

高エネルギー放射光白色 X 線を用いた材料内部ひずみ測定†

柴野 純一* 菖蒲 敬久** 鈴木 賢治***
平田 智之**** 金子 洋***** 小林 道明*

Measurement of Internal Strain in Materials Using High Energy Synchrotron Radiation White X-Rays

by

Jun-ichi SHIBANO*, Takahisa SHOBU**, Kenji SUZUKI***, Tomoyuki HIRATA****,
Hiroshi KANEKO***** and Michiaki KOBAYASHI*

This paper presents a basic research on a measurement of strain in the bulk of materials by using high energy white X-rays from a synchrotron radiation source of SPring-8. WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685) whose grain size was $13\mu\text{m}$ was used as a specimen shaped into G type. The specimen was loaded with bending. The white X-ray beam, which has a height of $50\mu\text{m}$ and width of $300\mu\text{m}$, was incident in the specimen with the Bragg angle θ of 5 degree. Bending strain at the surface of specimen was measured by a strain gauge. The strain in the loading direction of the specimen was obtained directly from a rate of change of peak energy of transmitted X-rays through the thickness. As a result, the internal strain of SHY685 of 5mm thickness could be evaluated using white X-rays which range of energy from 60keV to 150keV. It is suitable for the measurement with sufficient accuracy to include more than or equal to 5000 grains of crystal in the gauge volume. The measurement error of strain could be decreased by using the diffracted X-rays with high energy. Furthermore, the measurement with a high degree of accuracy was accomplished using α -Fe321 diffraction in this material. The results showed that the high energy white X-ray is effective for internal strain measurements.

Key words: Strain measurement, High energy synchrotron radiation X-rays, Internal strain, Energy dispersive method

1 緒 言

エネルギー分散法に用いる X 線はエネルギー領域が広い白色 X 線である。単一波長の特性 X 線と異なり、低エネルギーから高エネルギーの X 線が含まれるため、表面から深い領域にいたる複数の格子面間隔情報が同時に得られる。それゆえ、エネルギー分散法は、材料表層の深さに沿って変化する残留応力の非破壊評価に高い可能性を有する。また、特性 X 線によるステンレス鋼などの合金鋼の測定では使用波長と成分元素の吸収端波長が近いと蛍光 X 線が発生しバックグラウンドとなるため測定精度の低下をもたらすが、エネルギー分散法では蛍光 X 線がひとつのピークとなるため測定精度に影響を及ぼさない。これらの利点を生かして、これまで比較的エネルギーの白色 X 線を用いて、いくつかの測定を行ってきた。^{1)~4)}しかしながら、高強度の回折 X 線が得られる白色 X 線が発生させるには専用の装置が必要なことや応力測定に無ひずみ試料を必要とすること、半導体検出器特有

のエスケープピークの発生や測定ピークの揺らぎなど測定精度の維持・向上に難しさがあり、研究そのものが広く行われてこなかった。一方で、シンクロトロン放射光から得られる高輝度、高平行、特に高いエネルギーの白色 X 線の材料内部透過能に着目した測定が、国外の研究機関においてここ 10 年ほど行われるようになってきた。^{5)~7)}日本においては高エネルギー単一波長の X 線を用いた応力測定^{8)~16)}が盛んに行われているが、白色 X 線を利用した例はほとんどない。しかし、高エネルギー、高平行の白色 X 線は、特性 X 線では困難な数 mm レベルの深さまで侵入でき、中性子では時間的制約の大きい μm オーダー領域の応力測定が可能となる。このように、高エネルギー白色 X 線による測定には、特性 X 線測定と中性子測定に対する相補的な役割が期待される。

第 3 世代の放射光施設である大型放射光施設 (SPring-8) は臨界エネルギーが 28.9keV と世界のどの放射光施設の臨界エネルギーよりも高く、高エネルギー X 線実験に向

† 原稿受理 平成 19 年 1 月 25 日 Received Jan. 25, 2007 ©2007 The Society of Materials Science, Japan

* 正 会 員 北見工業大学工学部 〒090-8507 北見市公園町, Dept. of Mech. Eng., Kitami Inst. of Tech., Kouen-cho, Kitami, 090-8507

** 正 会 員 (独)日本原子力研究開発機構放射光科学研究ユニット 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町, Synchrotron Radiation Res. Unit., Japan Atomic Energy Agency, Sayo-gun, Hyogo, 679-5148

*** 正 会 員 新潟大学教育人間科学部 〒950-2181 新潟市五十嵐 2 の町, Dept. of Tech. and Living Sci., Niigata Univ., Igarashi-2-no-cho, Niigata, 950-2181

**** 北見工業大学大学院機械システム工学専攻 〒090-8507 北見市公園町, Dept. of Mech. Eng., Kitami Inst. of Tech., Kouen-cho, Kitami, 090-8507

***** (独)日本原子力研究開発機構放射光科学研究ユニット 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町, Synchrotron Radiation Res. Unit., Japan Atomic Energy Agency, Sayo-gun, Hyogo, 679-5148

いている。そこで, SPring-8 に設置された日本原子力研究開発機構専用ビームライン BL14B1 において得られる高エネルギー白色 X 線を用いて, 材料内部の応力測定に関する基礎的な実験を行い, 高エネルギー白色 X 線による測定の条件を検討する。

2 エネルギー分散法によるひずみ測定

ひずみは, 無ひずみの格子面間隔 d_0 を基準として, ひずみを有する結晶の格子面間隔 d から式 (1) で表される。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (1)$$

格子面間隔 d と回折角 2θ の関係は, ブラッグの条件から式 (2) となる。

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad (2)$$

ここで λ は X 線の波長であり, X 線の波長 λ (nm) とエネルギー E (keV) の関係は式 (3) で与えられる。

$$\lambda = \frac{1.2398}{E} \quad (3)$$

式 (3) を式 (2) に代入すると,

$$d = \frac{1.2398}{2E \sin \theta} \quad (4)$$

となる。エネルギー分散法では回折角 2θ は固定なので, 式 (4) を式 (1) に代入すると式 (5) を得る。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{E_{n0} - E_n}{E_n} \quad (5)$$

ここで, E_{n0} は無ひずみ時の回折 X 線エネルギー, E_n は有ひずみ時の回折 X 線エネルギーである。以上から, ひずみは回折 X 線のエネルギーから求められる。

3 実験方法

3.1 放射光白色 X 線応力測定装置

本実験には, 高エネルギー白色 X 線を光源とする必要から, SPring-8 の日本原子力研究開発機構専用ビームライン BL14B1 を使用した。¹⁷⁾本ビームラインは 1 つの光学ハッチと 2 つの実験ハッチから成り立ち, 上流側の実験ハッチでは, 単色および白色 X 線の両方を使用することができる。本実験はこの実験ハッチにて行なった。本ハッチは, 主に XAFS タイプの分光や高温・高圧下における鉱物内部の結晶構造解析に用いられている。なお, 測定装置を含めた実験ホールの温度は 1°C/日以内に管理されている。

白色 X 線測定システムの概観を Fig. 1, 仕様を Table 1 に示す。実験ハッチに設置されているマルチアンビルプレスと呼ばれる高圧発生装置の中心付近にゴニオステージ (中央精機製) を取り付け, その先端に試験片を設置した。このマルチアンビルプレスに縦振の 2 軸回折計 (HUBER 製) を組み合わせ, 独立した 2 軸に受光用スリットと検出器をそれぞれ配置している。入射された白色 X 線は鉛で作られた固定スリットにより整形される。受光側も同様のスリットが配置され, その直前にはタングステンで製作されたコリメータが設置されている。コリメータの内径は, 2θ 方向が 50 μm , これと垂直方向が 5mm, 長さは 150mm である。X 線検出器には Ge 半導体検出

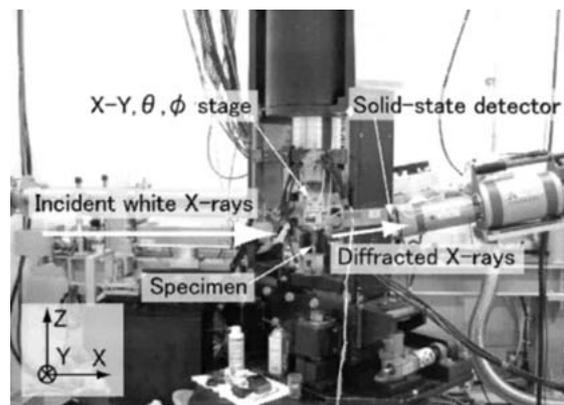


Fig. 1 Experimental setup using white X-ray at BL14B1.

Table 1 X-ray conditions for stress measurement by synchrotron radiation at BL14B1.

Energy range	50 ~ 150 keV
Photon flux	~ 10 ¹³ photons/s
Sizes of divergent slits	Height = 50 μm , Width = 200, 300, 500 μm
Sizes of collimator	Height = 50 μm , Width = 5 mm, Length = 15 cm
Sizes of receiving slits	Height = 50 μm , Width = 200, 300, 500, 1000 μm
Detector	Ge Solid State Detector

器 (Ge solid state detector : SSD) を使用した。¹⁸⁾試験片を載せるステージは, X-Y ステージ, 傾斜ステージ, 回転ステージを組み合わせて用いた。それぞれのステージはコントローラーを経由してハッチ外のパソコンから自動制御が可能である。

3.2 エスケープピークの検討

SSD に用いられている半導体物質の吸収端エネルギーより高エネルギーの X 線が入射すると, その物質の蛍光 X 線が発生する。本実験に用いた SSD の Ge は K 吸収端が 11.1keV であるため, それより高エネルギーの X 線が入射すると Ge の蛍光 X 線が励起され, $K\alpha$ 線 (9.87keV) や $K\beta$ 線 (11.0keV) が SSD の外部に放出されるエスケープピーク現象が生じる。これは SSD を用いた測定に特有の現象である。実際の回折 X 線のピークエネルギーから Ge- $K\alpha$ あるいは Ge- $K\beta$ のエネルギー分だけ低エネルギー側にエスケープピークが現れる。回折 X 線のエネルギーを E_n とすると, エスケープピークの出るエネルギー E_n^α (keV), および E_n^β (keV) は

$$\text{Ge-}K\alpha : E_n^\alpha = E_n - 9.87 \quad (6)$$

$$\text{Ge-}K\beta : E_n^\beta = E_n - 11.0 \quad (7)$$

で表される。

Fig. 2 に本実験で使用した材料のエネルギースペクトルを示す。様々な回折ピークの中で, 例として $E = 78.5$ keV 付近の α -Fe 310 回折をみると, この回折ピークのエスケープピークが 68.6keV 付近に現れている。このように回折角の設定によっては, エスケープピークが測定格子面の回折線ピークと誤って認識されたり, 重なることが生じる。エスケープピークの強度は本来のピーク強度

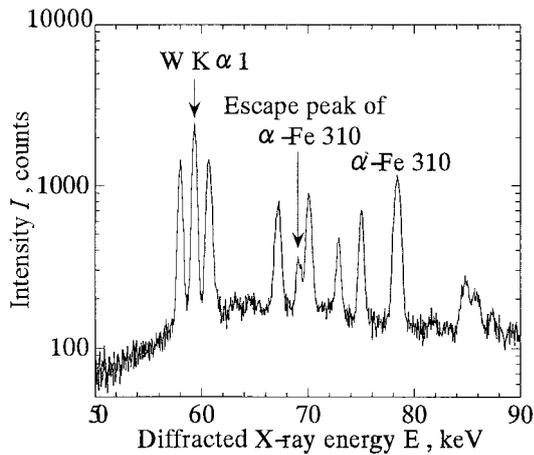


Fig. 2 Escape peak detected by SSD.

よりもかなり低いですが、それでも測定データの精度が低下することもあるので、回折角の設定にはエスケープピーク的位置を十分考慮しなければならない。

3.3 MCAのエネルギー較正とひずみ感度

検出されたエネルギーの弁別に用いるMCA (Multi-channel analyzer) は多数のチャンネルから構成される。各チャンネルは同じ検出エネルギー幅を有する。本実験に用いたMCAは4096チャンネルからなる。実験に先立ちMo, Ag, Ta, Pt, Pbの蛍光X線でエネルギー較正した結果、チャンネルCHとエネルギー E_n (keV) に式(8)の関係が得られた。

$$E_n = 0.252334 + 0.042486 \times CH \quad (8)$$

すなわち1チャンネルが約42.5eVに対応しているので、例えばX線のエネルギーが50keVの場合のひずみ感度は 850×10^{-6} /チャンネル、100keVの場合のひずみ感度は 425×10^{-6} /チャンネルとなり、回折X線エネルギーが高くなるほど1チャンネルあたりのひずみ感度が增大する。したがって、エネルギー分散型応力測定においては、できるだけ高エネルギー側の回折面を使用することにより、測定精度の向上が期待できる。

また、検出器の測定精度を確認するために、Fig. 2中のタングステンの蛍光X線(W-K α 1)を繰り返し測定した。この蛍光X線はコリメータより生じたものである。その結果、測定を繰り返すたびに10eV程度のエネルギーが不規則にシフトしていることがわかった。原因として、温度変化が電子回路を含むシステム全体の分解能に影響を及ぼしていることが考えられる。^{19)~21)}そこで本実験では、測定ごとに得られるW-K α 1ピークエネルギーの理論値とのずれを用いて各ピークに補正を加えることとする。

3.4 実験材料および試験片

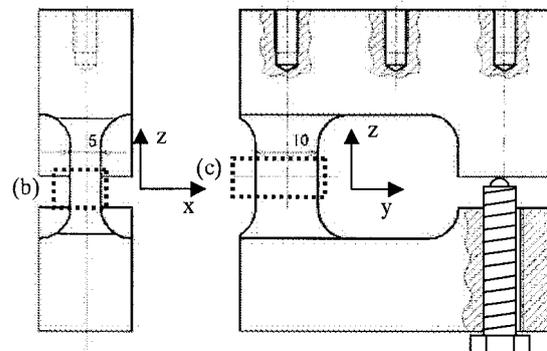
本実験で使用した材料は、溶接構造用高張力鋼板WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685) である。SHY685の化学成分をTable 2に示す。試験片は、厚さ16mmの圧延鋼板から切り出した。熱処理として、930℃に保持後水焼入れ、600℃で焼き戻しを行った母材より切り出し試験片に加工後、540℃で1時間保持の焼鈍を行っている。引張試験の結果、ヤング率は200GPa、ポアソン比

Table 2 Chemical composition of SHY685 (wt.%).

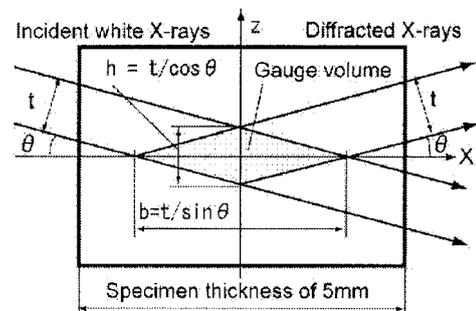
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.20	0.26	1.39	0.02	0.01	0.02	0.02

が0.29であった。Fig. 3 (a)左図に試験片側面形状、右図に試験片正面形状を示す。サイズは $52 \times 50 \times 15\text{mm}^3$ のG型の試験片である。Fig. 3 (a)右図中の左側のより近傍の加工は、内側をワイヤー放電加工、その他の3面はエンドミル加工とした。より部は幅が10mm、厚さが5mmである。Fig. 3 (a)右図中の右側のM6のねじ部に入れたボルトを締め付けることで、左側のよりの部分に曲げ応力と微小引張応力が負荷される。負荷ひずみはよりの両側に貼付したひずみゲージで直接計測し、引張側のひずみゲージが目標値になるように調整した。このとき圧縮側のひずみゲージの値は引張側のひずみゲージの値の約5%減となった。なお、結晶粒径は顕微鏡組織写真の観察結果から約13 μm であった。

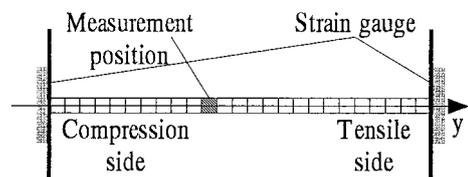
Fig. 3 (a)に本測定で定義した座標系および測定領域を示す。よりの中央を原点とし、Fig. 3 (a)に示すように、よりの長手方向にz軸、よりの厚いほうをy軸、薄いほうをx軸とする。本測定においては、試料をz軸方向



(a) Specimen configuration



(b) Schematic of gauge volume using transmitted diffraction X-rays



(c) Measurement positions and mounted positions of strain gauges

Fig. 3 Geometry of specimen and beam alignment.

に動かすことは行っていない。Fig. 3 (b) は (a) の左図のはりの部分を拡大したものである。この x 軸方向に放射光白色 X 線を入射し回折後、透過させた。ゲージボリュームの断面は、 $t = 50\mu\text{m}$ 、 $\theta = 5\text{deg}$ とすると、高さ h は約 $50\mu\text{m}$ 、長さ b は約 $574\mu\text{m}$ となる。Fig. 3 (c) は (a) の右図のはりの部分を拡大したものである。試験片には Fig. 3 (c) の右側、つまり引張側ひずみゲージの値が $+2000 \times 10^{-6}$ になるように負荷を加えた。このとき Fig. 3 (c) の左側すなわち圧縮側のひずみゲージの値は -1860×10^{-6} であり、2つのひずみゲージの値は測定開始から終了までの間 10×10^{-6} 以内で安定していた。

本研究では、 y 方向に応力勾配を発生させた状態で、スリットサイズ、回折角、測定時間の3つの条件について検討した。これらの条件における測定では、試験片に対する測定場所は $y = 0\text{mm}$ とし、試験片の z 軸が散乱ベクトルの方向と一致するように回転させて測定を行った。さらに、最適な測定条件で、 y 軸上で $-4\text{mm} \sim 4\text{mm}$ の 8mm の範囲を 0.25mm ずつ移動させ、合計 33 点ひずみ測定を行った。なお、曲げ負荷と引張負荷によりはりは撓むが、測定ライン上では微小とし位置補正は行っていない。

4 実験結果

4.1 回折 X 線プロファイル

Fig. 4 に $y = 0\text{mm}$ 、回折角 $2\theta = 10\text{deg}$ (Bragg 角 $\theta = 5\text{deg}$)、測定時間 300s、スリットサイズ $0.05 \times 0.3\text{mm}$ で測定した SHY685 のエネルギースペクトルを示す。50keV 以下および 150keV 以上については、バックグラウンド以外にはピークらしきものが現れていないので示していない。この原因は、低エネルギー側についてはエネルギーが低いために 5mm 厚の鉄鋼材を X 線が透過できないこと、高エネルギー側については X 線強度そのものが弱くなることと SSD の検出効率の低下領域であることが原因と考えられる。50 ~ 150keV の範囲では多くの回折ピークとともに、コリメータの原材料であるタングステンやスリットの原材料である鉛のピークが現れている。記載のないピークはエスケープピークである。

以下では、スリットサイズ、回折角、測定時間についてひずみの高精度測定のための最適条件を検討する。

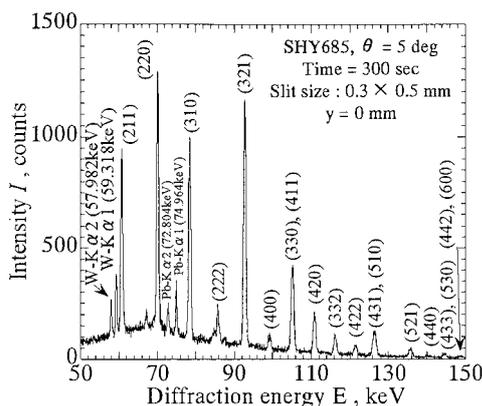


Fig. 4 Diffraction profile of SHY685 by white X-rays.

4.2 スリットサイズの設定

検出器の回転方向のスリットサイズは受光側のコリメータにより固定されているので、これと垂直方向のスリットサイズを変えながら $y = 0\text{mm}$ 、Bragg 角 5deg 、測定時間 1500s の条件で測定を行った。Fig. 5 にスリットサイズを変えたときの α -Fe 420 回折の強度とエネルギーの関係を示す。回折強度とエネルギーは式 (9) に示すガウス関数フィッティングより求めた。

$$I = I_0 + A \exp\left(-\frac{(E_n - E_n^p)^2}{(w/\sqrt{2\ln(2)})^2}\right) \quad (9)$$

ここで、 I は回折強度、 I_0 は offset 値 (バックグラウンド)、 A はピーク強度、 w は半価幅、 E_n はエネルギー値、 E_n^p はピークエネルギー値である。Fig. 5 の横軸は入射および受光スリットの width 方向を掛け合わせた値であり、具体的には、 0.2×0.2 、 0.3×0.3 、 0.3×0.5 、 0.5×0.5 、 $0.5 \times 1.0\text{mm}^2$ の 5 種類である。これらの積はゲージボリューム内の回折に預かる結晶粒数に比例する。強度はスリット幅を掛け合わせたものを横軸にしたときにほぼ線形に変化しており、その切片はほぼ 0 count となっている。これは BL14B1 の光学系が非常に精密に調整されていることを示している。一方、エネルギーについては、得られた値の平均値である $110.850(5)\text{keV}$ (カッコ内の 5 は誤差) に対して、スリットサイズの小さい 2 点は大きく外れている。それぞれのゲージ体積に含まれる結晶粒のおおよその数は、入射側スリット幅の小さい順に、2900、4400、7200 となるが、受光側スリットの幅を変えることによって同じゲージボリュームでも回折に預かる結晶粒数は増加する。一般的に多結晶を扱う場合、ゲージ体積に含まれる結晶粒の数は 10000 個以上必要とされており、どれもその値を満たしていない。しかしながら、Fig. 5 のエネルギーとスリットサイズの間をみると、スリットサイズの大きい 3 点についてはほとんど平均値に近い。以上のことから、最適なスリットサイズの条件は、スリットサイズを絞ったときに、得られる回折 X 線エネルギーの値が大きく変化する直前を選択、もしくはゲージ体積内に含まれる結晶粒数を 5000 個以上にすることが望ましい。

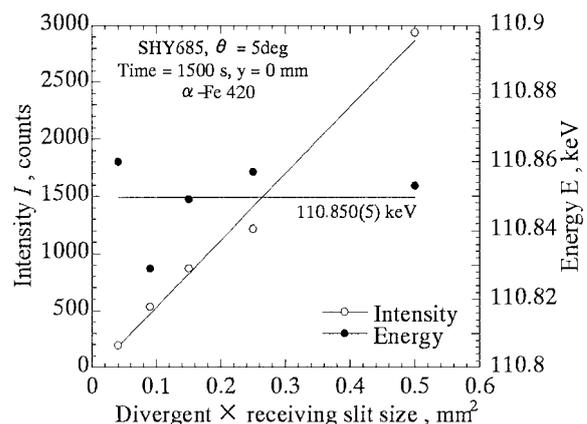


Fig. 5 Diffraction X-ray intensity and energy vs slit size.

4・3 回折角の設定

回折角度を変えることで同一格子面でも回折X線のエネルギーが異なる。Fig. 6に入射スリットを $0.05 \times 0.3\text{mm}$ 、受光スリットを $0.05 \times 0.5\text{mm}$ 、 $y = 0\text{mm}$ 測定時間 900s で回折角度を変えたときに得られたエネルギースペクトルを示す。図の上から Bragg 角 $\theta = 3, 4, 5, 6, 7\text{deg}$ の順に示す。それぞれのグラフ中の縦斜線は上下のグラフの測定領域に対応し、各図中に示した矢印は $\alpha\text{-Fe 310}$ 回折を表す。Bragg 角 $\theta = 3\text{deg}$ では、 $50 \sim 150\text{keV}$ のエネルギー範囲に現れる回折線は少ないが1つ1つの回折線の強度は強い。一方、 $\theta = 7\text{deg}$ では多くの回折が現れているが1つ1つの回折強度は比較的弱い。これは原子散乱因子の影響によるものである。すなわち、回折角を大きくすると指数の大きい回折面からの情報が得られるが、指数の大きい回折面の原子散乱因子は小さくなり、結果として強度は減少する。例えば 100keV 付近に現れる回折強度を比較すると、Bragg 角 $\theta = 3\text{deg}$

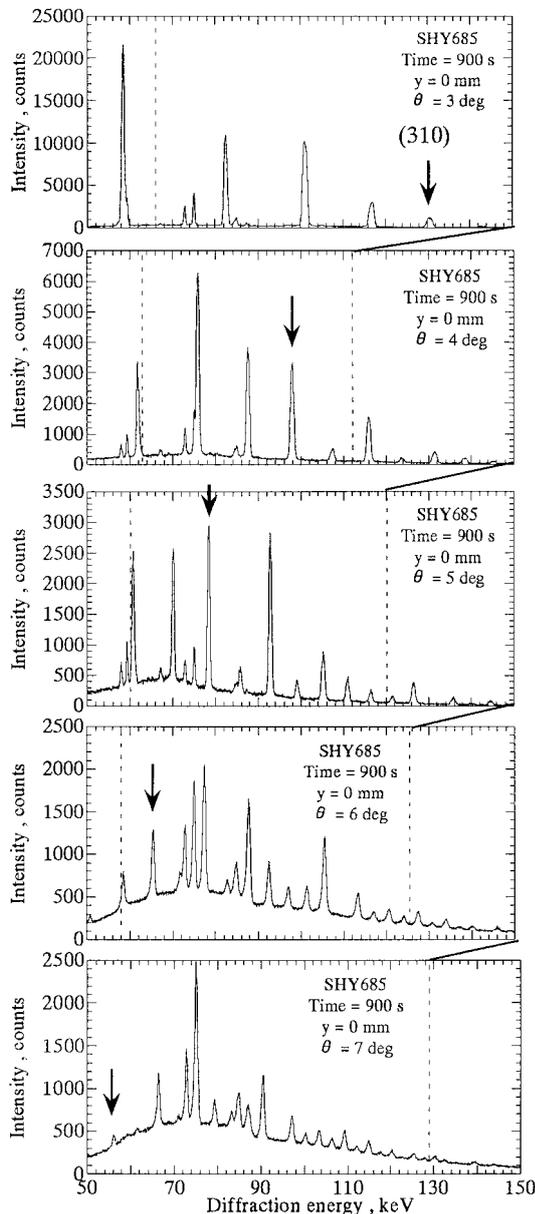
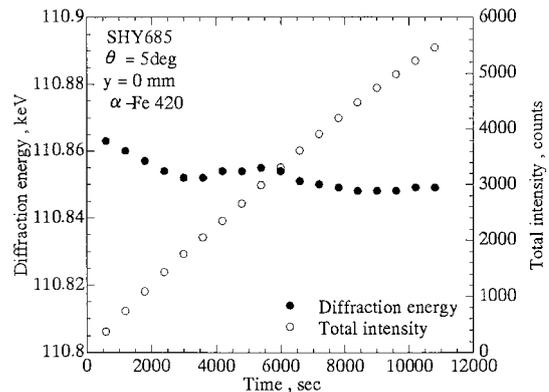


Fig. 6 Change of diffraction profile with diffraction angle.

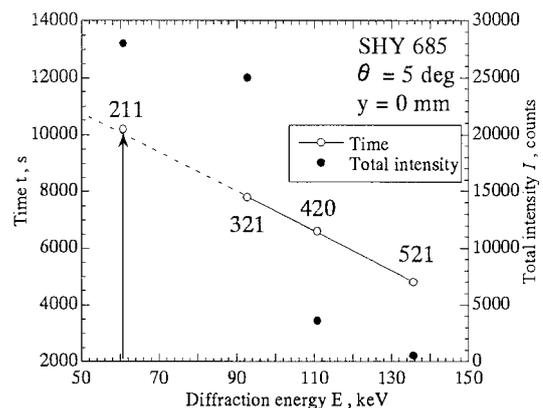
では 10000 カウント近くの強度があるのに対して、 $\theta = 4\text{deg}$ では 4000 カウント、 $\theta = 7\text{deg}$ になると 500 カウントであり、しかも 400 カウントはバックグラウンドである。また、回折面の数が増えると隣り合う回折線が近づくためにピークエネルギーの決定が困難となる。このことから、Bragg 角 $\theta = 6, 7\text{deg}$ はあまり好ましくないといえる。逆に、Bragg 角 $\theta = 3\text{deg}$ では強度が強く、これは測定時間の短縮につながるが、測定エネルギー範囲に含まれる回折線の数が少なければ、例えば集合組織などの影響を持つ材料を扱う場合に回折面からの情報が十分に得られない可能性もある。このような材料では、できるだけ多くの回折面からの情報が得られる測定環境を用意しておく必要がある。したがって Bragg 角 $\theta = 3, 4\text{deg}$ はあまり好ましくないといえる。以上の考察から、回折強度もある程度確保され、より多くの回折面からの情報が確保できる Bragg 角 $\theta = 5\text{deg}$ すなわち回折角 $2\theta = 10\text{deg}$ が鉄鋼材料には適しているといえる。

4・4 測定時間の設定

測定時間を増やすことは統計的誤差を減少させることになり、そのデータの信頼性を向上させる。限られた実験の中ではむやみに測定時間を増やすことができないが、その精度はある程度の時間で収束することが期待できる。入射スリットを $0.05 \times 0.3\text{mm}$ 、受光スリットを $0.05 \times 0.5\text{mm}$ 、 $y = 0\text{mm}$ 、回折角 $2\theta = 10\text{deg}$ で測定時間を 600s



(a) Change of diffraction energy of $\alpha\text{-Fe 420}$ plane with time.



(b) Convergence time and counts vs diffraction energy.

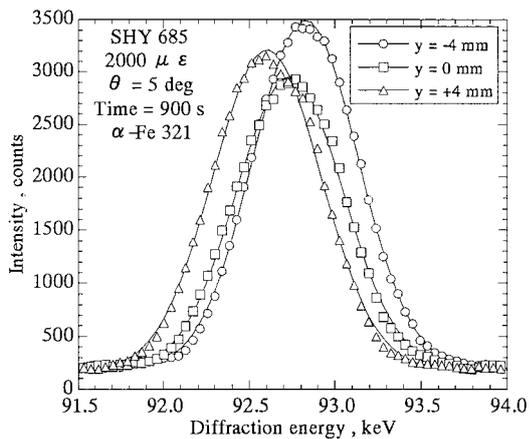
Fig. 7 Convergence time of measurement data.

として繰り返し測定した結果を順次加算し、ガウス関数フィッティングより求められた α -Fe 420 回折のエネルギーとそのときの強度を Fig. 7 (a) に示す。強度は直線的に増加している。一方、回折線のエネルギーに関しては、時間の経過とともに徐々に収束し、7200sec で回折エネルギーはほとんど一定となる。そこで α -Fe211, 321, 420, および521 回折におけるエネルギーと収束する時間との関係を Fig. 7 (b) の白丸に示す。直線にのっており、収束時間と回折X線エネルギーには相関があるようである。一方、図中の黒丸は収束時のX線の強度を示しているが、回折X線エネルギーとの間には相関を表す適切な関数が見当たらない。本実験に用いたSSDの検出効率が100keVを超えるエネルギー域で減少することも影響していると考えられる。しかし、最適な測定時間については現時点では明確でなく今後の検討課題としたい。

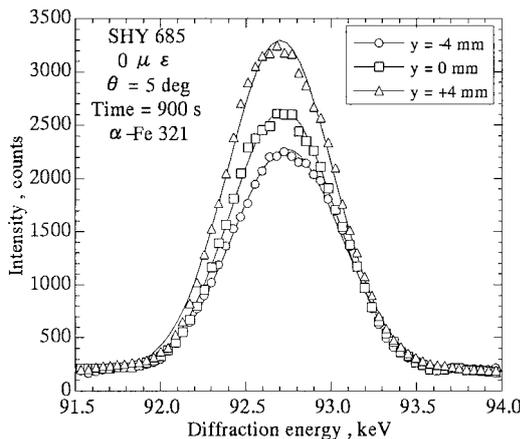
4・5 測定ひずみ分布

前節までの検討により測定条件を以下のように決定した。スリットサイズは入射側 $0.05 \times 0.3\text{mm}$ 、受光側 $0.05 \times 0.5\text{mm}$ 、回折角 2θ は10deg、測定時間は900sである。測定時間については、最も強い回折ピークが3000カウント程度になるように設定した。

Fig. 8 に負荷を加えた状態と負荷を加えていない状態で測定した、 $y = 0, \pm 4\text{mm}$ における α -Fe 321 回折のプロファイルを示す。Fig. 8 (a) の負荷を加えた状態では、



(a) Applied strain of $2000 \mu \varepsilon$



(b) Applied strain of $0 \mu \varepsilon$

Fig. 8 Diffraction profile of α -Fe 321 plane of SHY685.

異なる y の位置で得られるプロファイルがエネルギーに対してシフトしていることがわかる。一方、Fig. 8 (b) の負荷を加えていない状態では、3つのプロファイルはほぼ同じエネルギーにピークをもっている。このことから負荷ひずみに対してエネルギースペクトルに差が発生していることがわかる。

Fig. 9 に α -Fe 321 回折について、式 (9) より求められた各位置 y における回折エネルギーを示す。図中の白丸が負荷ひずみを加えていない場合、黒丸が負荷ひずみを加えた場合であり、実線は負荷ひずみを加えていない場合の平均値である。負荷ひずみを加えた場合のグラフは平均の直線に対して若干上下しているが単調減少を示している。一方、負荷を加えていない場合に注目するとどの回折についても $\pm 0.1\text{keV}$ 程度の揺らぎがあり、検出器の揺らぎに比べると大きい。本試験片には焼鈍を施しているが、粉末試料と異なりバルク材での無ひずみ化は難しく、微小部については若干の残留応力を有していることが考えられる。また、温度変化による影響も考えられる。そこで本測定では、測定位置 y で求められたエネルギーの平均値を各回折面の無ひずみ時のエネルギー E_0 とした。

Fig. 10 に、 α -Fe 211, 321, 420, 521 回折より求められた y 軸上のひずみ分布を示す。破線はひずみゲージで求められる負荷ひずみである。白丸は各位置 y におけるひずみであり、実線はそれらの近似直線である。Fig. 10 左上図の α -Fe 211 回折においては、測定された各位置のひずみが負荷ひずみを示す破線に比べばらつきが大きく、これらの近似直線の相関係数 R も0.897と1に比べると小さい。この原因は、回折強度は十分強いが、エネルギーが低いために誤差の影響を強く受けるためであると考えられる。一方、Fig. 10 右下図の α -Fe 521 回折においては、破線に対してかなりよい一致を示しており、近似直線を表す実線の相関係数も0.980と大きい。この回折は、強度は弱いが高エネルギーが高いために、多少の誤差が発生してもそれ以上にエネルギーに対するひずみの感度が高いことが精度向上につながったと考えられる。

ここで Fig. 10 右上の α -Fe 321 回折に注目すると、

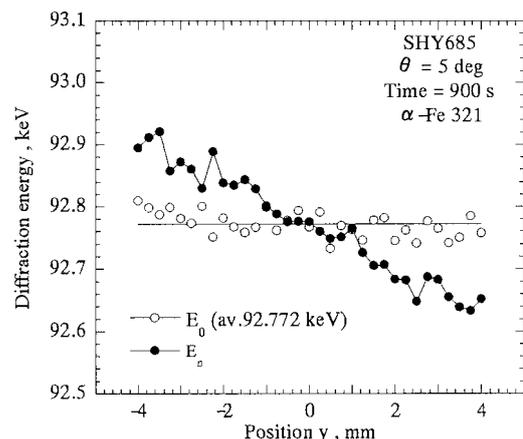


Fig. 9 Diffraction energy distribution of α -Fe 321 plane of SHY685 with and without bending.

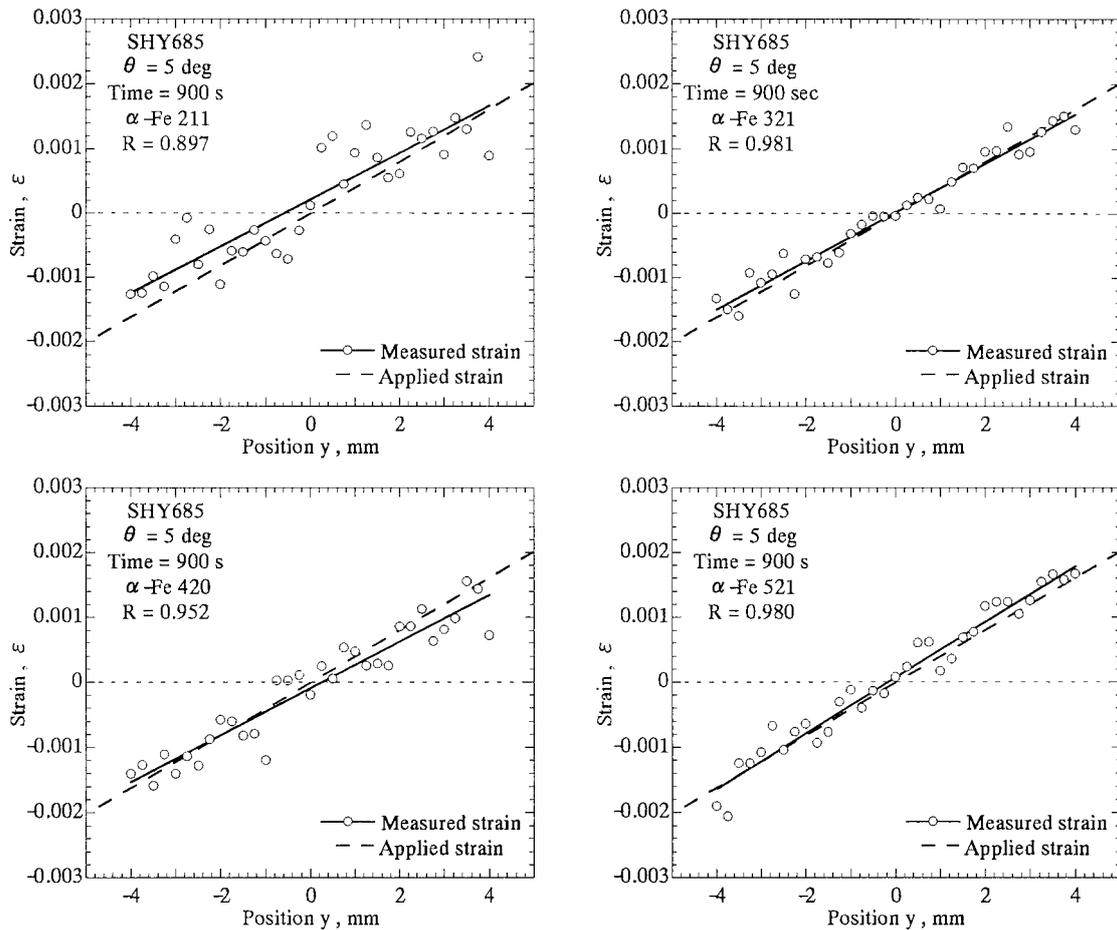


Fig. 10 Strain distributions of α -Fe 211, 321, 420 and 521 planes of SHY685 under bending.

α -Fe 521 回折と比べても測定ひずみの直線性（相関係数：0.981）がよい。 α -Fe 321 回折ではプロファイルのガウス曲線近似時の決定係数が測定位置毎に安定して高いことや強度も安定しているなど、他の回折面に比べ優位性が見られた。この原因としてSSDの検出効率のエネルギー依存性や結晶の格子面特有の結晶塑性的性質など、いくつか考えられるが、現時点では特定できていない。今後の課題としたい。また、 α -Fe 321面のX線の弾性定数の理論値から推測されるヤング率は、Voigtモデルが227GPa、Reußモデルが220GPaであり、Krönerモデルを仮定すると224GPaとなる。これは引張試験によるマクロなヤング率200GPaより大きく、測定ひずみ分布の近似直線が負荷ひずみ分布の直線に比べ若干傾きが小さいことは妥当な結果を示している。

以上の考察から、SHY685試験片においては単独の回折面、特に100keV付近で検出される α -Fe 321面を用いることで、内部のひずみ分布を最も精度よく測定することが可能であることがわかった。

5 結 言

SPring-8のBL14B1において得られる高エネルギー白色X線を用いて、材料内部の応力測定に関する基礎的な実験を行った。結晶粒の細かい溶接構造用高張力鋼板WEL-TEN780E (JIS G3128 SHY685) を試験片として用い

て曲げ応力を負荷し、厚さ5mmを透過した回折X線から負荷方向のひずみを求めた。測定条件と測定精度に関する検討を行い、以下の結果が得られた。

(1) 60～150keV程度の高エネルギー白色X線を用いれば、厚さ5mmのSHY685に対し、透過した回折X線を内部ひずみ測定に利用できる。

(2) 内部ひずみの測定精度を高めるためには、スリットサイズをゲージ体積内に5000個以上の結晶粒が含まれるように設定し、回折角は10deg付近にすることが望ましい。さらに、高エネルギー側の回折を利用すると精度向上につながる。ただし、測定時間については今後の検討が必要である。

(3) SHY685材の高エネルギー白色X線を用いた内部ひずみ測定では、100keV付近の α -Fe 321回折線を利用することでもっとも精度の良い測定が可能である。

本研究の一部は科学研究費補助金基盤研究(C) (No. 17560058)の助成であることを記し謝意を表す。実験を遂行するにあたり(独)日本原子力研究開発機構量子ビーム応用研究部門放射光科学研究ユニットの西畑保雄博士、および岡島由佳氏に多大なご協力をいただいた。また、試験片作製では北見工業大学三浦節男博士、北見工業大学技術部の堂田誠治氏、山田忠永氏、石澤真也氏にご協力をいただいた。ここに記して心から感謝の意を表す。

参 考 文 献

- 1) J. Shibano, T. Ukai and S. Tadano, "Measurement of residual stress distribution along the depth direction in subsurface layer by polychromatic X-rays", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.43, No.490, pp.806-811 (1994).
- 2) J. Shibano, T. Ukai, S. Tadano and M. Todoh, "Residual stress evaluation of austenitic stainless steel with a finished surface by polychromatic X-ray method", *Transaction of the Japan Society of Mechanical Engineers*, Vol.61, No.591, pp.2469-2475 (1995).
- 3) J. Shibano, S. Tadano and T. Ukai, "Polychromatic X-ray method for residual stress measurements in a subsurface layer", *Experimental Mechanics*, Vol.36, No.1, pp.24-32 (1996).
- 4) J. Shibano, S. Tadano, M. Todoh and T. Ukai, "Effect of intermediate layer on residual stress occurred in hydroxyapatite coating implant", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Japan*, Vol.65, No.639, pp.2246-2251 (1999).
- 5) G. Brusch and W. Reimers, "Evaluation of residual stresses in the surface region and in the bulk of materials by high energy X-ray diffraction", *Proceedings of The Fifth International Conference on Residual Stresses*, Vol.1, pp.557-562 (1997).
- 6) W. Reimers, M. Broda, G. Brusch, D. Dantz, K. D. Liss, A. Pyzalla, T. Schmackers and T. Tschentscher, "Evaluation of residual stresses in the bulk of materials by high energy synchrotron diffraction", *Journal of Nondestructive Evaluation*, Vol.17, No.3, pp.129-140 (1998).
- 7) C. Stock, Ch. Genzel and W. Reimers, "Residual stress analysis in the intermediate zone between surface and volume by energy dispersive X-ray diffraction Problems and attempts at their solution", *Proceedings of The Six International Conference on Residual Stresses*, Vol.1, pp.727-734 (2000).
- 8) S. Takago, T. Sasaki, K. Akita, Y. Yoshioka and Y. Hirose, "X-ray stress measurement of composite material using synchrotron radiation", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.49, No.7, pp.729-734 (2000).
- 9) K. Suzuki, K. Tanaka, Y. Akiniwa, M. Kawamura, K. Nishio and H. Okado, "In-situ stress measurement of bond coating at high temperature by high-energy synchrotron X-rays", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.52, No.7, pp.756-763 (2003).
- 10) H. Suzuki, K. Akita, Y. Yoshioka, Y. Waku and H. Misawa, "Evaluation of phase stresses of Al₂O₃/YAG binary MGC by synchrotron radiation", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.52, No.7, pp.770-775 (2003).
- 11) Y. Sakaida, K. Tanaka, Y. Akiniwa and Y. Sawaki, "In-situ local stress measurement near notch tip in alumina ceramics using synchrotron radiation source", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.52, No.10, pp.1225-1230 (2003).
- 12) K. Tanaka, T. Ito, Y. Akiniwa and H. Ohta, "In-situ synchrotron measurement of thermal stress in textured copper thin films during thermal cycling", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.53, No.7, pp.728-733 (2004).
- 13) Y. Akiniwa, H. Kimura and K. Tanaka, "Measurement of stress distribution near notch and fatigue crack in ultra-fine grained steel by synchrotron radiation", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.53, No.7, pp.752-757 (2004).
- 14) 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", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.55, No.7, pp.647-653 (2006).
- 15) T. Shobu, J. Mizuki, K. Suzuki, Y. Akiniwa and K. Tanaka, "High space-resolutive evaluation of subsurface stress distribution by strain scanning method with analyzer using high-energy synchrotron X-rays", *JSME International Journal, Series A*, Vol.49, No.3, pp.376-381 (2006).
- 16) K. Suzuki, K. Tanaka and T. Shobu, "Residual stress in EB-PVD thermal barrier coatings", *Material Science Forum*, Vol.524-525, pp.879-884 (2006).
- 17) <http://www.spring8.or.jp/ENGLISH/facility/bl/SPring8BL/BL14B1/index.html>
- 18) H. Ohyanagi, "Basis of synchrotron radiation", pp.477-490 (1996) Maruzen.
- 19) T. Fukamachi, S. Hosoya and O. Terasaki, "The Precision of interplanar distances measured by an energy-dispersive diffractometer", *J. Appl. Cryst.*, Vol.6, No.117, pp.117-122 (1973).
- 20) M. Nagao and S. Kusumoto, "Poly-chromatic X-ray stress measurement", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.26, No.285, pp.576-583 (1977).
- 21) T. Takama and S. Sato, "Energy dispersive X-ray diffraction method and its application", *Advancement of X-ray Analysis IX*, pp.17-25 (1977).