータからステップ制御できるように専用の試料台を試作した。Fig. 2に示す試作した試料台は x クレードルの上に乗せ、回転ステージ上に z ステージがあり、 z ステージが移動して試料をステップスキャン制御する。 z ステージの制御信号は、回転ステージの中のスリッピングを介して伝えられる。本実験では、回転ステージの回転数を0.5Hzとした。

2.2 放射光条件

本実験は、大型放射光施設(SPring-8)のビームラインBL02B1で行った。本ビームラインの光源は偏向電磁石であり、本研究の評価に適したビームラインである。BL02B1の実験ハッチ内の4軸回折計にFig. 2に示した試作ステージを搭載して回転ひずみスキャンニング法の実験を行った。

実験に用いた光源のX線エネルギーは71.559keVで、サジタル集光してある。入射X線を発散スリット(高さ0.15mm, 幅2mm)により制限した後、試料に照射した。回折X線は幅4mm, 高さ0.15mmの受光ダブルスリット光学系を経て、シンチレーションカウンタでX線回折強度曲線を測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 表面効果の補正

ひずみスキャンニング法では、Fig. 3に示すようにゲージ体積が試料表面に入るときと出るときで、光学的ゲージ体積の中心が幾何学的ゲージ体積の中心と異なるために回折角 2θ が変化する。つまり、試験片がX線入射側に向かいステージが進む場合(Entry)と試験片が受光側に抜け出る場合(Exit)で同一位置の回折角 2θ の変化が異なる挙動をとる。

Fig. 3で示す条件で実際に測定した結果をFig. 4に示す。試料は板厚4mmの焼鈍したS45Cの平板である。Entryの場合、Fig. 4中に \triangle で示す挙動をとる。試料を反転してFig. 3の右側のように試料をスキャンニングすると、Fig. 4中の ∇ に示す挙

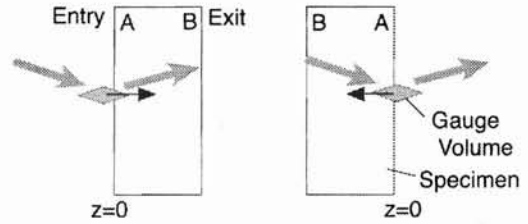


Fig. 3: Configuration between specimen and gauge volume.

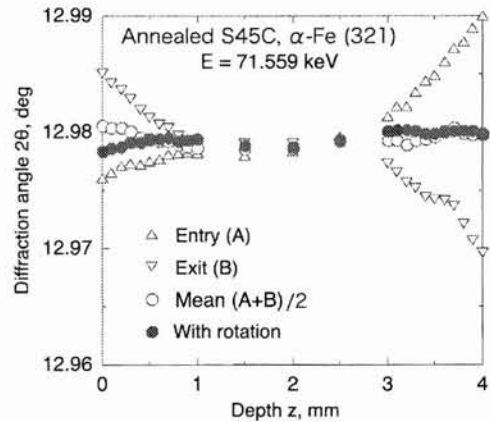


Fig. 4: Changes in diffraction angle with depth.

動をとる。ここで本試料は、残留応力の分布がないので、回折角 2θ は一定値を示すはずであるが、回折角 2θ は表面効果の影響によりEntryとExitで異なっている。そこで、この表面効果の補正のために、Fig. 4のEntryとExitのそれぞれの平均を取ったのが、図中の \circ である。現在、この往路と復路の平均により表面効果の補正が行われている⁵⁾。

一方、回転ひずみスキャンニングは試料を回転しながらスキャンニングするので、自動的に表面効果を補正する機構を持つ。Fig. 4の黒丸印は、回転ひずみスキャンニング法による測定結果であり、表面効果の補正効果がある。従来のひずみスキャンニング法は、往路と復路の2回のスキャンニングを要するが、回転ひずみスキャンニングは1回のスキャンニングで表面補正ができ、効率的測定方法である。

3. 2 粗大粒の応力分布測定

回転ひずみスキャンニング法の粗大粒に対する揺動効果を確認するために、オーステナイト系ステンレス SUS304L 鋼を試料にして回折強度曲線を測定した。試験片の寸法は、板厚 5 mm、長さ 20 mm、幅 10 mm であり、片側の表面にショットピーニングを施してある。平均粒径は $37 \mu\text{m}$ である。回折プロファイルの測定には γ -Fe の 331 回折を利用した。ひずみスキャンニング法による各深さにおける回折強度曲線のマップを Fig. 5 (a) に示す。Fig. 5 (a) からわかるように回転揺動をかけない場合、ショットピーニングを受けた表面 ($z=0 \text{ mm}$) 付近において、回折ピークのカウントが小さく、きれいな回折ピークが得られていない。ひずみを測定するに必要な回折強度としては不十分である。一方、深さ $z=3 \text{ mm}$ 付近では粗大粒の影響で急にピーク強度が大きくなっている。このような粗大粒による影響が顕著に現れ、信頼性の高い残留応力測定は困難である。

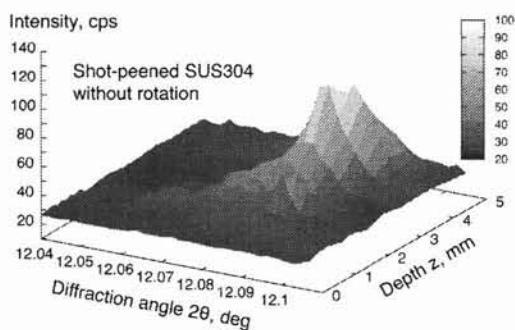
一方、回転ひずみスキャンニング法においては Fig. 5 (b) に示すように、ショットピーニングを受けた表面付近でも安定してきれいな回折プロファイルが得られており、Fig. 5 (a) のグラフと比較すると回転ひずみスキャンニングの効果が明瞭に確認できる。ひずみスキャンニング法は、回折格子面間隔を測定するだけなので全周回転揺動が可能であり、粗大粒の測定に優れた効果を持つことが実証された。

さて、回転ひずみスキャンニング法と非回転ひずみスキャンニング法により測定したショットピーニングした試験片の残留応力分布を計算した。面内の残留応力 σ_R の計算は、等 2 軸平面応力 ($\sigma_R = \sigma_1 = \sigma_2, \sigma_3 = 0$) を仮定して、次式から計算した。

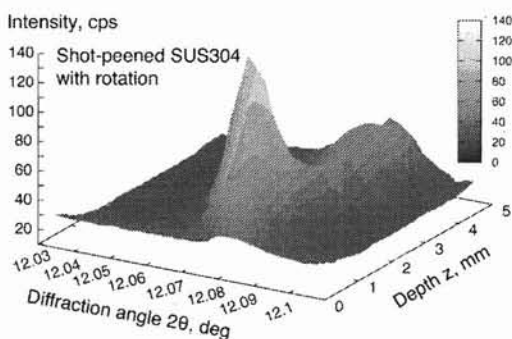
$$\sigma_R = -\frac{E}{2\nu} \varepsilon_3 \quad (1)$$

ここで、 γ -Fe の 331 回折における X 線の弾性定数 E 、 ν は、単結晶のスティフネス $C_{11} = 209 \text{ GPa}$ 、 $C_{12} = 133 \text{ GPa}$ 、 $C_{44} = 121 \text{ GPa}$ ⁶⁾ を用いて Kröner モデル⁷⁾ から計算し、 $E = 222 \text{ GPa}$ および $\nu = 0.266$ を使用した。無ひずみの格子面間隔 d_0 は、同一材料の焼鈍した試験片から測定した。回折格子面のひずみは $\varepsilon_3 = d/d_0 - 1$ から求めた。

Fig. 5 の回折プロファイルより計算した残留応力の結果を Fig. 6 に示す。黒丸で示される回転ひずみスキャンニング法の残留応力分布は表面付近に圧縮があり、内部に引張を示した後、裏面で圧縮となり、力とモーメントのバランスを満たす形をとって



(a) Without rotation



(b) With rotation

Fig. 5: Changes in diffraction profiles with depth.

いる。このことから回転ひずみスキャンニング法は、粗大粒の残留応力分布を適切に測定していることがわかる。ただし、回転ひずみスキャンニング法で測定される残留応力はゲージ体積の重み付き平均であるので、実際の残留応力分布より緩慢になっている。

一方、Fig. 6 の非回転ひずみスキャンニング法は、残留応力の値がばらつき、残留応力分布が得られなかった。このことから見ても、回転ひずみスキャンニング法が粗大粒に対して有効であることがわかる。また、回転のないひずみスキャンニング法では、回折強度が得られている $z=3 \text{ mm}$ より深い所においても応力の測定結果が大きくばらついている。高エネルギー放射光による粗大粒の測定には、全周回転揺動が有効であることがわかる。

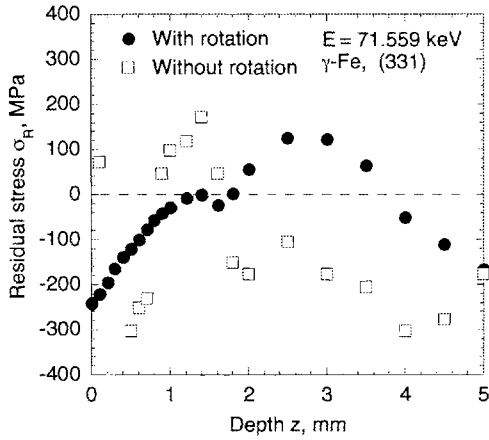


Fig. 6: Distribution of residual stress in shot-peened SUS304L.

3.3 回転したときのゲージ体積

ゲージ体積に関して全周回転した場合の幾何学的ゲージ体積は、X線光学としてのゲージ体積と異なるので、それについて考える。

Fig. 7に回折角度 θ 、スリット幅 W 、高さ H におけるゲージ体積を示す。そのゲージ体積が中心 O で回転することを考えると、ゲージの半長 R は

$$a = \frac{H}{2 \cos \theta}, \quad R = \frac{a}{\tan \theta} = \frac{H}{2 \sin \theta} \quad (2)$$

で与えられる。回転軸上からゲージ体積を見た場合、Fig. 7に示すようにスリット幅 W により遮蔽される臨界半径 r と臨界角度 β は、次の関係になる。

$$\sin \beta = \frac{W}{2r} \quad (3)$$

臨界半径 r よりも大きい位置では、1回転の間に 4β の範囲だけが回折に寄与するので、回転中のその位置の存在確率は、そのまま重み w となる。また、重み w はそのまま円弧と円周の比と等価であるから

$$w = \frac{4\beta r}{2\pi r} = \frac{2}{\pi} \beta = \frac{2}{\pi} \arcsin\left(\frac{W}{2r}\right) \quad (4)$$

なお、スリット幅 W と r の関係で考えると $0 < r \leq W/2$ の場合は、スリットに隠れない。上の式が適用されるのは、 $W/2 < r \leq R$ であり、整理すると

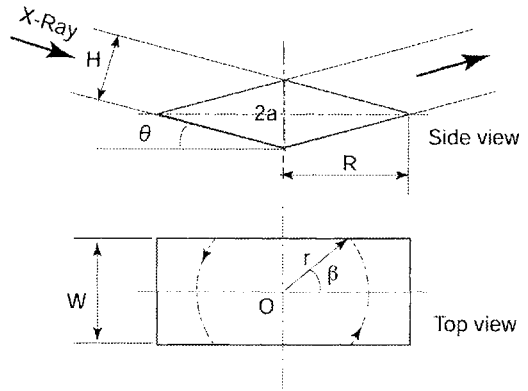


Fig. 7: Shape of gauge volume determined with slits.

$0 < r \leq W/2$ の場合

$$w = 1$$

$W/2 < r \leq R$ の場合

$$w = \frac{2}{\pi} \arcsin\left(\frac{W}{2r}\right)$$

となる。

さて、この重み w 自身は、ゲージ体積の高さ方向の体積を考慮していないので、厚み方向の重み係数を付ける必要があるので、以下のように変換される。

$0 < r \leq W/2$ の場合

$$w = \frac{H}{\cos \theta} \frac{R-r}{R} = 2(R-r) \tan \theta$$

$W/2 < r \leq R$ の場合

$$w = \frac{4(R-r) \tan \theta}{\pi} \arcsin\left(\frac{W}{2r}\right)$$

以上の結果から、スリット高さ H に対してスリット幅 W をどのように選択するかで、ゲージ体積の重み(形)が変化することがわかる。

いま、スリットのアスペクト比を

$$k = \frac{W}{H} \quad (5)$$

とおき、半径方向を R で無次元化して $x (= r/R)$ とし、高さ方向をゲージ体積高さ $2R \tan \theta$ で無次

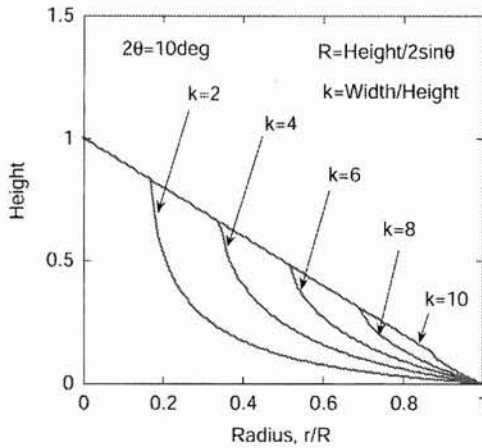


Fig. 8: Gauge shape weighted by rotation.

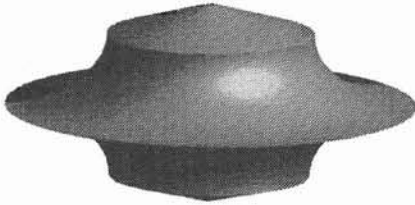


Fig. 9: Image of gauge shape with rotation.

元化すると上の式は、
 $0 < x \leq k \sin \theta$ のとき

$$w = 1 - x$$

$k \sin \theta < x \leq 1$ のとき

$$w = (1 - x) \arcsin \left(\frac{k \sin \theta}{x} \right)$$

に変形される。

これに基づいてスリットアスペクト比 k を変えて計算した結果を Fig. 8 に示す。アスペクト比 k が大きくなるに従い、スリットで遮られる所がなくなるので、本来のゲージ体積に近くなる。実際は回転するので、Fig. 9 に示すような形状の回転体が回転ひずみスキャンニング法のゲージ体積となる。ただし、図のゲージ体積のイメージは試験片による断

面形状の影響を受けない場合である。回転ひずみスキャンニング法のゲージ体積は、スリット幅を狭めるに従い中心部の影響が強くなるので、回転による空間分解能の低下を防ぐためには、スリット幅を狭めるとその効果が大きい。また、ゲージ幅 W が $2R$ のとき

$$W_{\max} = 2R = \frac{H}{\sin \theta}, \quad k_{\max} = \frac{W}{H} = \frac{1}{\sin \theta} \quad (6)$$

が得られる。ゲージ幅 W が $2R$ より大きくなると、ゲージ体積の形は本節の仮定と異なる。また、ひずみの空間分解能も悪くなり、ひずみスキャンニング法のメリットがなくなる。幅 W_{\max} 、アスペクト比 k_{\max} 以下を目安に揺動効果を確認してスリット寸法を選択することも一案であろう。

4. 結 言

高エネルギー放射光による応力測定法において、表面効果の補正および粗大粒対策として回転ひずみスキャンニング法を提案し、回転ひずみスキャンニング法の効果を実証するための専用ステージを製作した。そして、回転ひずみスキャンニング法により透過型の応力評価の有効性について検討し、つぎの結論を得た。

- 1) 回転ひずみスキャンニング法は、表面効果を補正する機構が備わっていることが実証され、従来の表面効果の補正法である往復法と同様に補正可能であった。
- 2) 回転ひずみスキャンニング法は、非回転方式と比較して粗大粒対策として有効であることが確認された。
- 3) 回転ひずみスキャンニング法におけるゲージ体積について検討し、有効なスリット寸法の指標を導いた。

本研究は、高輝度光科学研究センター（課題番号 2007A1108, 2007B1646）の援助を得た。ここに記して感謝の意を表する。

参考文献

- 1) Y. Sakaida, "Study on correlation between minimum irradiation area and microstructure in micro X-Ray stress measurement", J. Soc. of Materials Science, Japan,

- Vol. 53, No.7, pp. 758-764 (2004).
- 2) T. Shobu, J. Mizuki, K. Suzuki, H. Suzuki, Y. Akiniwa and K. Tanaka, "Application of Strain Scanning Method to Stress Measurement of Austenitic Stainless Steel", J. Soc. of Materials Science, Japan, Vol. 55, No.7, pp. 647-653 (2006).
 - 3) P.J. Withers, M. Rreuss, P.J. Webster, D.J. Hughes, and A.M. Korsunsky, "Residual strain measurement by synchrotron diffraction", Materials Science Forum, Vols. 404-407, pp. 1-12 (2002).
 - 4) M. Shutaro, Y. Akiniwa, K. Suzuki, "Measurement of residual stress distribution by strain scanning method using high energy X-rays from synchrotron source", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol. 71, No. 711, pp. 1530-1537 (2005).
 - 5) P.J. Withers, "Analysis of residual stress by diffraction using neutron and synchrotron", Ed. by M.E. Fitzpatrick and A. Lodini, pp. 170-189 (2003), Taylor & Francis.
 - 6) H.M. Ledbetter, "Predicted monocrystal elastic constants of 304-type stainless steel", Physica, 128B, pp. 1-4 (1985).
 - 7) E. Kröner, "Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls", Zeitschrift für Physik, Vol. 151, pp. 504-518 (1958).