

Study on the X-ray Stress Measurement of the Exposure Unit and Scanning Unit All In One System Using an Imaging Plate.

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2017-10-05 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/2297/43796

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 3.0 International License.



博 士 論 文

イメージングプレートを用いた露光再生一体型

X線応力測定に関する研究

金沢大学大学院自然科学研究科

システム創成科学専攻

学籍番号 1123122215

氏名 丸山 洋一

主任指導教員名 佐々木 敏彦

提出年月 2015年7月

目次

第 1 章 緒 論.....	1
第 2 章 $\cos\alpha$ 法に適した X 線応力測定装置の検討と検証.....	10
2.1. 緒 言.....	10
2.2. $\cos\alpha$ 法.....	11
2.3. $\cos\alpha$ 法に適した X 線応力測定装置の.....	15
2.4. 本研究で開発した装置.....	20
2.5. 装置の各機能における検証.....	22
2.5.1. 供試材と測定条件.....	22
2.5.2. 試料距離の測定精度.....	22
2.5.3. IP リーダの性能.....	24
2.5.4. IP の中心位置の決定精度.....	25
2.6. 実験方法.....	29
2.6.1. 供試材.....	29
2.6.2. 測定条件.....	30
2.7. 実験的検証.....	32
2.7.1. 繰り返し再現性の確認.....	32
2.7.2. 四点曲げ負荷試験による応力の測定精度の確認.....	34
2.8. 結果と考察.....	35
2.9. 結 言.....	36
第 3 章 X 線応力測定に必要な各種設定条件の導出.....	38
3.1. 緒 言.....	38
3.2. 装置の各種設定条件.....	38
3.3. 測定精度を推定する手法.....	40
3.4. 実験方法.....	42
3.4.1. 供試材.....	42
3.4.2. 測定条件.....	43
3.5. 実験的検証.....	44
3.5.1. 回折環の取得結果.....	44

3.5.2.	繰り返し応力測定を行った結果.....	47
3.5.3.	X線の強度を可変させた実験.....	50
3.5.4.	試験片の違いによる実験.....	60
3.5.5.	IPリーダのパラメータを可変させた実験.....	62
3.5.6.	ピーク位置決定法を可変させた実験.....	65
3.6.	結果と考察.....	67
3.7.	結 言.....	68
第 4 章	粗大結晶粒材料測定への対応.....	70
4.1.	緒 言.....	70
4.2.	実験方法.....	75
4.2.1.	供試材.....	75
4.2.2.	測定条件.....	78
4.3.	実験的検証.....	80
4.3.1.	X線入射角揺動法.....	80
4.3.2.	試料平面揺動法.....	87
4.4.	結 言.....	93
第 5 章	結 論.....	96
	謝 辞.....	99

本論文における主要な記号

a_1	$\cos\alpha$ 法の基礎式における解
C_p	コリメータの直径
C_t	X線管の管電流
d	格子面間隔
d_α	回折環 α 方向の格子面間隔
Δd_α	回折環 α 方向のひずみにより引き起こされた格子面間隔の変化量
D	試料とイメージングプレートの距離
D_s	入射角揺動ステージの仮想中点とイメージングプレートまでの距離
D_m	入射角揺動ステージの仮想中点と試料までの距離
E	ヤング率
F_m	半価幅(FWHM)
H	CT法に用いる逆投影関数
I_p	回折環プロファイルの最大強度とバックグラウンドとの差
K	$\cos\alpha$ 法における応力定数
l	ライン揺動適用時の揺動長さ
M	a_1 と $\cos\alpha$ との関係を直線近似した勾配
n	試料座標系におけるX線入射方向の方向余弦
R_α	回折環 α 方向のイメージングプレート上のピーク位置
S	応力測定を100回繰り返したときの標準偏差
V_t	X線管の管電圧
α	回折環の回転角
γ	せん断ひずみ
δ	入射角揺動法適用時の揺動範囲
ε	垂直ひずみ
ε_x	X線入射方向の試料平面に平行なひずみ
ε_α	回折環 α 方向のひずみ
η	Bragg角の余角
θ	Bragg角
θ_0	無ひずみの回折角

θ_c	X線入射方向とライン揺動方向とのなす角
θ_α	回折環 α 方向の回折角
λ	特性 X 線の波長
ν	ポアソン比
ω	角周波数
σ	垂直応力
σ_x	X線入射方向の試料平面に平行な応力
σ_s	四点曲げ負荷試験でのひずみゲージの応力
ϕ	回折面法線と主応力方向との試料平面に平行のなす角
ϕ_0	X線入射方向と主応力方向との試料平面に平行のなす角
ψ	回折面法線と試料平面に垂線とのなす角
ψ_0	X線入射方向と試料平面に垂線とのなす角

第 1 章 緒 論

現代の日本において大きな問題となっているひとつに、インフラの老朽化がある。高度成長期に整備された膨大なインフラが老朽化しているが、昨今の不景気も重なり、新規にインフラが作れず、老朽化に伴い疲労したインフラの把握と延命処置が急務となっている。Fig. 1-1 は静岡県浜松市にある原田橋である。2012 年に橋を吊っているケーブルが破断したため補修工事が行われ、ひずみゲージによりモニタリングによる監視を行いながら運用していたが、2015 年の大雨により崩落してしまった。崩落の直接的原因は土砂崩れであるが、このようにメンテナンスが必要なインフラが数多く存在している。



Fig. 1-1 Bridge in Hamamatsu city which was made in 1956 collapsed in the heavy rain of 2015 ⁽¹⁾.

疲労の原因として考えられているひとつに残留応力があるが、残留応力は直接観察することが困難という問題がある。一般的な応力測定法であるひずみゲージを用いた応力測定は、材料の破壊をもって開放される応力を測定するものであり、インフラの応力の測定目的には適さない。本研究で行っている X 線による応力測定⁽²⁾⁽³⁾は、表面層に残留している残留応力を非破壊で測定できるという特徴を有していることから、これからのインフラの測定に期待されている。また疲労の回復を目的に、材料表面に圧縮の残留応力を付与するショットピーニング処理⁽⁴⁾や熱処理などの表面改質処理が、材料強度学の発展に伴いインフラに対して施工され、施工後の確認を目的とする残留応力の現場測定が求められている。

X 線応力測定法は、多結晶金属材料表面層に存在する結晶のうち、Bragg の回折条件を満

足する、特定の結晶面からの回折線の移動量から格子ひずみを捕らえ、弾性学に基づき多結晶金属材料表面層にかかる応力を解析する測定法である。古来 X 線を用いた応力測定は、背面反射を用いた写真法での応力解析が行われてきたが、高精度なディフракトメータの登場により、写真法からディフракトメータ法に移り変わり、Macherauch⁽⁵⁾⁽⁶⁾らによって定式化された $\sin^2\psi$ 法によって高精度に解析が行われ、今日では X 線応力測定法として規格化⁽⁷⁾され、X 線応力測定法の基礎となっている。以後 X 線応力測定技術の向上が行われ、従来の集中ビーム法に加え平行ビーム法⁽⁸⁾⁽⁹⁾が確立し、平行ビーム法は試料設置に厳密さを要しない特徴を有していることから、X 線応力測定法を実験室から現場に持ち出せ、製品管理や事故解析の手段としての利用を可能にさせた貢献は大きい。しかし現代において市販化されているディフракトメータやゴニオメータを用いた装置は、持ち運べるものも多数あるが、ほとんどはセンサ部の重量が 20kg を超え、電源を含めると総重量は 50kg 以上になり、手軽に現場測定という点においては適しているとはいえず、広く普及するには至っていない。一方、写真法も引き続き研究が行われ、平ら⁽¹⁰⁾によって回折環全周から応力を算出する $\cos\alpha$ 法が確立された。 $\cos\alpha$ 法はディフракトメータ等を用いる $\sin^2\psi$ 法とは異なり、X 線を多角で入射させる必要がある $\sin^2\psi$ 法に比べ、X 線の入射角が単一で良い利点を有するが、比較的大きな面積の 2 次元検出器が必要となる。宮原ら^{(11)~(15)}によって開発された 2 次元検出器であるイメージングプレート(以下 IP と称する)は、そもそも医療用として製品化⁽¹⁶⁾されたが、工学的分野への適用として、吉岡ら⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾は IP を用いて X 線材料強度学の研究を行い、適用性を示すとともに、IP を $\cos\alpha$ 法による X 線応力測定法に適用し、その可能性を実証した。続いて佐々木ら^{(19)~(21)}は、同じく IP を用い $\cos\alpha$ 法を全平面応力測定、三軸応力測定、応力勾配測定、マクロ・マイクロ応力測定の可能性について検討し、IP による粗大結晶粒から成る材料の応力測定、および CT(コンピュータ・トモグラフィ)による応力の平面分布特性についても検討を行い、さらに IP を中性子⁽²²⁾による応力測定にも拡張した。しかしながら、これまでの IP による $\cos\alpha$ 法での研究に用いられた装置の多く⁽²³⁾は、Fig. 1-2 のように IP への X 線の露光装置と読取装置(IP リーダ)が異なる装置であり、X 線での測定のたびに、IP を装置から取り外す必要があった。そのため別途 X 線の出射位置を特定する必要があり、粉末などの無応力材料を用いて多重露光をするなどの煩雑な手順を要し、かつ複雑な画像処理を要するため、単一の X 線照射で測定が可能という簡便さを活かし切れず、普及の足かせとなっていた。

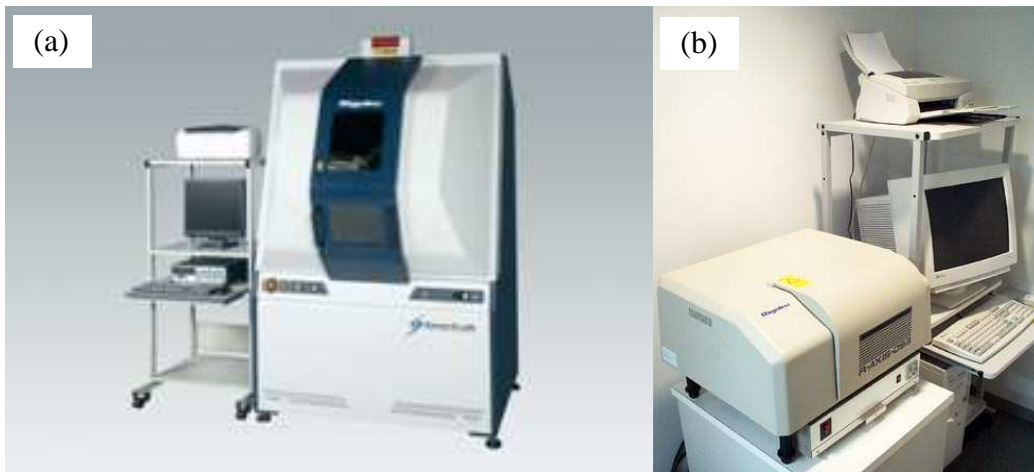


Fig. 1-2 Experimental apparatus of conventional $\cos\alpha$ method. (a) X-ray exposure device (Rigaku RINT). (b) Imaging plate (IP) reader (Rigaku R-Axis).

本研究は、IP を利用し $\cos\alpha$ 法に適した X 線応力測定装置の研究と検討を行い、X 線露光装置と IP リーダを一体化しつつ軽量化し、過去では煩雑であった写真法による応力測定を、簡便に、かつ信頼性の高い測定を可能とする手法について研究し、実際に装置を開発し実験により性能を検証したものである。さらに開発した装置を運用することで、これまでの貴重な研究成果を様々な場所へ適用すると共に、研究対象を飛躍的に広げ、かつディフракトメータへの変換過程の中で埋もれていった、写真法などによる完全な回折環による研究内容を、現代において復活させるものである。

ここで本研究に用いた IP と、従来行われてきた IP を用いた $\cos\alpha$ 法による測定方法を簡単に述べることにする。IP は、輝尽性蛍光体の微結晶を塗布したフィルム⁽²⁴⁾であり、X 線エネルギーが当たると一旦蓄積され、後に可視光による励起で X 線の露光量に応じた強度の PSL 発光(輝尽性蛍光体からの発光)が起き、X 線照射量に比例した X 線像が得られるシートであり、以下の特徴を有することが知られている。

- (1) 広いダイナミックレンジとリニアリティ ($10^4 \sim 10^5$) を持つ。
- (2) 高感度である。
- (3) 高分解能 (25~200 μm) である。
- (4) 繰り返し使用が可能である。
- (5) 露光された X 線像がデジタルデータとして利用できる。

IP の露光から発光までの流れを Fig. 1-3 に示す。本研究では、富士フィルム製イメージングプレート BAS-IP SR (高鮮鋭度タイプ BaFBrEu²⁺) を用いた。励起スペクトルと発光スペクトルを Fig. 1-4 に示す。本研究で用いた IP は X=Br であるため 600nm で励起するのが好

ましく、PSL 発光の波長は 380nm となる。

従来行われてきた IP を用いた $\cos\alpha$ 法による応力測定は、IP への露光後、IP を取り外す必要があるため、X 線出射位置が失われてしまう。そこで X 線出射位置の特定に多重露光法が一般的に用いられてきた。Fig. 1-5 は試験片に X 線を照射し、回折環を IP に露光し、続けて異なる試料距離に設置した粉末に、X 線を照射し回折環を IP に多重露光後、市販の IP リーダにて IP 画像のデータ化を行った結果である。粉末からの回折環は、無ひずみのため真円となることから、粉末からの回折環の中心位置が、X 線出射位置と特定できる。粉末の回折環データから中心位置を求める手法は、多々考えられるが基本的には Fig. 1-6 の手順となる。

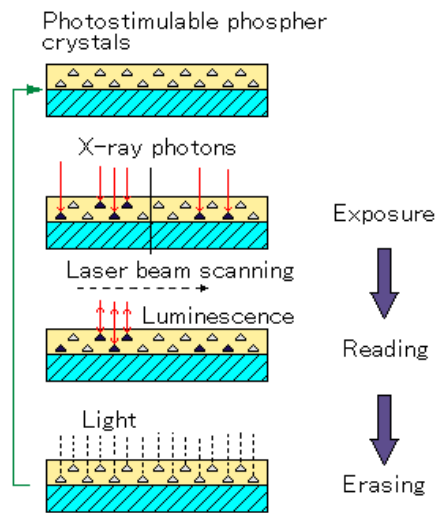


Fig. 1-3 Principle of imaging plate ⁽¹⁷⁾.

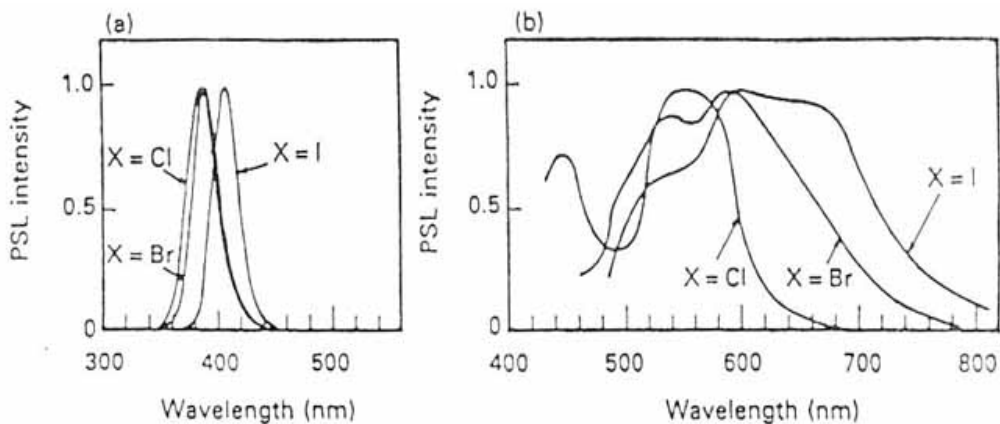


Fig. 1-4 Photo stimulated luminescence (PSL) spectrum of imaging plate ⁽²⁴⁾. (a) Emission spectrum. (b) Excitation spectrum. Using the X=Br type in the study.

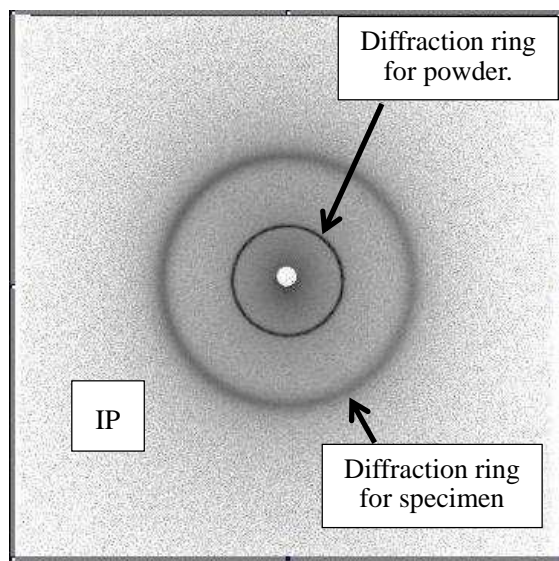


Fig. 1-5 Scanning image of imaging plate (IP) using the conventional method.

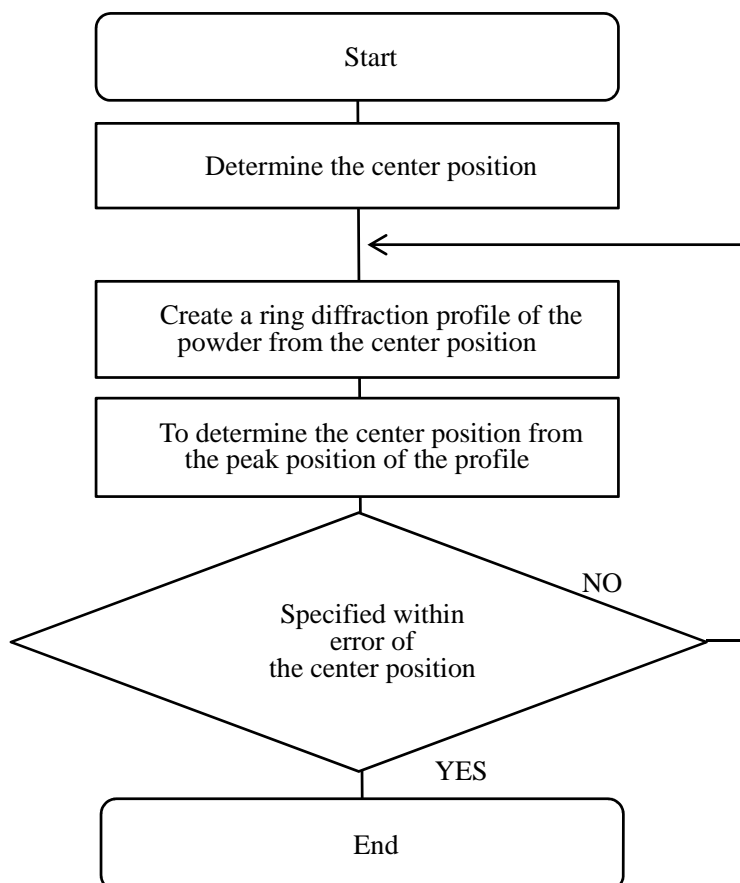


Fig. 1-6 Flow of the center position determination.

ただし通常 IP リーダから得られるデータは直交座標形式であり、 $\cos\alpha$ 法で応力を解析するためには、X 線出射位置を基準とした極座標形式に変換が必要である。そのため各画素を回折環よりも十分小さくし、かつ回折環が画素斜めに通過するため、サブピクセル処理(Fig. 1-7)などの技術を用いて変換を行う必要がある。こうして求めた α 方向のプロファイル(Fig. 1-8)から、回折環のピーク位置を決定し応力を算出する方法が、従来から行われている $\cos\alpha$ 法である。

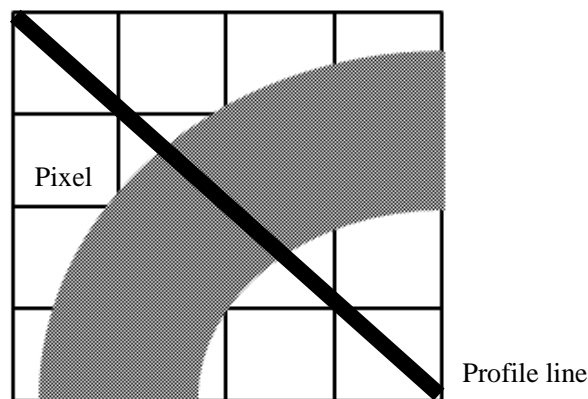


Fig. 1-7 Analysis by sub-pixel processing of profiles by the conventional method.

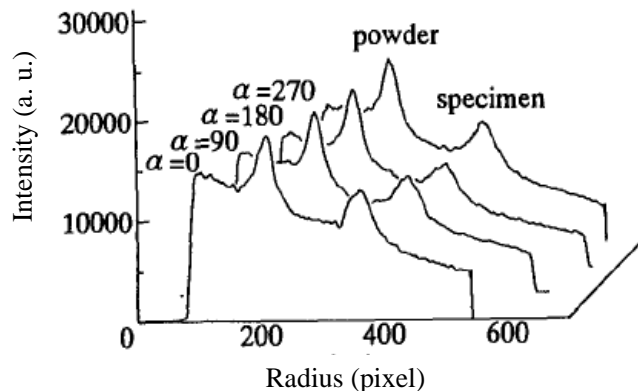


Fig. 1-8 Profile obtained by the conventional method.

最後に X 線応力測定は、次の 3 つの大きな仮定のもとに組み立てられていることを、再確認しておく。

- (1) 対象となる材料が均質等方性体であること。
- (2) X 線照射域内に回折に寄与する結晶粒が十分な数だけ存在すること。
- (3) 測定対象とする材料表面の応力状態が平面応力状態であること。

さらに(3)に関しては

- (a) 応力が表面からの X 線侵入深さ内で変化しないこと.
- (b) 試料表面に垂直な方向の応力成分は 0 であること.
- (c) 主応力軸の一つが試料表面法線方向に一致すること.

以上の仮定のいずれかが欠落しても、X 線応力測定は原理的に成立せず、応力解析は不適当と言わざるを得ないが、本研究では $\cos\alpha$ 法装置の検証において、上記仮定の欠落がないとして取扱う。ただし仮定(2)については、別途取り上げ検討を行うことにする。

本研究論文の構成は、本章を含めて 5 章で構成されている。以下に各章の概要を記述する。

第 2 章では、実際に X 線照射、IP、IP の読み取り及び解析を行う装置を開発し、 $\cos\alpha$ 法による X 線応力測定の基礎的研究を目的とし、鉄鋼材料から得られる回折環に対して、 $\cos\alpha$ 法の適用可否を確認し、装置に必要とされる繰返精度と共に、四点曲げ負荷試験によりひずみゲージと比較し、その値の確からしさの知見を得た。

第 3 章では、開発した装置において、応力測定に最適な条件を導出するにあたり、X 線管電圧、管電流、露光時間、試料設置距離、コリメータの変更による X 線の線量に関わる条件や、IP の読取感度、読取ピッチ、読取時の回転数、励起レーザ強度、プロファイルのピーク位置決定法を可変させ、応力の測定精度を繰り返すことによって検討し、最適な条件の導出方法について知見を得た。

第 4 章では、測定対象試料に求められるべき仮定(2)から外れる粗大結晶粒材料において、X 線入射角揺動法や試料平面揺動法を開発した装置に適用し、粗大結晶粒から成る材料を、揺動法により十分な精度で回折角決定が可能な回折環を得られるようにし、さらに X 線入射角揺動法での問題点である、試料距離のミスセットが応力に与える影響を明確化し検証を行った。また試料平面揺動法の問題である、平面解像度の低下対策として CT 法の適用を試み、CT 法に用いる逆投影の手法について新しい知見を得た。

第 5 章は、第 2 章から第 4 章までで得られた主要な結論を示すとともに、本研究を統括した。

参考文献

- (1) 亀山誠司, 平松貴彦, "主ケーブル一部破断に伴う鋼吊橋の補強対策工と長期監視", 土木施工管理技術論文集, Vol.18, No.28, pp.111-114 (2014).
- (2) 日本材料学会, "X線応力測定法標準", 養賢堂 (2002).
- (3) 田中啓介, 鈴木賢二, 秋庭義明, "残留応力の X線評価-基礎と応用-", 養賢堂 (2006).
- (4) 柳瀬悦也, 西尾光司, 楠見之博, 新井和夫, 秋庭義明, 田中啓介, " $\sin^2\psi$ 線図の非線形性解析によるショットピーニング鉄鋼材の非破壊残留応力分布評価", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.69, No.682, pp.993-1000 (2003).
- (5) E. Macherauch and P. Muller, "Evaluation of X-ray Elastic Constants of Cold-strained Armco-iron and CrMo-steel", Arch. Eisenhüttenwes, Vol.29, pp.257-260 (1958)
- (6) E. Macherauch, "Principles and Problems of the X-Ray Determination of Elastic Stresses", Materialpruefung, Vol.5, pp.14-25 (1963).
- (7) 日本材料学会, "改著 X線応力測定法", 養賢堂 (1981).
- (8) 大槻信夫, 若麻績至, 片山哲郎, "X線法ひずみ測定の新しい方法", 非破壊検査, Vol.9, No.5, pp.87-88 (1960).
- (9) 種村孝, 中島恭郎, "平行ビーム X線ディフラクトメータによる応力測定", 材料試験, Vol.11, No.110, pp.631-636 (1962).
- (10) 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, pp.251-256 (1978).
- (11) M. Sonoda, M. Takano, J. Miyahara and H. Kato, "Computed Radiography Utilizing Scanning Laser Stimulated Luminescence", Radiology, Vol.148, No.3, pp.833-838 (1983).
- (12) 宮原諄二, 加藤久豊, "輝尽性蛍光材料を用いたコンピューテッド・ラジオグラフィ", 応用物理, Vol.53, No.10, pp.884-890 (1984).
- (13) J. Miyahara, K. Takahashi, Y. Amemiya, N. Kamiya and Y. Satow, "A New Type of X-ray Area Detector Utilizing Laser Stimulated Luminescence", Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A, Vol.246, No.1-3, pp.572-578 (1986).
- (14) 雨宮慶幸, 神谷信夫, 宮原諄二, "輝尽性蛍光フィルムの X線回折への応用", 応用物理, Vol.55, No.10, pp.957-961 (1986).
- (15) Y. Amemiya and J. Miyahara, "Imaging Plate Illuminates Many Fields", Nature, Vol.336, pp.89-90 (1988).
- (16) 富士フイルム株式会社, 富士イメージングプレート取扱説明書

- (17) 吉岡靖夫, 新開毅, 大谷眞一, "X 線による材料強度研究へのイメージングプレートの適用", X 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, Vol.26, pp.122-127 (1989).
- (18) 吉岡靖夫, 大谷眞一, 新開毅, "イメージングプレートの細束 X 線解析への適用", 非破壊検査, Vol.39, No 8, pp.666-671 (1990).
- (19) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "2 次元的 X 線検出器イメージングプレートを用いた全平面応力成分の単一入射 X 線応力測定", 材料, Vol.44, No.504, pp.1138-1143 (1995).
- (20) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "イメージングプレートによる二次元検出回折像を用いた X 線三軸応力解析", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.590, pp.2288-2295 (1995).
- (21) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "イメージングプレートを用いた X 線的残留応力のコンピュータトモグラフィ", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.614, pp.2196-2204 (1997).
- (22) 佐々木敏彦, 皆川宣明, 森井幸生, 新村信雄, 広瀬幸雄, "中性子応力測定へのエリアディテクタの適用に関する基礎的研究", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.69, No.688, pp.1711-1716 (2003)
- (23) WANG Yun, 波東久光, 菊地敏一, 千葉篤志, "2 次元 X 線回折による実機構造物溶接金属部の残留応力測定技術の開発", 材料, Vol.63, No.5, pp.409-416 (2012).
- (24) 南戸秀仁, "ラジオルミノグラフィ用イメージングプレートの物理と先端放射線計測への応用", Radioisotopes, Vol.49, No.2, pp.87-98 (2000).

第 2 章 $\cos\alpha$ 法に適した X 線応力測定装置の検討と検証

2.1. 緒 言

X 線応力測定法は、多結晶金属材料表面層の残留応力を、非破壊で測定できる唯一の方法である。その手法として、 $\sin^2\psi$ ^{(1)~(7)}法が国内において標準化され用いられてきたが、通常 $\sin^2\psi$ 法は、シンチレーションカウンタなどの 0 次元検出器、PSPC などの 1 次元検出器、半導体などの 2 次元検出器等の様々な検出器が用いられるが、いずれも X 線の受光範囲が狭く、応力の測定には X 線発生装置と共に X 線検出器を精密に走査するか、検出器を複数個配置する必要がある。そのため装置がやや大掛かりになる傾向から、屋外の現場等の測定には必ずしも適さず、かつ装置が高価になるなどの問題点がある。しかし本研究で用いた、平らの提案した $\cos\alpha$ 法⁽⁸⁾は、広い X 線の受光範囲が必要であるが、単一の方向からの X 線照射にて得られた回折環から、応力が測定できる方法であり、装置構成が比較的簡単になることは、第 1 章で述べたとおりである。そこで高解像度で大面積化が比較的容易な医療用に開発された IP^{(9)~(14)}(イメージングプレート)が着目され、IP を用いた $\cos\alpha$ 法^{(15)~(21)}は、広く研究され続けてきたが、有効な測定手法であるのにも関わらず普及するには至っていない。これまで $\cos\alpha$ 法の普及を妨げていた要因として、いくつかの問題点が挙げられる。それらを列挙すると

- (i) 測定のたびに IP を取り外す必要があった。
- (ii) X 線射出位置を別途特定する必要があった。
- (iii) 回折環の解析には極座標形式が必要であるが、一般的な IP リーダは直交座標形式で読み出されていた。

である。ここでは以上の問題点について説明する。

(i)については、一般的な IP の読み出し装置(以下 IP リーダとする)は、ドラムスキャナと同様、ドラムに IP を巻きつけ、レーザを照射して読み出しを行うか、IP を平面上に設置し、ガルバノミラーなどにより、レーザをライン上に走査して読み出しを行っている。そのため露光を行った IP は、測定のたびに X 線の露光装置から取り外して IP リーダで読み出しを行うか、測定回数分の IP をあらかじめ用意しておき、回折環の露光を行い、後でまとめて IP リーダで読み出しを行う必要があった。いずれにしても、測定のたびに IP の交換

が必要で、それにより光学的な配置がずれると、応力によるずれとの識別が困難になる。そのため従来は IP を交換する際に、機械的に光学的な配置がずれないようにするか、回折環が真円となる粉末試料で一度露光した後、測定したい試料に X 線を照射する多重露光を行なうか、試験片に薄く回折角の異なる粉末試料を塗布して、多重露光を行っていた(ii)。解析時には、粉末試料の回折環から中心を求め、それを基に試料のひずみ ε_α を決定していた。このように常に多重露光が必要になると、単一の X 線照射で測定が可能という $\cos\alpha$ 法の利点が大きく損なわれることになる。また測定ごとに IP を交換するという手間も含めると、 $\sin^2\psi$ 法と比較した場合、測定時間の優位性も大きく損なわれる。一方、 $\sin^2\psi$ 法の場合は X 線管と検出器の移動という操作は自動化されており、また測定精度に関しても長年の蓄積で信頼性があるため、研究者レベルではともかく、あえて(i)、(ii)のような手間のかかる $\cos\alpha$ 法は、工業的に普及が進んでいない。

(iii)の問題は(i)、(ii)ほど深刻ではないが、従来の IP リーダは、環状に記録される回折環を直交座標形式で読み出すため、解析に必要な極座標形式への変換の際に、誤差が生じ、それが $\cos\alpha$ 法の測定精度への信頼性を落とす懸念があった。

本章では、IP を用いた $\cos\alpha$ 法において露光再生装置を一体化することで、多重露光を不要にしながらか、単一入射である利点を生かし、煩雑な手順を不要とする方法について新しく提案し、装置を開発し、繰り返し測定精度と共に四点曲げ負荷試験によりひずみゲージと比較し装置の検証を行った。

2.2. $\cos\alpha$ 法

$\cos\alpha$ 法は、測定対象試料と無ひずみ試料（主に粉末を用いる）の両回折環の X 線出射中心に対する半径方向の距離差から、応力を求める方法である。Fig. 2-1に回折環測定の X 線光学系を示す。ここで、 ε は垂直ひずみ、 σ は垂直応力、 ϕ_0 、 ψ_0 は X 線入射角、 ϕ 、 ψ は回折面法線角、 α は回折環の回転角、 η は Bragg 角の余角である。応力の主軸から ϕ_0 および ψ_0 で示される方向より、原点 O へ IP の中心にあけた穴を通して測定試料に X 線を照射し、試料から発生する回折環を IP に露光したとする。X 線入射方向から見て、 $-\eta$ 方向から時計回りに、 α 角方向の回折 X 線に対応するひずみを ε_α と表すと、試料のひずみによる回折環の変化は、Powder のそれと比較すると Fig. 2-2 のようなイメージとなる。

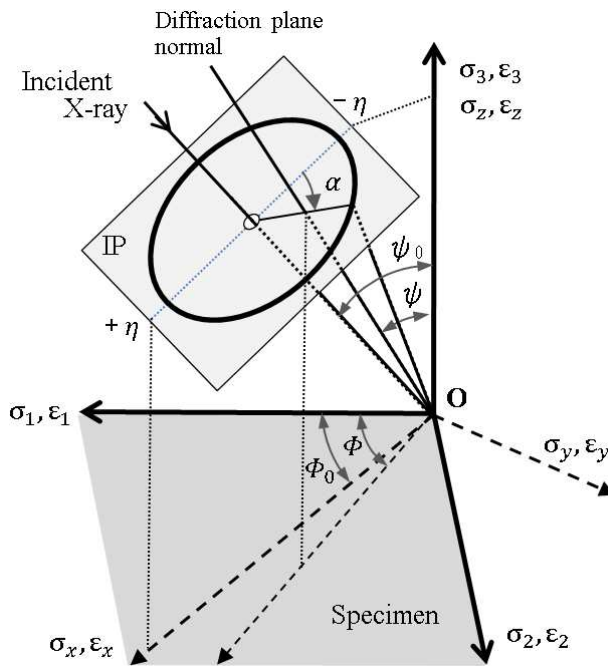


Fig. 2-1 Definition of X-ray optics and symbols used the text.

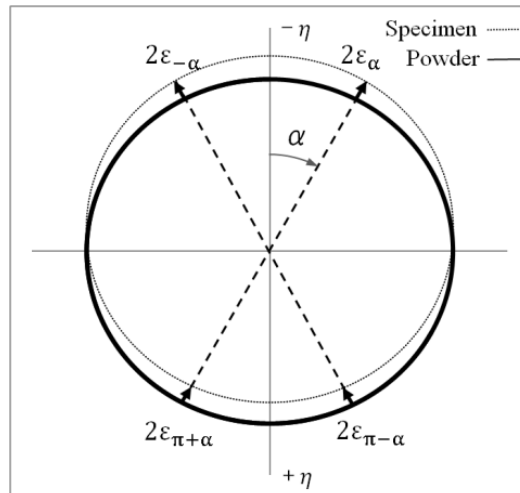


Fig. 2-2 Appearance of the diffraction ring change when the compressive stress is applied.

最初に測定対象試料に X 線を照射し, IP に露光された回折環から, α 方向における ε_α を求める方法であるが, 試料から得られる回折角は Bragg の法則

$$2d\sin\theta_0 = n\lambda \quad (2-1)$$

で表される. ただし, θ_0 は無ひずみ試料からの回折角, d は格子面間隔, λ は X 線の波長, n は任意の自然数であるが以後 $n=1$ として取り扱う.

次に, ひずみを持った試料に X 線を照射し, IP に撮像された回折環から得られる回折角

は

$$\theta_\alpha = \frac{1}{2} \left\{ \pi - \tan^{-1} \left(\frac{R_\alpha}{D} \right) \right\} \quad (2-2)$$

で表される。ただし θ_α は α 方向の回折角、 R_α は α 方向の IP 上の回折環プロファイルのピーク位置、 D は試料から IP までの距離である。

ひずみを持った試料から得られる回折角を、無ひずみ試料からの変化として表すと、Bragg の法則を偏微分した

$$\Delta\theta_0 = -\frac{\Delta d}{d} \tan\theta_0 \quad (2-3)$$

を用い、 $\Delta\theta_0 = \theta_\alpha - \theta_0$ なので

$$\theta_\alpha = \theta_0 - \frac{\Delta d_\alpha}{d_\alpha} \tan\theta_0 \quad (0 \leq \alpha \leq 2\pi) \quad (2-4)$$

となる。ただし d_α は α 方向の無ひずみ試料の格子面間隔、 Δd_α はひずみにより引き起こされた格子面間隔の変化である。 α 方向のひずみは $\varepsilon_\alpha = \Delta d_\alpha / d_\alpha$ で表されるので、代入し整理すると

$$\varepsilon_\alpha = \frac{\theta_0 - \theta_\alpha}{\tan\theta_0} \quad (2-5)$$

が導き出される。これに式(2-2)を代入すると

$$\varepsilon_\alpha = \frac{\theta_0 - \frac{1}{2} \left(\pi - \tan^{-1} \left(\frac{R_\alpha}{D} \right) \right)}{\tan\theta_0} \quad (2-6)$$

が得られる。 θ_0 は既知であるため、IP 上に露光された回折環から得られた R_α と、別途求めた試料距離 D から、ひずみが計算できることが判る。

次にひずみから応力に換算する方法であるが、回折面の方向余弦を $[n_1, n_2, n_3]$ とすると

$$\begin{aligned} n_1 &= \cos\eta \sin\psi_0 \cos\Phi_0 - \sin\eta \cos\psi_0 \cos\Phi_0 \cos\alpha - \sin\eta \sin\Phi_0 \sin\alpha \\ n_2 &= \cos\eta \sin\psi_0 \sin\Phi_0 - \sin\eta \cos\psi_0 \sin\Phi_0 \cos\alpha + \sin\eta \cos\Phi_0 \sin\alpha \\ n_3 &= \cos\eta \cos\psi_0 + \sin\eta \sin\psi_0 \cos\alpha \end{aligned} \quad (2-7)$$

が導かれ、測定対象試料のひずみ ε とせん断ひずみ γ の $[n_1, n_2, n_3]$ 方向の ε_α は次式となる。

$$\varepsilon_\alpha = [n_1 \quad n_2 \quad n_3] \begin{bmatrix} \varepsilon_x & \gamma_{xy} & \gamma_{xz} \\ \gamma_{yx} & \varepsilon_y & \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} & \gamma_{zy} & \varepsilon_z \end{bmatrix} \begin{bmatrix} n_1 \\ n_2 \\ n_3 \end{bmatrix} \quad (2-8)$$

ここで主応力方向に装置を設置 ($\phi_0 = 0$) するとし、また X 線での応力測定は、X 線の侵入深さが約 $10\mu\text{m}$ 程度と浅いため、平面応力状態 ($\gamma_{xz} = 0, \gamma_{yz} = 0, \gamma_{zx} = 0, \gamma_{zy} = 0, \gamma_{xy} = \gamma_{yx}$) と仮定して代入すると

$$\varepsilon_\alpha = n_1^2 \varepsilon_x + n_2^2 \varepsilon_y + n_3^2 \varepsilon_z + 2n_1 n_2 \gamma_{xy} \quad (2-9)$$

となり $\cos\alpha$ 法の基礎式

$$a_1 \equiv \frac{1}{2} \{(\varepsilon_\alpha - \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha})\} \quad \left(0 \leq \alpha \leq \frac{\pi}{2}\right) \quad (2-10)$$

に代入して、整理すると

$$a_1 = -\sin 2\eta \sin 2\psi_0 \cos\alpha (\varepsilon_x - \varepsilon_z) \quad (2-11)$$

が得られる。ここで平面応力状態でのひずみと応力の関係式は、次式で表される。

$$\begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} \\ -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} & -\frac{\nu}{E} \\ -\frac{\nu}{E} & -\frac{\nu}{E} & \frac{1}{E} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ 0 \end{bmatrix} \quad (2-12)$$

ただし、 E はヤング率、 ν はポアソン比である。 ε_x と ε_z を求めると

$$\varepsilon_x = \frac{1}{E} (\sigma_x - \nu\sigma_y) \quad (2-13)$$

$$\varepsilon_z = -\frac{\nu}{E} (\sigma_x + \sigma_y)$$

が得られ、式(2-11)に代入すると

$$a_1 = -\frac{(1+\nu)}{E} \sin 2\eta \sin 2\psi_0 \cos\alpha \sigma_x \quad (2-14)$$

が得られる。式(2-14)より、 $\cos\alpha$ を横軸に取り a_1 を縦軸にプロットすると、直線関係が成り立つことから、その直線の傾き $\partial a_1 / \partial \cos\alpha$ を用いると

$$\sigma_x = -\frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} \left[\frac{\partial a_1}{\partial \cos\alpha} \right] \quad (2-15)$$

となり、こうして単一入射の回折環から、X線照射点におけるx軸方向の応力である σ_x が求められることが判明する。つまり縦軸に a_1 を横軸に $\cos\alpha$ をとり、Fig. 2-3のようにグラフ($\cos\alpha$ 線図)を作成し、線図の傾き M を求めることで、次式により応力を計算することが可能である。

$$\sigma_x = -\frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} [M] \quad (2-16)$$

なお $\cos\alpha$ の基礎式(2-10)は、式(2-6)を代入して整理すると

$$a_1 = \frac{1}{4 \tan \theta_0} \left[\left\{ \tan^{-1} \left(\frac{R(\alpha)}{D} \right) - \tan^{-1} \left(\frac{R(\pi+\alpha)}{D} \right) \right\} + \left\{ \tan^{-1} \left(\frac{R(-\alpha)}{D} \right) - \tan^{-1} \left(\frac{R(\pi-\alpha)}{D} \right) \right\} \right] \quad (2-17)$$

となることから回折環の R_α と D から a_1 を計算し、 $\cos\alpha$ との関係を1次式に最小2乗近似し、その勾配 M を求め式(2-16)に代入することで、応力値 σ_x を算出できる。ただし D は別途測定する必要があり、 R_α はX線出射位置を基準としていることに注意が必要である。

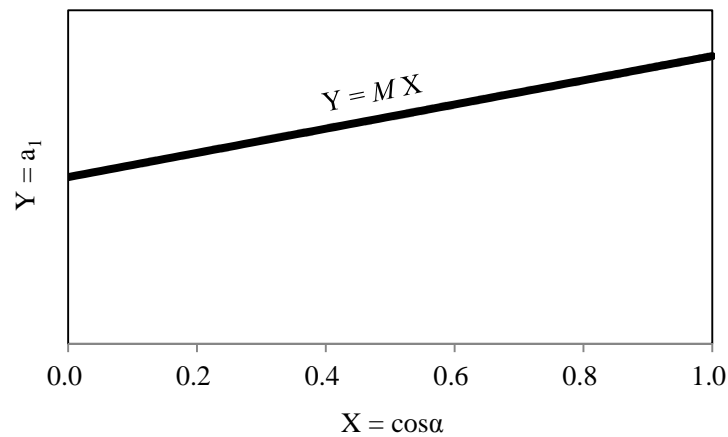


Fig. 2-3 Theoretical $\cos\alpha$ diagram.

2.3. $\cos\alpha$ 法に適したX線応力測定装置の開発

前述のような問題を克服して、X線による応力測定を簡便化するため、本研究ではIPを用い $\cos\alpha$ 法に適したX線応力測定装置の開発を行った。以下ではその概要を示す。

装置の開発に当たり、以下のような目標を設定した。

- (1) X線管、IP、IPリーダを一体化しX線の照射後、連続的に回折環画像をデータ化できるようにする。
- (2) IPを極座標形式で読み出し、回折環から応力を高精度で求める。
- (3) IPと、X線出射位置であるコリメータとの取り付け精度を高め、メカトロニクス制御によって、測定ごとの回折環の中心位置決定を不要にする。
- (4) σ_x の測定誤差は、 $\pm 25\text{MPa}$ 以内とする。

(1)では、IPの読み出し、データ消去を何度でも繰り返せるという性質を活かして、装置内に小型のIPリーダを組み込む。これにより繰り返し測定を容易にする。ただしIPの位置を

固定したまま回折環を露光すること、その画像のデータ化を行うことは困難なため、装置内で IP を移動させ回折環の露光と、その画像のデータ化を行うことにする。

(2)では、IP の中心に取り付けたコリメータを軸として IP を回転させ、かつリニアステージと連携動作させることで、Fig. 2-4(b)のように光ディスク(CD)のように螺旋状に読み出しを行う。

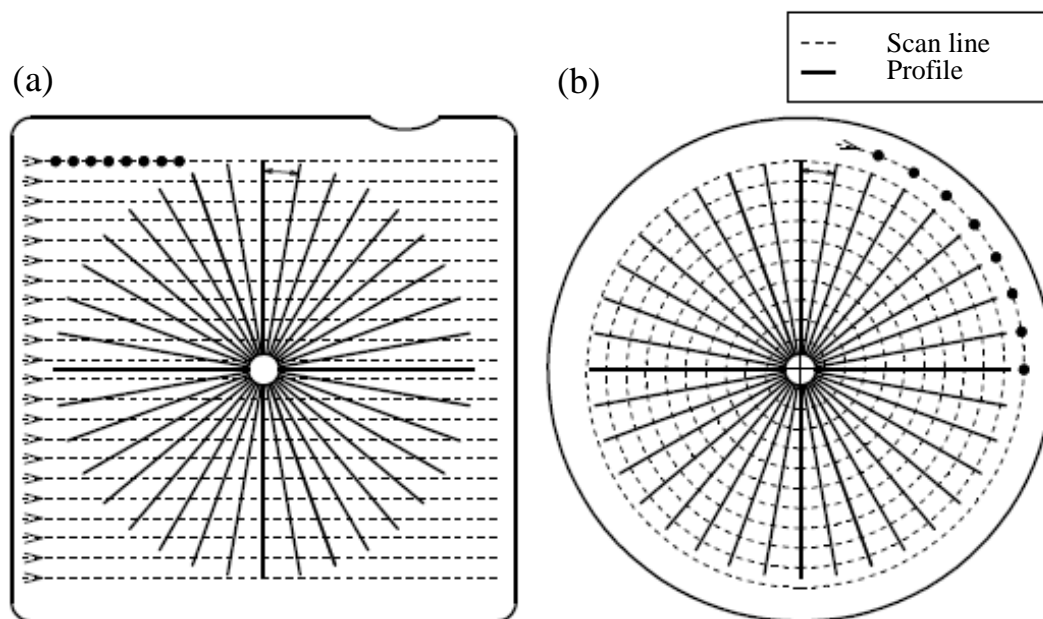


Fig. 2-4 Comparison of scanning method. (a) XY line scan (conventional). (b) Spiral scan (present study).

(3)では、IP の回転中心位置とコリメータの中心位置が等しくなるように精密な調整を行い、かつ IP を移動させるためのリニアステージを、高精度のものを用いて、メカトロニクス制御にて実現する。

(4)では、 $\sin^2\psi$ 法に基づく X 線応力測定法標準が確立している、フェライト系(α 鉄)の鉄鋼材料の測定に重点を置き、かつ JIS-B2711(2013JB6)に記載の「無ひずみ状態の鉄又は銀の粉末について応力測定を行い、 $\pm 25\text{MPa}$ 以下であることを確認する」を目標とする。

X 線管には Table 2-1 のものを使用し、一般的な Cr-K α 線(5.4keV)と $\alpha\text{Fe}(211)$ による回折を使用することにした。

IP は直径 60mm にカットし、中心に穴をあけ、内径 1.0mm の照射範囲を制限する目的のコリメータを設置した。コリメータを通して Cr ターゲットからの特性 X 線を試料に照射し、 $\alpha\text{Fe}(211)$ からの回折環を IP に露光する。Cr-K α 線による回折は、 $2\theta_0 = 156.4^\circ$ 付近に生ず

るため、IP の使用可能範囲(直径 8~60mm)の、真ん中の直径 34mm に回折環が得られるよう、試料から IP までの距離(以下、試料距離 D とする)を 39mm とし、X 線入射角を $\psi_0 = 30^\circ$ と設定した。光学系を Fig. 2-5 に示す。

IP リーダ部は、従来は IP への励起に He-Ne レーザが広く用いられてきたが、装置の小型化のため 635nm の半導体レーザを用い、レーザ出力は 12mW とし、受光素子には従来装置と同様に光電子増倍管 PMT(photomultiplier tube)を用いた。光学仕様を Table 2-2、光学ブロック図を Fig. 2-6 に示す。

Table 2-1 Specification of the X-ray tube.

Characteristic X-ray	Cr
Maximum power (W)	50
Cooling method	Air
Size (mm)	$\varnothing 40 \times 200$
Weight (kg)	1.0

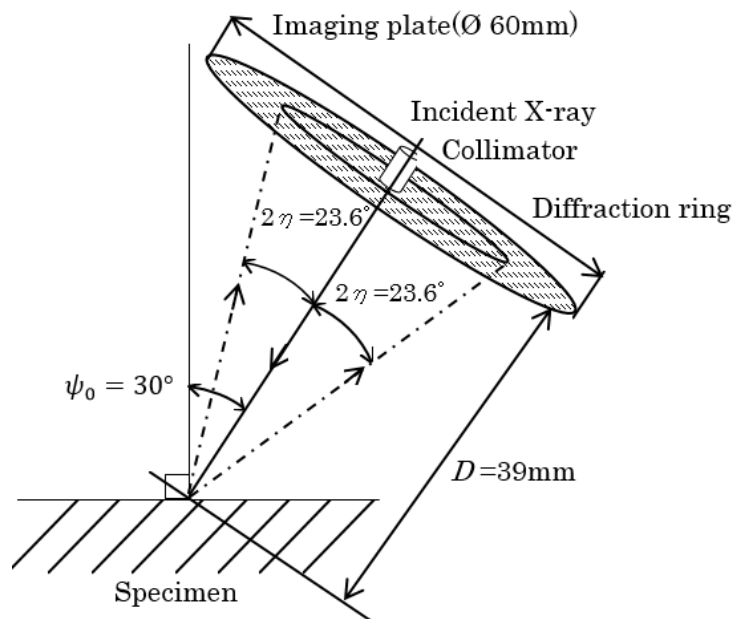


Fig. 2-5 Experimental arrangement for the X-ray stress measurement using the imaging plate.

Table 2-2 Specification of the imaging plate reader.

Laser type	Semiconductor laser
Wavelength (nm)	635
Laser power (mW)	12
Object Lens (numerical aperture)	0.45
Detector	Photomultiplier tube (PMT)

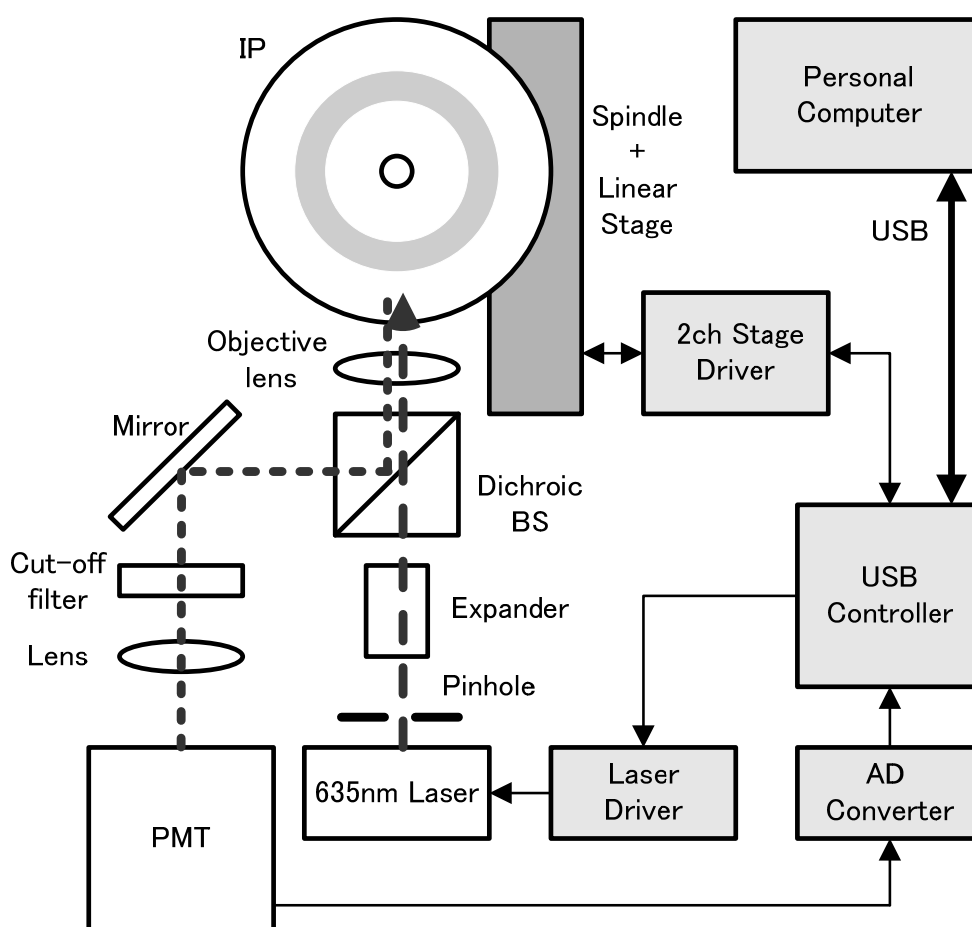


Fig. 2-6 Optical block diagram of the imaging plate (IP) reader.

PMT は浜松ホトニクス製 H10710-210 を用いた。H10710 は、コントロール電圧(励起電圧)を変えることにより、利得を変えることが可能であり、その特性を Fig. 2-7 に示す。PMT は本来、フォトンカウントのためのデバイスであるが、フォトン数が一定以上あれば高感度の受光素子として使用可能である。そのためコントロール電圧を 0.53V と低めに設定し、フォトンカウントにならないように用いた。

次に応力計算に必要な試料距離 D を求める方法であるが、X 線用のコリメータを通して

LED 光を照射し、内蔵のカメラを用い Fig. 2-8 に示すように、三角測量を行って精密な試料距離を測定することとした。試料距離を変えると、カメラに撮影された LED 画像のピクセル位置が変わり、試料距離の測定が可能である。

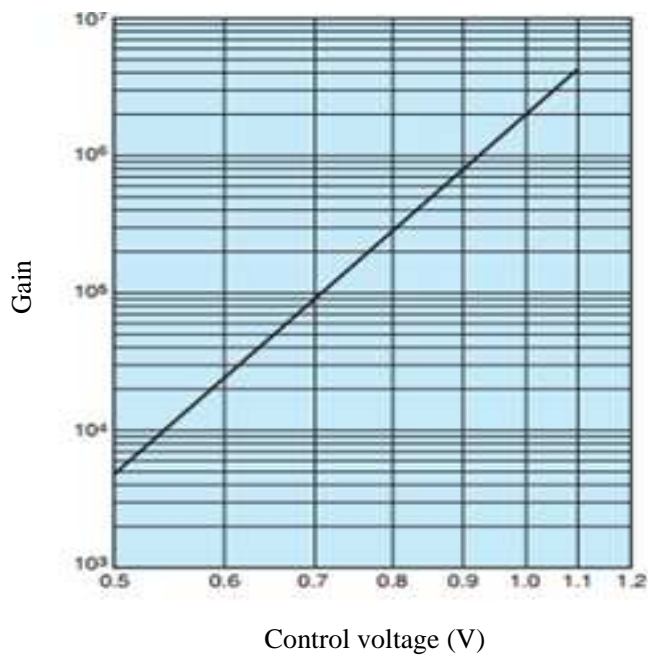


Fig. 2-7 Photomultiplier tube (PMT) gain specification.

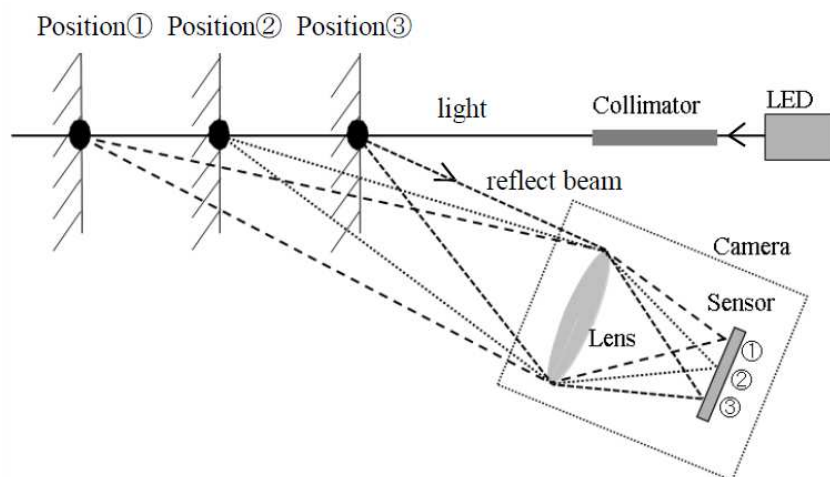


Fig. 2-8 Principle of triangulation for determining distance of the sample position.

典型的な回折環の露光時間は 30 秒で、IP の読み出しも含めて、一回の応力測定に要する時間は 75 秒程度である。Fig. 2-5 の光学系により、開発した装置で得られた回折環の例を Fig. 2-10 に示す。

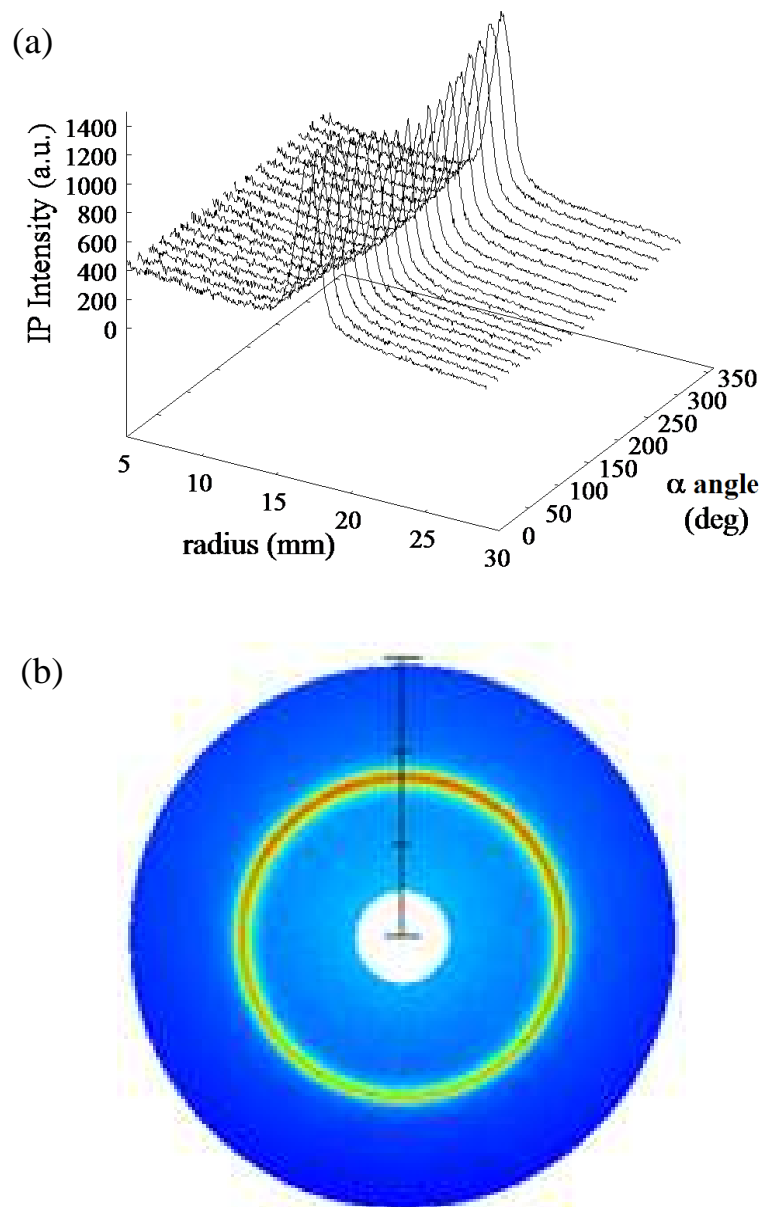


Fig. 2-10 Diffraction ring for the α Fe powder recorded with an imaging plate (IP).

(a) Diffraction intensity curves. (b) Captured image.

2.5. 装置の各機能における検証

2.5.1. 供試材と測定条件

開発した装置の動作検証を行うに際し、 α Fe:99%,結晶粒径 5~10 μ m の粉末(高純度化学研究所製)を用いた。

応力の測定条件を Table 2-3 に示す。なお結晶のひずみから応力に換算する X 線の弾性定数と、半価幅中点法によるピーク位置決定方法は、X 線応力測定法標準に記載のものを用いた。

Table 2-3 Measurement conditions.

Tube voltage (kV)	30
Tube current (mA)	1.0
Exposure time (sec)	30
Incident angle, ψ_0 (deg)	30
Diameter of collimator (mm)	\varnothing 1.0
X-ray elastic constant, $E/(1+\nu)$ (MPa)	1.75×10^5
Determination method of peak angle	Half-value breadth method
Sample distance, D (mm)	39.0
$2\theta_0$ (deg)	156.4
Stress calculation method	The $\cos\alpha$ method

2.5.2. 試料距離の測定精度

応力測定を行う前に開発した装置の動作検証として、試料距離 D を測定する三角測定の測定精度について検証した。三角測定は、あらかじめステージを用いカメラに撮影された LED 画像のピクセル位置を学習しておく必要がある。学習させている様子を Fig. 2-11 に示す。ステージを用い 0.1mm 間隔で移動させたとき、カメラに撮影された LED 画像のピクセル位置を Fig. 2-12 に示す。試料距離が変わると、カメラに撮影された LED 画像のピクセル位置が変化することが見てとれる。学習後、再度ステージ上に試料を置き、あらかじめ $D=39$ mm となるように調整した後、ステージを 0.01mm 刻みで上下させた。そのとき三角測定で測定した D を、ステージの移動量 Dr に対してプロットした結果、Fig. 2-13 を得た。

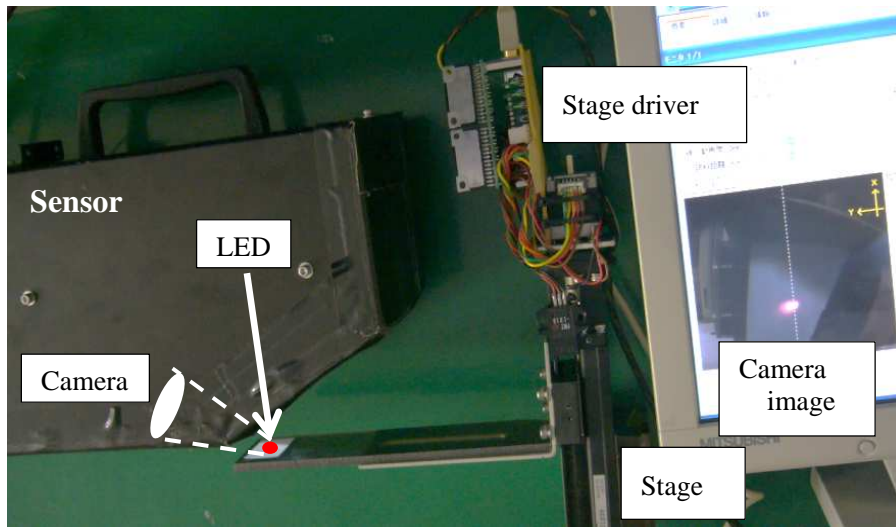


Fig. 2-11 Appearance in learning the triangulation.

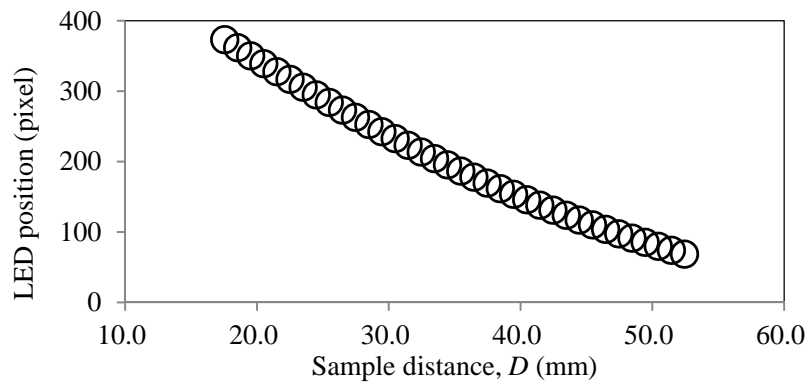


Fig. 2-12 Relationship between CCD position of the LED and distance of the sample and imaging plate (D).

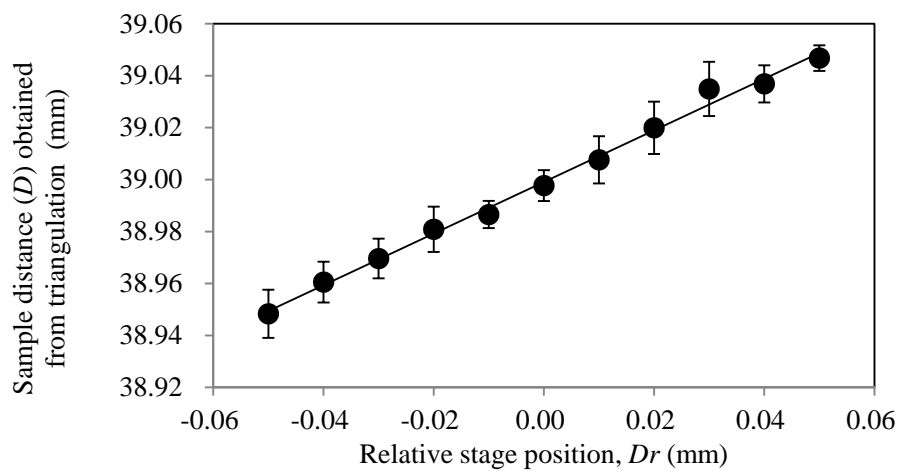


Fig. 2-13 Measurement accuracy when moving the stage from 39.00mm.

ただし誤差範囲は、10回測定を繰り返した時の標準偏差である。このとき D と Dr の関係は

$$D = 0.993 \times Dr + 38.999 \quad (2-18)$$

であった。また測定範囲内で、測定値 D の最大測定誤差 ΔDr は0.015mmとなった。ここで平ら⁽⁸⁾の式(14)から ε_α を求めると

$$\varepsilon_\alpha = \left(\frac{\cos^2 2\theta}{2R \tan \theta} \right) (l' - l) \quad (2-19)$$

となる。ただし、 l は無ひずみ状態でのIP上の回折環の半径、 l' はひずみを受けた時の半径、 R はIPと試料間の距離(本論では D に相当)である。式(2-19)より $D=39.000\text{mm}$ において、0.015mmの測定誤差は、 ε_α の正確な値に対し誤差0.038%となる。これは実用上十分小さく十分な測定精度が得られたといえる。

2.5.3. IPリーダの性能

Fresnel-Kirchhoffの回折理論に基づく、光学シミュレータによって得られた励起レーザの照射点におけるビームプロファイルを図2-14に示す。スポットサイズは約 $2\mu\text{m}$ であることが計算され、IPの最大分解能とされる $25\mu\text{m}$ よりも十分小さいことが確認された。

次にIPからの発光(PSL)は、フィルタを介してPMTに導かれるが、光から電圧に変換される周波数特性を確認するため、IPリーダ上部から光を周波数変調させて得た結果を図2-15に示す。カットオフ周波数63.64kHzが得られ、本装置で用いたIPを回転させるモータの最高回転数が2400rpmでエンコーダが500pprのため、必要な最大周波数は20kHzとなり、標本化定理である2倍の周波数を超える十分な周波数特性が得られた。

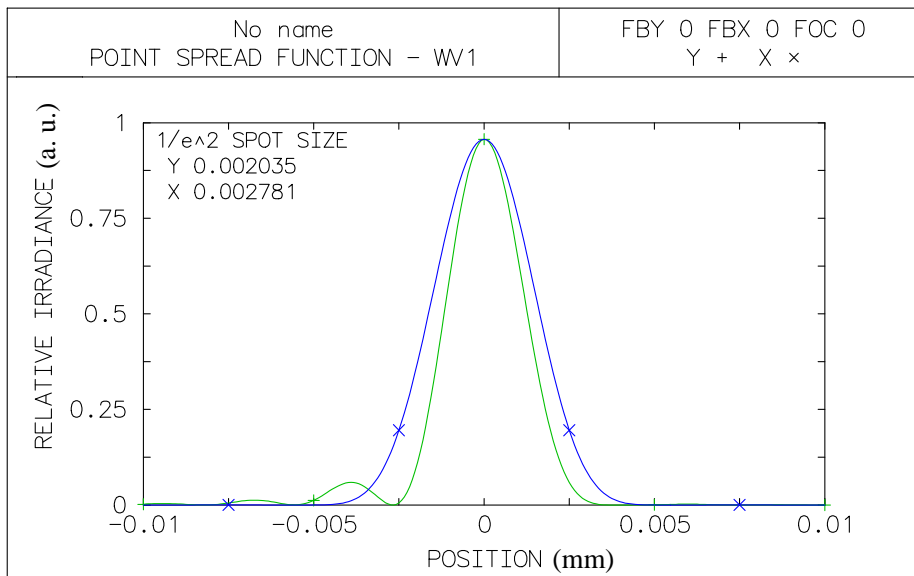


Fig. 2-14 Beam profile obtained by Fresnel-Kirchhoff method.

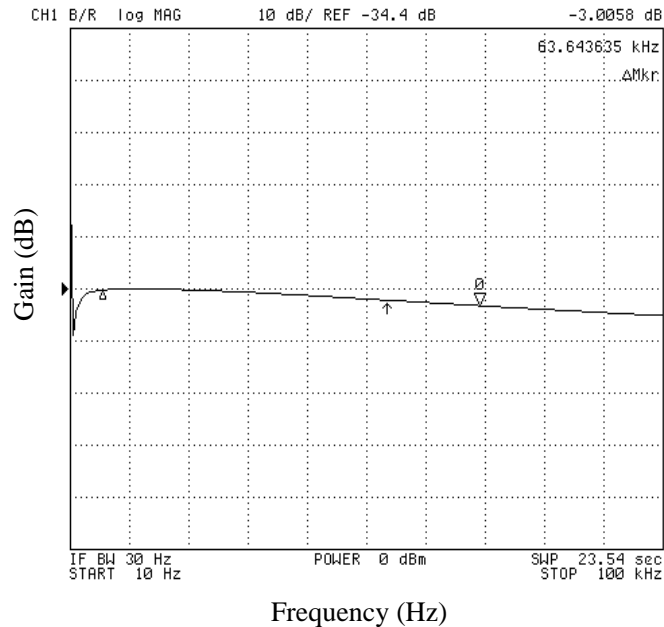


Fig. 2-15 Frequency response to be converted from eccentric emission of the imaging plate to the voltage.

2.5.4. IP の中心位置の決定精度

装置の構成上、装置から得られるプロファイルは、IP を回転させるモータの回転中心(以下: IP の回転中心)が基準となり、応力の計算に必要な X 線出射位置と異なる。そのため IP の回転中心と、X 線出射位置を物理的に合わせるため、X 線の出射位置であるコリメータの位置を、イモネジ (すりわり付き止めネジ) によって調整できるようにし、IP の回転中心と X 線出射位置を合致させるようにした。製作した IP とコリメータを Fig. 2-16 に示す。位置の調整方法であるが、粉末からの回折環は理論上 X 線出射位置を原点とする真円として得られるので、得られた 500 個のプロファイルのピーク位置 R_α が、 α 角によらず等しくなるように、コリメータの位置を調整することで X 線出射位置と IP の回転中心を合致させると、X 線出射位置は必ず IP の回転中心となることから、多重露光を不要とした応力測定が可能となる。調整は μm 単位での微動が必要であるため、調整用の治具 Fig. 2-17 を製作し用いた。この調整用の治具は、コリメータの両側にある、2 つの穴にピンを差し込み、精密ステージにより、コリメータの位置を調整するものである。

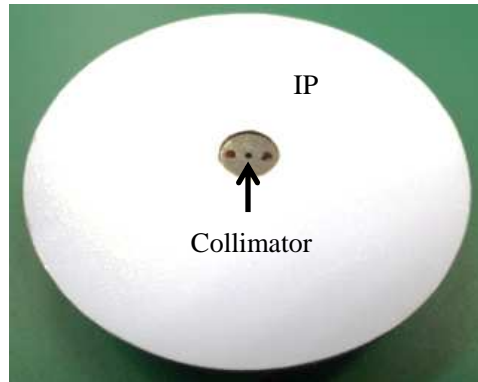


Fig. 2-16 Collimator and imaging plate (IP).

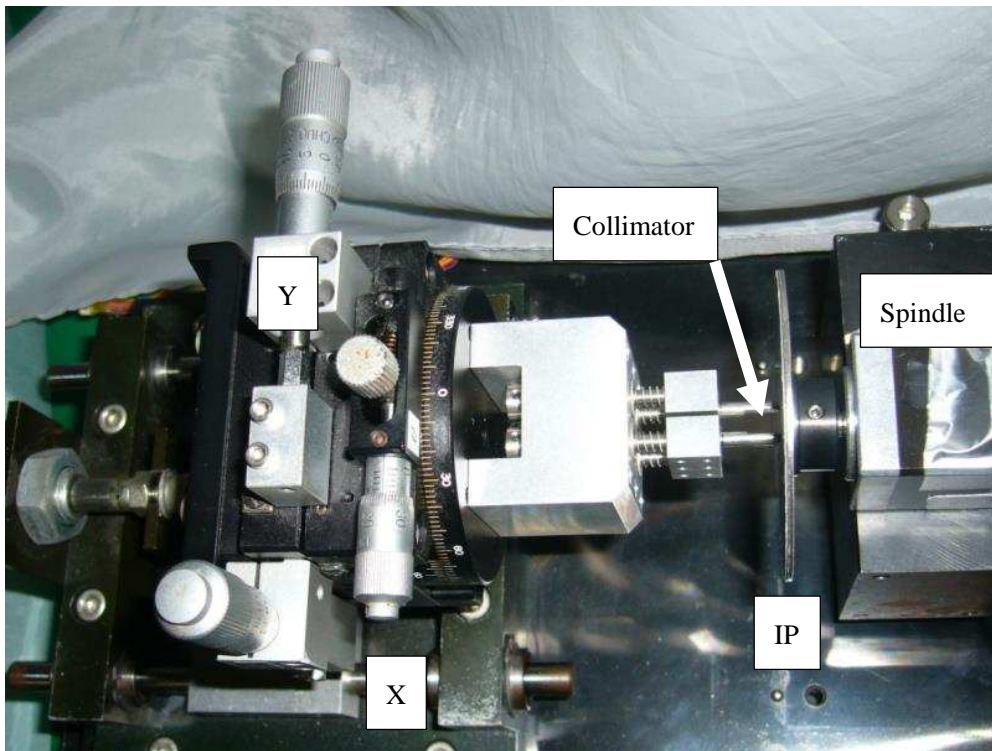


Fig. 2-17 Jig for adjusting the XY position of the collimator.

調整を行った後、IP の中心位置の決定精度について、 αFe の粉末材を用い IP の回転中心を 0 とした回折環の中心位置測定を、100 回繰り返した結果を Fig. 2-18 に示す。また、その時の X,Y 座標のヒストグラムを Fig. 2-19 に示す。X,Y 座標のヒストグラムの相関は見受けられず、95% の測定点が IP の回転中心から $3\mu\text{m}$ 以内となった。また X,Y 座標のヒストグラムを正規分布で近似すると

X : 平均値 $\mu_x = -0.86 \mu\text{m}$ 標準偏差 $s_x = 1.23$

Y : 平均値 $\mu_y = -0.70 \mu\text{m}$ 標準偏差 $s_y = 0.99$

となり、中心位置が $0.8\mu\text{m}$ 程度オフセットしているが、式(2-15)と Table 2-3 の条件から応力値を求めると

平均応力値 $\text{Ave}_{\sigma_x} = 1.6 \text{ MPa}$ 標準偏差 $s_\sigma = 2.2 \text{ MPa}$

という結果となり、目標の $\pm 25 \text{ MPa}$ 以内を十分に満たしている結果を得た。以上の手法により、X線出射位置を IP の回転中心と合致させ、三角測量にて D を求めることで応力を計算することが可能となる。同時に制御ソフトウェアと応力解析用ソフトウェアを製作し、試料をセットし測定開始ボタンを押下すると、X線照射と IP への回折環の露光、IP の読取、プロフィール解析、IP の消去までが連続的に行われ、簡便な測定を可能とした。従来の方式と開発した装置の測定の流れを Fig. 2-20 に示す。

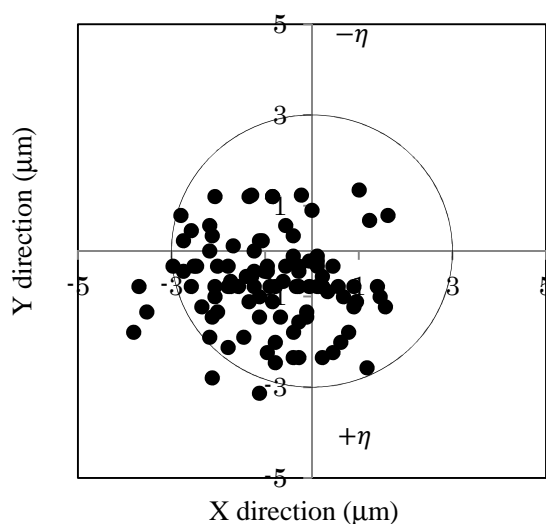


Fig. 2-18 Center position accuracy of the diffraction rings for the αFe powder.

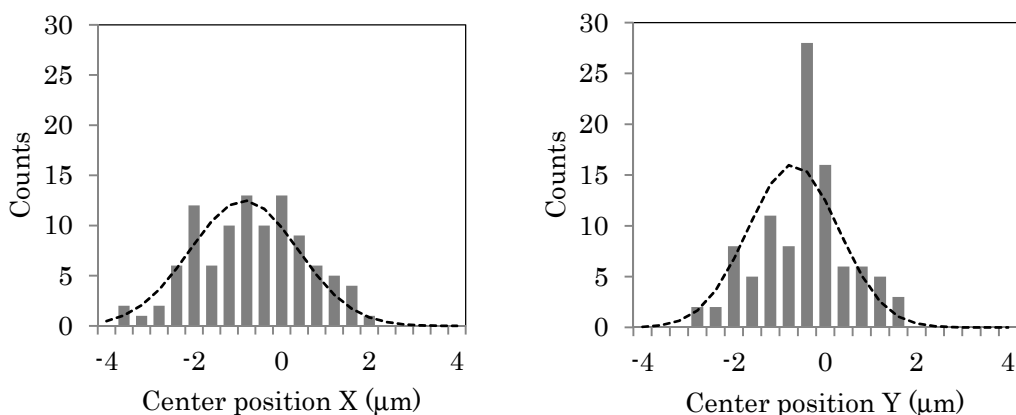


Fig. 2-19 Histogram of X, Y position from Fig. 2-18. The dashed line is the fitted result by Gaussian function.

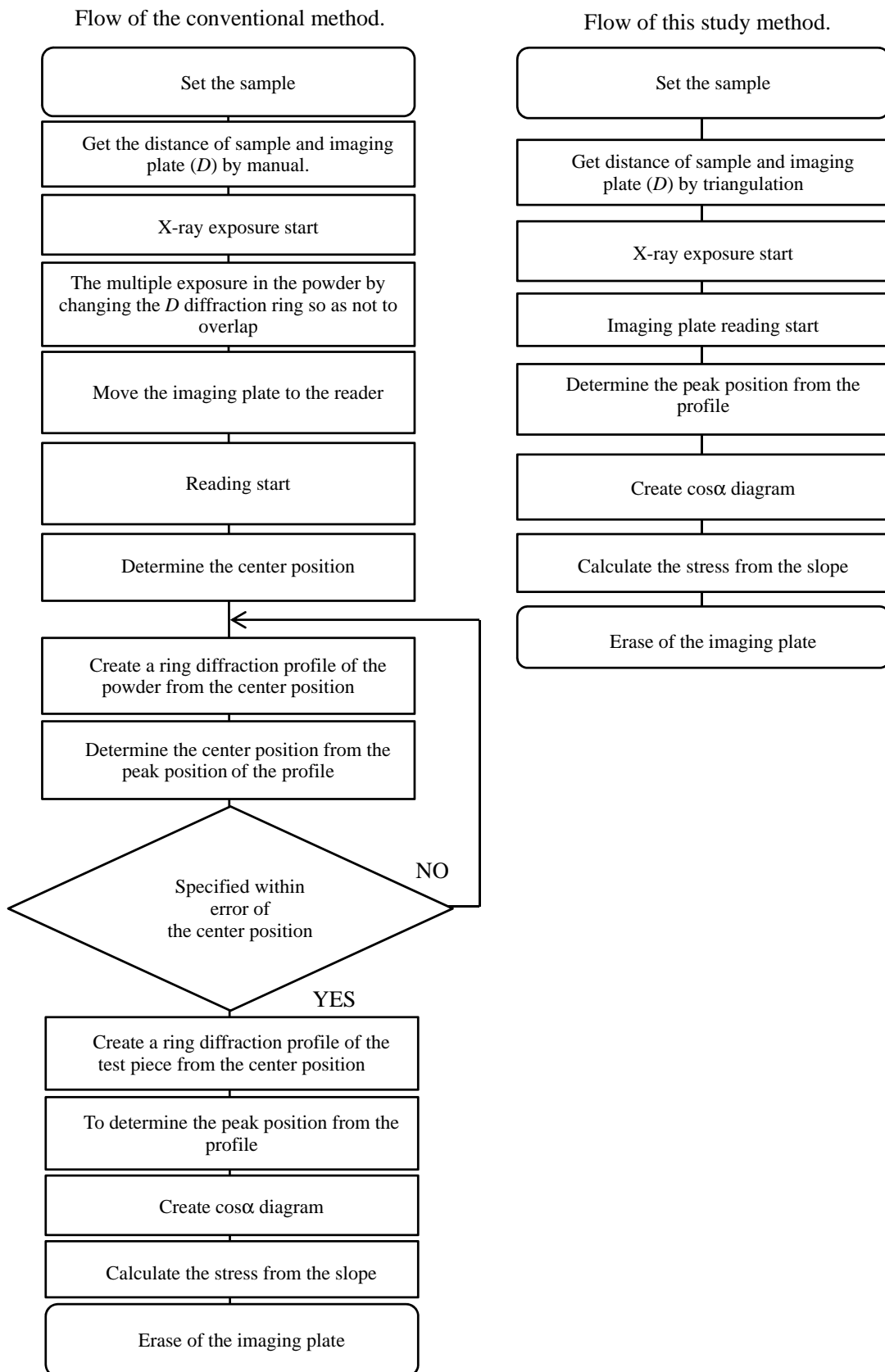


Fig. 2-20 Comparison of the study method and the conventional method measuring flow.

本章では開発した装置を用い、上記の簡単な流れで十分な精度で応力測定が可能かを実験により検証した。また測定値の確かさは四点曲げ負荷試験にて検証した。

2.6. 実験方法

2.6.1. 供試材

無ひずみ試料として高純度化学研究所製 α Fe:99%結晶粒径5~10 μ mの粉末 Fig. 2-21 と応力負荷用の試験片として、機械構造用の炭素鋼鋼材として広く一般的に使われているS45C(JIS G4501)を用いた。化学成分比を Table 2-4、試験片を Fig. 2-22 に示す。応力負荷用の試験片は、フライス盤を用い、長さ140mm×幅20mm×厚さ3mmに加工し、その後粒度1000の研磨布紙にて研磨を行った。試験片をカットし断面を組織観察した結果を Fig. 2-23 に示す。フェライト、パーライト混合組織であり、結晶粒径は10 μ m程度となっている。最表面には、深さ5 μ m程度の加工変質層が見受けられた。



Fig. 2-21 α Fe powder.

Table 2-4 Specifications of S45C.

Chemical composition (wt.%)				
C	Si	Mn	P	S
0.42~0.48	0.15~0.35	0.30~0.90	≤ 0.030	≤ 0.030



Fig. 2-22 Photograph of S45C test piece.

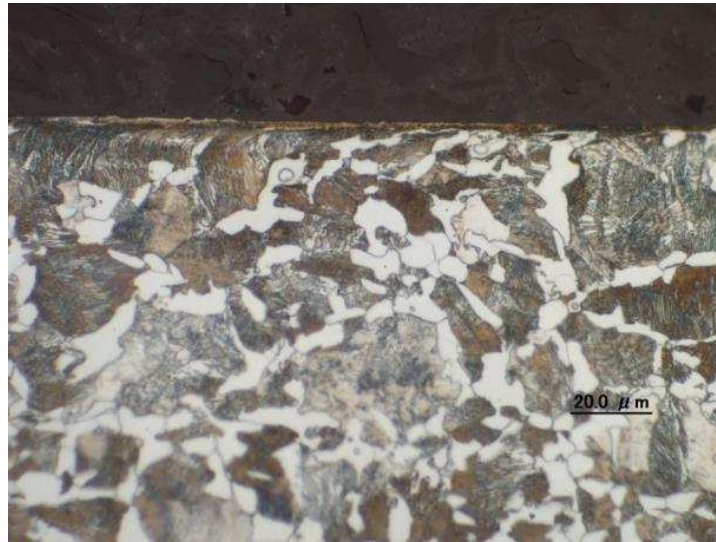


Fig. 2-23 Microstructure of the S45C test piece.

2.6.2. 測定条件

実験で用いた装置の各種設定条件を Table 2-5 に示す. X 線管の最大出力は 50W であるが, 余裕を持たせ管電圧 30kV, 管電流 1.0mA の 30W とし, 露光時間は 30 秒と設定した. IP を X 線照射位置に移動させ, コリメータを通して X 線を試料に照射し, IP に回折環を露光した後, IP を回転させ移動させながらスパイラル方式にて読み取りを行い解析する. プロファイルのピーク位置決定法には, X 線応力測定法標準の半価幅中点法を用いた.

Table 2-5 Measurement specifications.

X-ray tube voltage (kV)	30
X-ray tube current (mA)	1.0
Exposure time (sec)	30
X-ray incident angle, ψ_0 (deg)	30
Diameter of collimator (mm)	Ø1.0
Determination method of peak angle	Half-value breadth method
Sample distance (D) measurement method	triangulation
$2\theta_0$ (deg)	156.4
Stress calculation method	The $\cos\alpha$ method

粉末測定時は, X 線応力測定法標準に記載の X 線の弾性定数

$$\frac{E}{1 + \nu} = 1.75 \times 10^5 \text{ (MPa)} \quad (2-20)$$

を用いた。また S45C 材の測定時は、あらかじめ S45C 材を用いて X 線応力測定法標準に記載の試料の四点曲げ負荷試験を $\sin^2\psi$ 法(リガク社製応力測定装置 MSF-3M)で行い、ひずみゲージとの相関から X 線的弾性定数を求めた結果

$$\frac{E}{1+\nu} = 1.98 \times 10^5 \text{ (MPa)} \quad (2-21)$$

が得られ S45C 材の測定時には、この値を用いた。ただし、ひずみゲージから応力に換算するヤング率は、鉄鋼材料の代表値である 206GPa を使用した。

四点曲げ負荷試験装置は、X 線応力測定法標準に記載されているものと同等の構造のものを開発し、ひずみゲージには共和電業製 KFG-2-120-C1-11L30C2R(ゲージ率 $2.09 \pm 1.0\%$)と、ひずみゲージの読み取りには同じく共和電業製 SME-30A を使用した。全体図を Fig. 2-24、四点曲げ負荷試験装置の構造を Fig. 2-25 に示す。

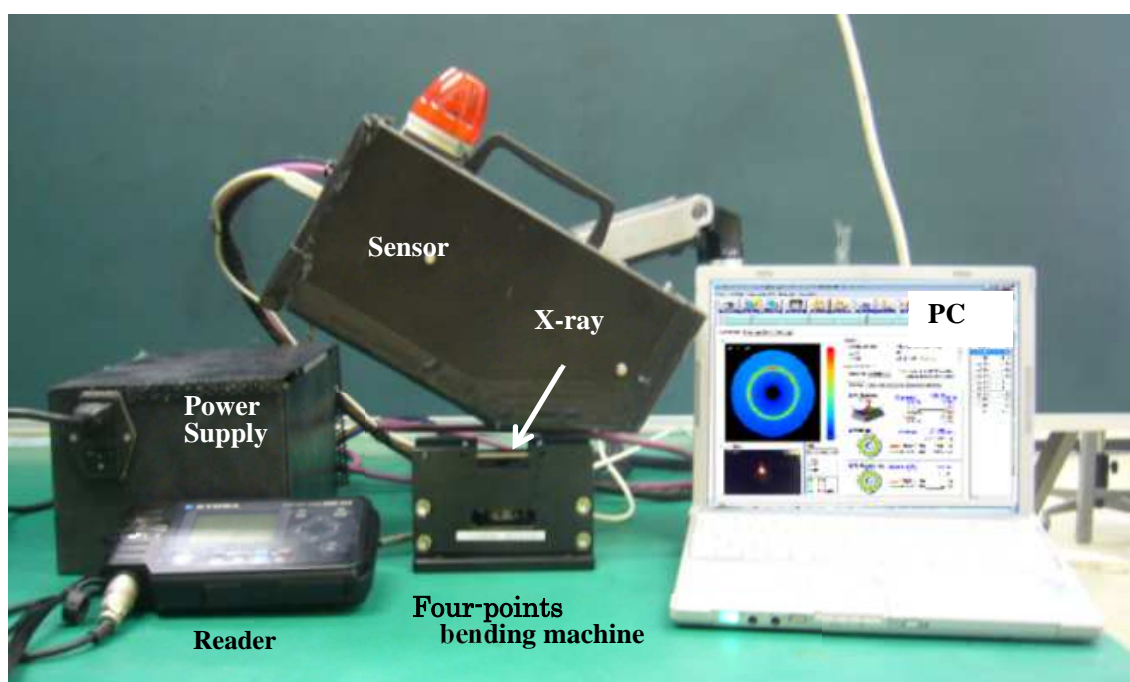


Fig. 2-24 Experimental set-up using the four-points bending machine.

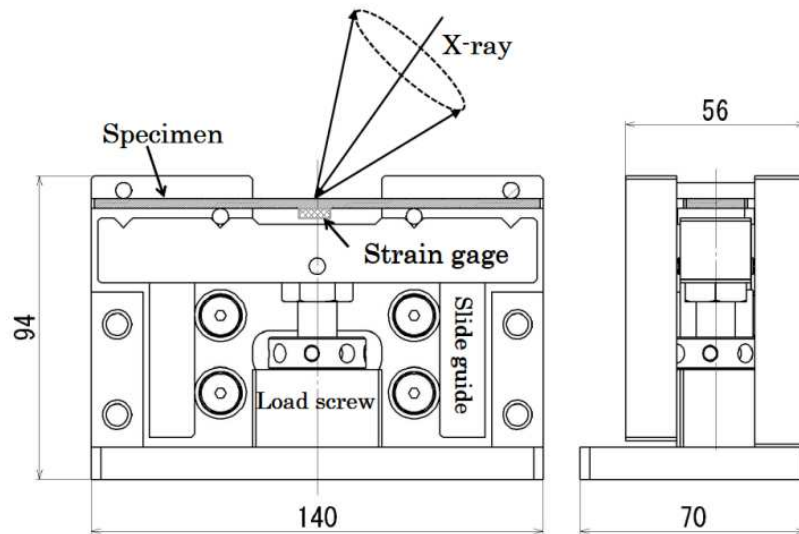


Fig. 2-25 Structure of the four-points bending machine.

2.7. 実験的検証

本研究で開発した装置を用い、繰り返し精度と四点曲げ負荷試験を行い、多重露光を必要としない応力測定の可能性の検証を行った。

2.7.1. 繰り返し再現性の確認

最初に装置の繰り返し再現性の確認を、粉末と四点曲げ負荷試験装置にセットした S45C 材に、固定する目的で 50MPa 程度の負荷をかけ、100 回繰り返し応力測定を行った結果を Fig. 2-26 に示す。繰り返し測定した結果は、回数や時間による傾向的な変化は見受けられず

粉末では、平均応力値 = -2 MPa 標準偏差 = 2.5 MPa

S45C 材では、平均応力値 = -220 MPa 標準偏差 = 3.0 MPa

となった。測定回数による誤差は標準偏差で 3.0 MPa 以下となり、従来の市販装置と遜色のない結果が得られた。

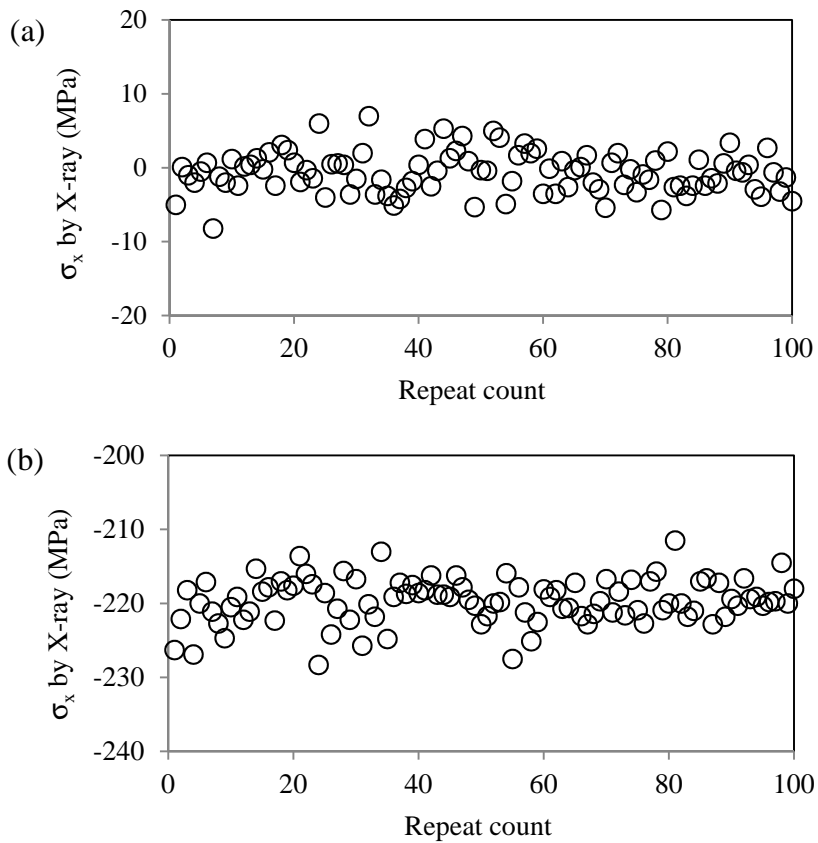


Fig. 2-26 Measurement error of repeated X-ray stress measurements at distance 39mm of sample and imaging plate. (a) α Fe powder. (b) S45C test piece

次に、試料距離による誤差を確認する目的で、試料距離 D を変えて測定を行った。粉末を用い D を変えて、IP に露光された回折環を Fig. 2-27 に示す。ただし、 D の変化に応じて減衰により強度が変わるが、ソフトウェアで平滑化してから表示しており、回折環左上に表示の CL は、三角測量にて得られた試料距離 D である。 D の変化に応じて回折環の大きさが変化しており、 $D = 29 \sim 49\text{mm}$ の間であれば、回折環は IP に露光されることが見て取れる。

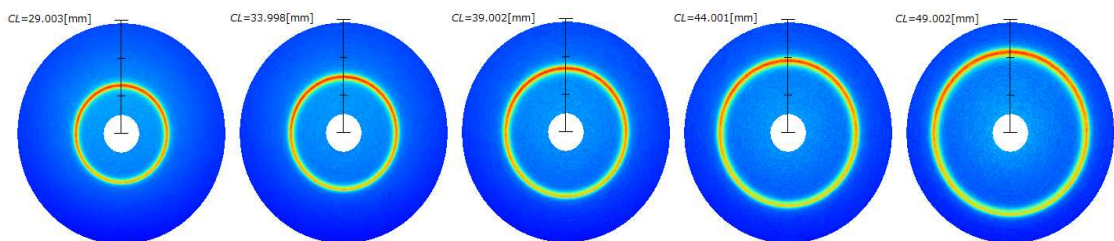


Fig. 2-27 Diffraction rings obtained from the α Fe powder for different distance of the sample and imaging plate.

粉末と S45C 材を用い、 D を変えて応力を測定した結果を Fig. 2-28 に示す。ただし誤差範囲は、100 回測定した最大値と最小値である。

繰り返しによる最大測定誤差は、粉末、S45C 材共に平均応力の $\pm 15\text{MPa}$ 以内に収まり、試料距離が 29~49mm と広い設置マージンを有しつつ、目標の $\pm 25\text{MPa}$ 以下を十分に満たす結果が得られた。

以上により、繰り返し測定精度に関しては従来装置と同等性能であることを確認した。

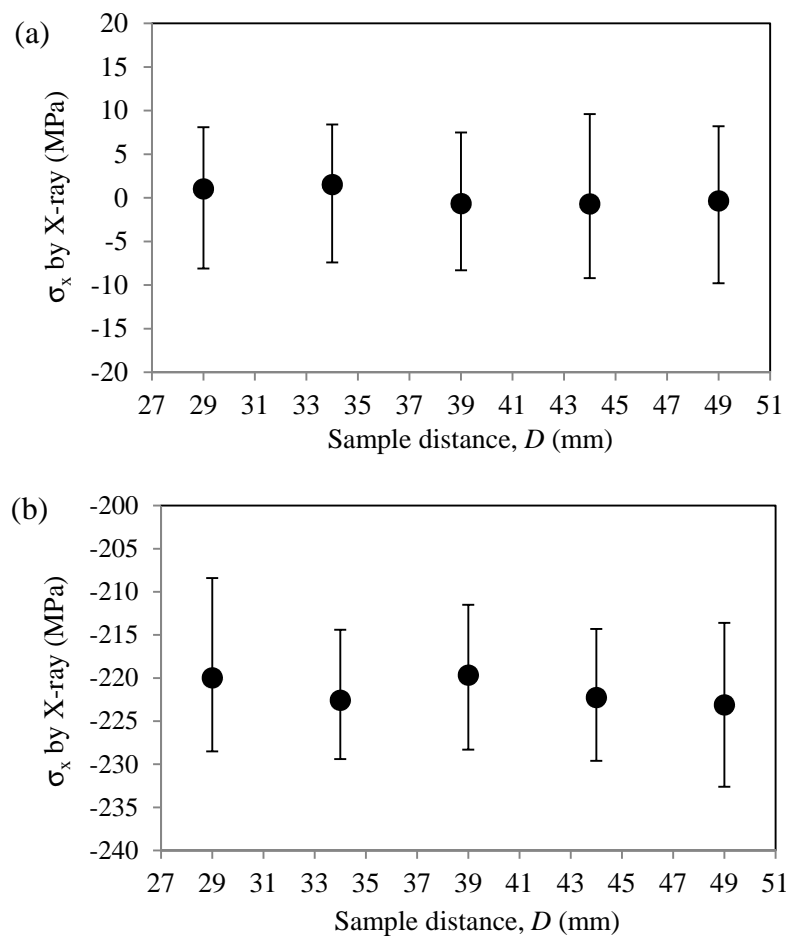


Fig. 2-28 Measurement error of repeated X-ray stress measurements for the different distance of the sample and imaging plate (D). (a) αFe Powder. (b) S45C test piece.

2.7.2. 四点曲げ負荷試験による応力の測定精度の確認

四点曲げ負荷試験装置に固定した応力負荷用試験片を、試料距離 39mm に設置し、応力を負荷しながらひずみゲージと X 線応力測定を行った結果を Fig. 2-29 に示す。横軸がひずみゲージで測定した応力値(σ_s)を、縦軸が開発した装置で各 10 回繰り返し測定を行った平均応力値(σ_x)を示している。得られた測定結果より、 σ_s と σ_x の関係を求めたところ

$$\sigma_s = -1.01 \sigma_x - 282 \text{ (MPa)} \quad (2-22)$$

となった。傾きの符号が反転しているのは、ひずみゲージと X 線応力の測定面が鋼材の裏表反対であることに起因し、オフセットは鋼材の初期残留応力値と考えられ、 $\sin^2\psi$ 法を用いて無負荷の状態でも測定しても -283MPa となったので、方式による差ではないことを確認した。以上の結果、ひずみゲージと開発した装置で測定した応力値の傾きが、99%以上で一致することが分かった。また σ_s と σ_x の誤差の標準偏差は、 5.6MPa であり、高い精度が得られていることが分かった。

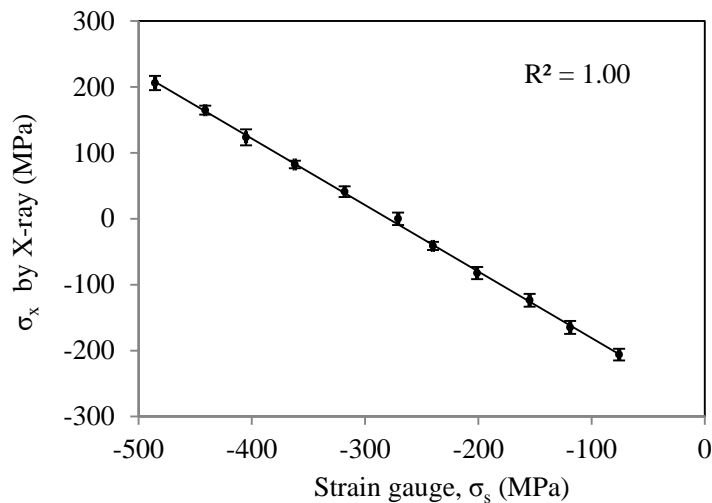


Fig. 2-29 Relationship between X-ray stress measurement using $\cos\alpha$ method and the strain gauge measurement results.

2.8. 結果と考察

開発した装置は、X 線露光装置に IP リーダを内蔵することで、 $\cos\alpha$ 法を用いて単一の X 線照射で応力測定ができる利点を効率よく活用することが可能となった。そのため従来の $\sin^2\psi$ 法に基づいた測定システムとは異なり、重量も 4.3kg と軽量で、容易に持ち運びが可能である。また管電圧 30kV 、管電流 1mA 、露光時間 30 秒と比較的低線量で、測定時間も 75 秒と比較的高速に測定可能である。さらに精密なメカトロニクスを活用した IP の中心位置制御、LED による三角測量を利用した試料距離の決定などの技術を盛り込むことにより、使用者にとって簡便かつ十分な測定精度が得られることが判明した。

開発した装置の精度検証を行った結果、応力の測定精度は JIS-B2701 規格を十分満たす精度を有することが明らかとなり、実際の鋼材を利用した四点曲げ負荷試験による応力測定 of 検証では、 $\sin^2\psi$ 法を用いた装置と同等の精度が得られた。

以上の結果、開発した装置は少なくとも鋼材に関しては、 $\sin^2\psi$ と同等の測定精度が得られると期待されるが、今後の普及のためには、さらなる測定精度の検証が必要である。

2.9. 結 言

IP を利用し $\cos\alpha$ 法に適した X 線応力測定装置の開発と、その性能試験及び基礎実験を行って次の知見を得た。

- (1) X 線出射位置と IP の回転中心を合わせることで多重露光を不要とした応力測定が可能であることを明らかにし、従来の X 線応力装置の基準 JIS2701-B に添う装置であることを確認した。
- (2) プロファイルの再構築を必要としない極座標読取方式は、応力測定において簡便な読取方法であることを明らかにした。
- (3) 単一入射法の利点である試料距離の許容が広いことを実機で確認した。
- (4) 測定応力値の確かさを四点曲げ負荷試験により確認し、相関係数 0.99 以上と高い結果を得た。
- (5) 管電圧 30kV 管電流 1mA 露光時間 30 秒と、比較的低線量で測定時間も 75 秒と比較的高速に測定可能なことが確認された。
- (6) 露光再生一体で重量が約 4.3kg と軽量で、X 線出射から応力解析までシームレスで連続的に行われるため、簡便に測定可能であることから、様々な場所や鋼材からの回折環の完全 2 次元画像を得ることで、写真法時代の貴重な研究を活用でき、今後の研究に大きく貢献できる装置であることを確認した。

以上により、新しい測定装置として実用上十分な性能を有している装置であることを明らかにした。

参考文献

- (1) 種村孝, 中島恭郎, "平行ビーム X 線ディフракトメータによる応力測定", 材料試験, Vol.11, No.110, pp.631-636 (1962).
- (2) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一, "位置検出型比例計数管による X 線応力測定", 材料, Vol. 27, No.294, pp216-220 (1978).
- (3) 日本材料学会, "改著 X 線応力測定法", 養賢堂 (1981).
- (4) I. C. Noyan, "Equilibrium Conditions for the Average Stresses Measured by X-Rays",

Metallurgical Transactions Physical Metallurgy and Material A, Vol.14, No. 9 (1983).

- (5) 大谷眞一, 吉岡靖夫, "PSPC 方式の X 線応力測定における回折線の補正", 材料, Vol.38, No.429, pp.617-622 (1989).
- (6) 日本材料学会, "X 線応力測定法標準", 養賢堂 (2002).
- (7) 田中啓介, 鈴木賢二, 秋庭義明, "残留応力の X 線評価-基礎と応用-", 養賢堂 (2006).
- (8) 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, pp.251-256 (1978).
- (9) M. Sonoda, M. Takano, J. Miyahara and H. Kato, "Computed Radiography Utilizing Scanning Laser Stimulated Luminescence", Radiology, Vol.148, No.3, pp.833-838 (1983).
- (10) 宮原諄二, 加藤久豊, "輝尽性蛍光材料を用いたコンピューテッド・ラジオグラフィ", 応用物理, Vol.53, No.10, pp.884-890 (1984).
- (11) J. Miyahara, K. Takahashi, Y. Amemiya, N. Kamiya and Y. Satow, "A New Type of X-ray Area Detector Utilizing Laser Stimulated Luminescence", Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A, Vol.246, No.1-3, pp.572-578 (1986).
- (12) 雨宮慶幸, 神谷信夫, 宮原諄二, "輝尽性蛍光フィルムの X 線回折への応用", 応用物理, Vol.55, No.10, pp.957-961 (1986).
- (13) Y. Amemiya and J. Miyahara, "Imaging Plate Illuminates Many Fields", Nature, Vol.336, pp.89-90 (1988).
- (14) 富士フイルム株式会社, 富士イメージングプレート取扱説明書
- (15) 吉岡靖夫, 大谷眞一, 新開毅, "イメージングプレートの細束 X 線解析への適用", 非破壊検査, Vol.39, No 8, pp.666-671 (1990).
- (16) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "マクロ・ミクロ応力および応力こう配を考慮した複合材料の X 線応力測定法", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.585, pp.1031-1037 (1995).
- (17) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "2 次元的 X 線検出器イメージングプレートを用いた全平面応力成分の単一入射 X 線応力測定", 材料, Vol.44, No.504, pp.1138-1143 (1995).
- (18) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "イメージングプレートによる二次元検出回折像を用いた X 線三軸応力解析", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.590, pp.2288-2295 (1995).
- (19) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, 安川昇一, "イメージングプレートを用いた粗大結晶粒材料の X 線マクロ応力測定", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.607, pp.533-541 (1997).
- (20) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "イメージングプレートを用いた X 線の残留応力のコンピュータトモグラフィ", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.614, pp.2196-2204 (1997).
- (21) WANG Yun, 波東久光, 菊地敏一, 千葉篤志, "2 次元 X 線回折による実機構造物溶接金属部の残留応力測定技術の開発", 材料, Vol.63, No.5, pp.409-416 (2012).

第3章 X線応力測定に必要な各種設定条件の導出

3.1. 緒言

第2章ではIP^{(1)~(3)}を用いた $\cos\alpha$ 法⁽⁴⁾によるX線応力測定^{(5)~(21)}を、X線露光装置とIPリーダを一体化し、コリメータ位置をメカトロニクス制御することで、1回のX線照射で応力が測定可能であることを示した。しかし、 $\cos\alpha$ 法による応力測定に最適な条件などが明確になっておらず、必ずしも最適な条件で測定しているとは限らない。

そこで本章では、装置の各種条件を変更しながら、各条件において100回の繰り返し測定を行い、測定の安定性という尺度から $\cos\alpha$ 法に最適な条件の導出を行った。さらに1回の測定で、応力の測定精度を推定する方法も考案し、検証を行ったので合わせて報告する。

3.2. 装置の各種設定条件

本研究で開発した装置で、変更が可能なパラメータはTable 3-1の通りである。

Table 3-1 Configurable parameters of the equipment.

parameters	variable
X-ray tube voltage, V_t (kV)	15~30
X-ray tube current, C_t (mA)	0.2~1.0
Exposure time (sec)	5~120
Diameter of the collimator, C_p (mm)	0.3~2.0
Sample distance, D (mm)	29~49
Photomultiplier tube (PMT) gain control voltage (V)	0.5~0.6
Reading pitch (μm)	20~100
Rotation speed (rpm)	1200~2400
Laser power (mW)	6~12
Determination method of peak angle	5 types

ここで簡単に各パラメータについて説明する。まずX線の強度に関係するパラメータとして

X-ray tube voltage : 特性X線を得るための電子を加速する電圧である。本研究で開発した装置のX線管は、ターゲットにCrを用いているため、特性X線を得るためには6kV以上が必要である。

X-ray tube current : ターゲットに流す電流値であり, X線の強度の増減が可能である.

Exposure time : IPに回折環を露光するため, 試料にX線を照射する時間である.

Diameter of the collimator : 試料へのX線の照射領域を制限することを目的としたコリメータであり, 穴の直径である.

Sample distance : IPと試料までの距離である.

次にIPリーダ部に関するパラメータとして

PMT gain control voltage : IPのPSL発光から電圧に変換する, 光電子増倍管の利得を決めるものである(Fig. 2-7). この利得を変化させることでIPリーダの読取感度を変えることが可能である.

Reading pitch : IPのスパイラル読取の送りピッチ(Fig. 2-4(b))である. ただし装置の光学系の性質上, D とIPの半径値によって測定角度分解能が変わるので, Fig. 3-1に $D = 39\text{mm}$ 時のIPの読取半径値と測定角度分解能の関係を示す.

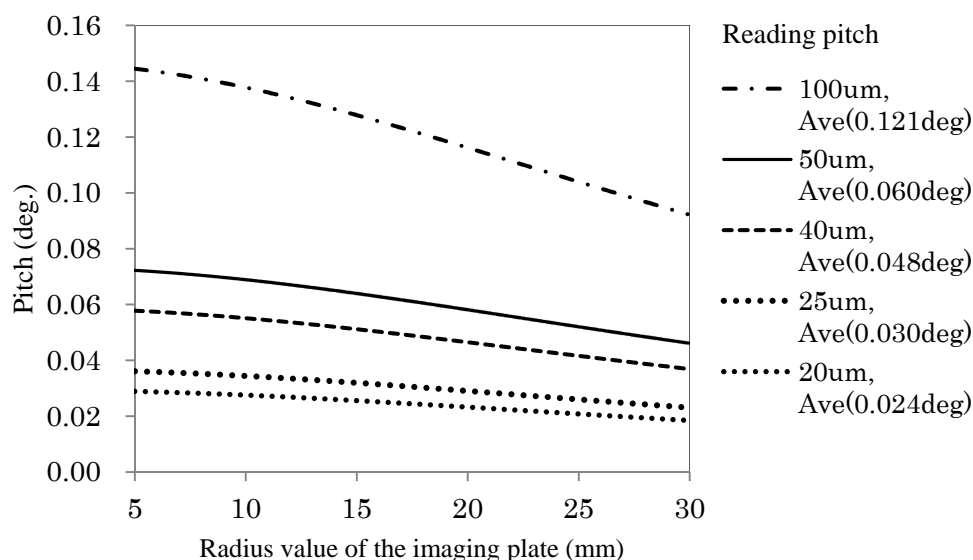


Fig. 3-1 Calculated angular resolutions by each reading pitch.

Rotation speed : IP読取時のIPの回転数である.

Laser power : IP読取時の励起レーザー強度である.

解析条件に関するパラメータとして

Determination method of peak angle : 得られたプロファイルからピーク位置を決定するための手法であり, X線応力測定法標準で定められている半価幅中点法つまりプロファイルのピーク強度の1/2強度の回折角の中点を, 求めるべきピーク位置とする決定法に加え, 次のフィッティング法も合わせて行った.

フィッティングの曲線として Gauss 曲線

$$I_G(2\theta) = \frac{2J}{B} \sqrt{\frac{\ln(2)}{\pi}} \exp\left[-4\ln(2) \left(\frac{2\theta - 2\theta_\psi}{B}\right)^2\right] \quad (3-1)$$

ただし、 J は積分強度、 $2\theta_\psi$ はピーク位置、 B は半価幅である。

Lorentz 曲線

$$I_L(2\theta) = \frac{2J}{B} \frac{B}{4(2\theta - 2\theta_\psi)^2 + B^2} \quad (3-2)$$

さらに、これらを混合した

擬似 Voigt(pseudoVoigt)曲線

$$I_v(2\theta) = \eta I_G(2\theta) + (1 - \eta) I_L(2\theta) \quad (3-3)$$

ただし、 η は Gauss 度を示す。

加えて単純な放物線近似でも行い、これらのフィッティング曲線も変更しながら応力測定を行った。

3.3. 測定精度を推定する手法

X線応力測定法標準では、得られたX線プロファイルの最大強度からバックグラウンドを除いたピーク強度 I_p が、一定以上になる指標を定めているが、本研究で開発した装置でも同様に指標となるか確認を行った。X線プロファイルの定義を Fig. 3-2 に示す。ただし、FWHM（半価幅）は、ピーク強度の 1/2 強度の角度の広がりである。今後応力の測定と同時に I_p も求め、100 回の測定の安定性と比較し検討を行った。

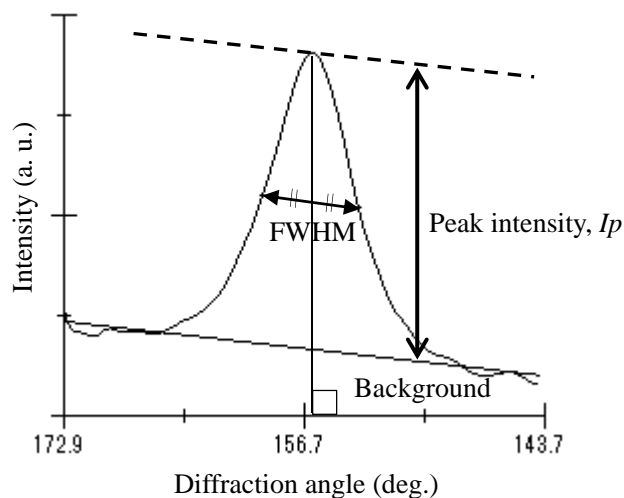


Fig. 3-2 Definition of the peak intensity, I_p .

また X 線応力測定法標準では、 $\sin^2\psi$ 線図の直線近似誤差から測定値の信頼度を定義している。同様に本装置で採用している $\cos\alpha$ 法でも、直線近似誤差が信頼度としての意味を持つか検討を行った。ただし $\cos\alpha$ 法で得られる線図は、 $\sin^2\psi$ 線図とは異なる特徴があるので、ここで説明する。

$\cos\alpha$ 法の基礎式であるが、各 α における a_1 を a_{1_α} とすると

$$a_{1_\alpha} = \frac{1}{2} \{ (\varepsilon_\alpha - \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha}) \} \quad \left(0 \leq \alpha \leq \frac{\pi}{2} \right) \quad (3-4)$$

で表される。基礎式に $\alpha=\pi/2$ を代入すると

$$a_{1_{\pi/2}} = \frac{1}{2} \{ (\varepsilon_{\pi/2} - \varepsilon_{3\pi/2}) + (\varepsilon_{-\pi/2} - \varepsilon_{\pi/2}) \} \quad (3-5)$$

となる。 $\varepsilon_{3\pi/2} = \varepsilon_{-\pi/2}$ なので、 $\alpha=\pi/2$ のとき必ず

$$a_{1_{\pi/2}} = 0 \quad (3-6)$$

となり、 $\cos(\pi/2) = 0$ であるため $\cos\alpha$ 線図は切片が必ず 0 となる。つまり $a_{1_{\pi/2}}$ 以外の点において、一点でも a_{1_α} が求めれば理論上応力が計算できることになる。つまり a_{1_α} の各点が応力の意味を持つため、 $\cos\alpha$ 線図の直線性は、応力の測定精度と相関があることが考えられる。本研究で開発した装置では、IP の回転モータのエンコーダが 500ppr であることから、回転方向(α 方向)に 500 個のプロファイルが得られ、 $\cos\alpha$ 線図は $\alpha=\pi/2$ を除くと 125 点から構成される。第 2 章で用いた、粉末の $\cos\alpha$ 線図を Fig. 3-3 に示す。繰り返しになるが、 $\cos\alpha$ 法は a_{1_α} の各点において応力の意味を持つため、すべての点が直線に並べば応力の測定精度は高く、直線近似した直線からの誤差が大きくなれば、応力の測定精度が低いと考えられる。そこで本研究では、直線近似した直線と各 a_{1_α} との誤差の標準偏差を新しく提案し、それを応力の測定精度として妥当であるか実験を行った。

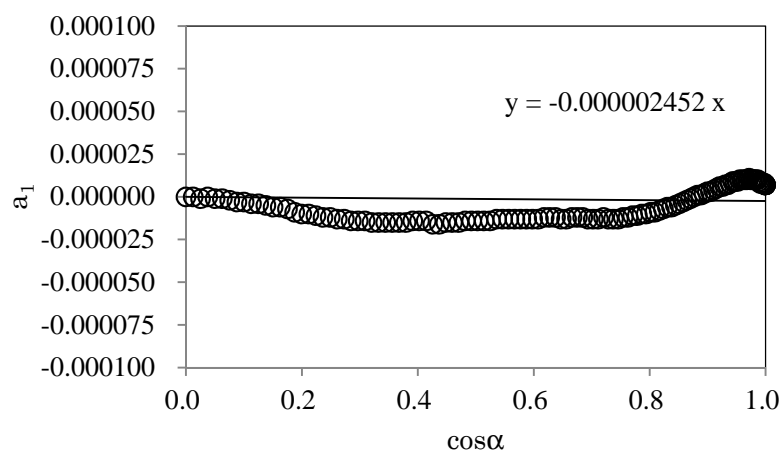


Fig. 3-3 Calculated $\cos\alpha$ diagram from the diffraction ring for α Fe powder.

得られた $\cos\alpha$ 線図から切片 0 で直線近似した勾配を M としたとき、各 $a_{1,\alpha}$ における直線 M との誤差の標準偏差 ΔM は

$$\Delta M = \frac{1}{125} \sqrt{\sum_{i=1}^{125} \left\{ a_{1,(i * \frac{\pi}{250})} - M \cos(i * \frac{\pi}{250}) \right\}^2} \quad (3-7)$$

で表される。 ΔM に応力値と同等の定数を乗算した結果を $\Delta\sigma_x$ と定義すると

$$\Delta\sigma_x = \frac{E}{1 + \nu \sin 2\eta \sin 2\psi_0} \frac{1}{[\Delta M]} \quad (3-8)$$

が得られる。この値についても応力測定のために求め、今後測定結果を市販の装置になら
い $\sigma = \sigma_x (\pm \Delta\sigma_x)$ MPa と表記することにした。

3.4. 実験方法

3.4.1. 供試材

装置の条件設定を明確化するにあたり、無ひずみ試料として粒径の異なる 2 種の粉末(Fig. 3-4)、応力試験片として熱処理を行った SCM420H を平面研削したものと、平面研削後ショットピーニングを行った 2 種(Fig. 3-5)を用意した。

無ひずみ試料として

Powder 1：高純度化学研究所製 α Fe:99% 結晶粒径 5~10 μ m の粉末

Powder 2：高純度化学研究所製 α Fe:99% 結晶粒径 3~5 μ m の粉末

応力試験片として

Stress test piece 1：調質後の SCM420H にフライス盤により平面研削を行ったもの。

SCM420H の化学成分比を Table 3-2 に示す。

Stress test piece 2：Stress test piece 1 にショットピーニングしたもの。

ショットピーニングは Table 3-3 の条件で行った。

以上の 4 種類の供試材を用意し実験を行った。

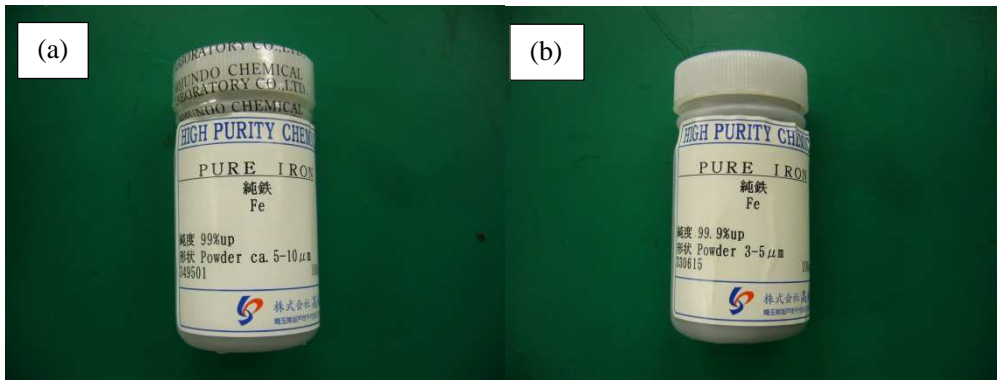


Fig. 3-4 α Fe powder. (a) Powder 1: grain size 5~10 μ m. (b) Powder 2: grain size 3~5 μ m.

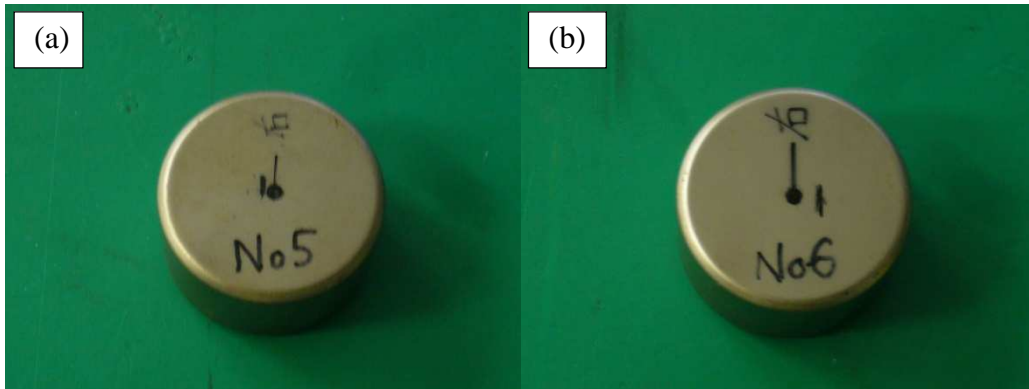


Fig. 3-5 (a) Stress test piece 1:SCM420H. (b) Stress test piece 2:SCM420H after shot peening.

Table 3-2 Specifications of SCM420H.

Chemical composition specifications of SCM420H (wt. %)							
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
0.18~0.23	0.15~0.35	0.60~0.90	< 0.030	< 0.030	< 0.25	0.90~1.20	0.15~0.2

Table 3-3 Shot peening conditions.

Shot material	Size (mm)	Hardness (HV)	Air pressure (MPa)	Coverage (%)
High-speed steel	0.05	700~800	0.2	200

3.4.2. 測定条件

供試材は、フェライト系鉄鋼材料のためターゲットを Cr とした X 線管球を用い、特記しない限り Table 3-4 に示す条件で応力測定を行った。

Table 3-4 Measurement specifications.

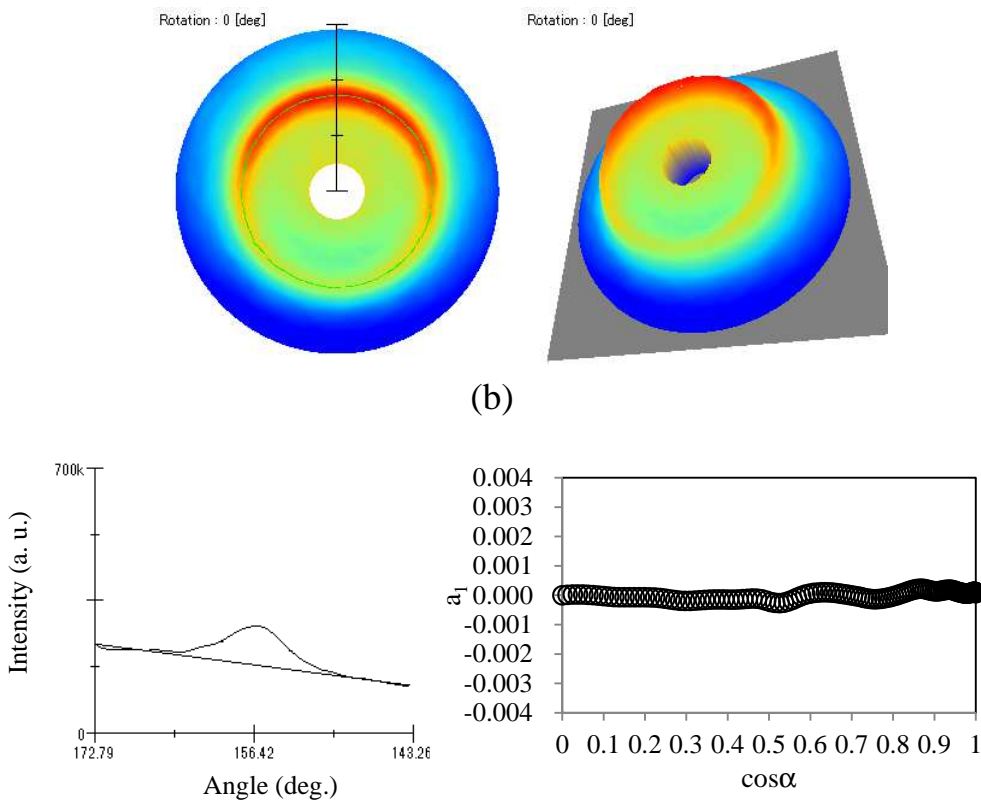
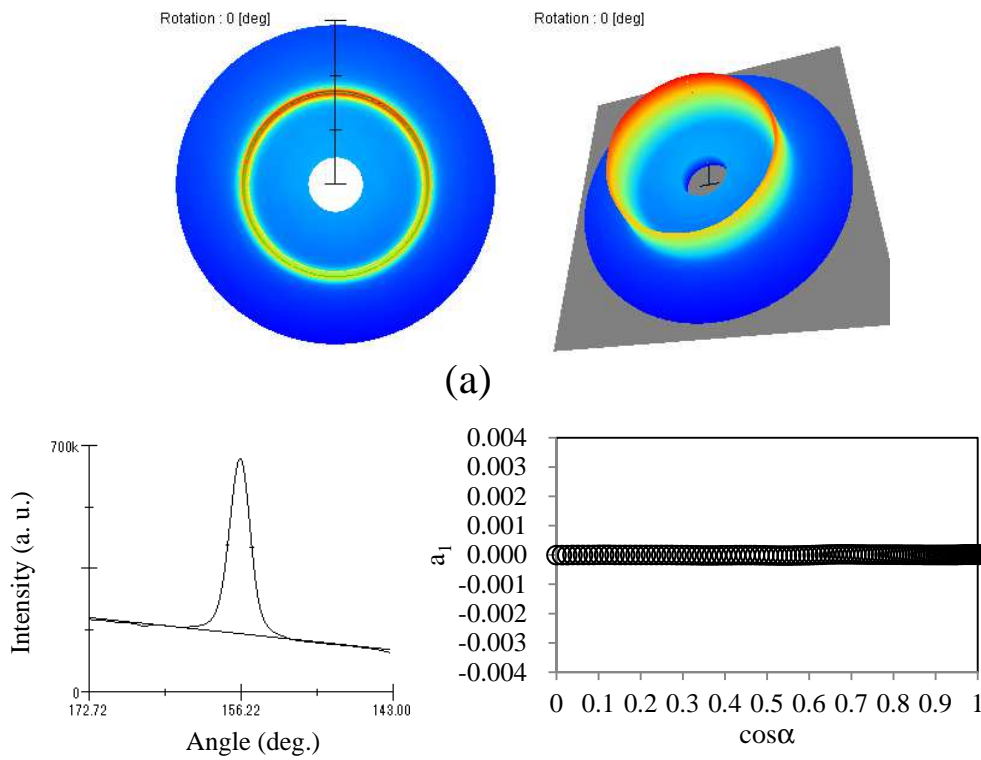
Characteristic X-ray	Cr
Incident angle, ψ_0 (deg)	30
X-ray tube voltage, V_t (kV)	30
X-ray tube current, C_t (mA)	1.0
Exposure time (sec)	30
Diameter of the collimator, C_p (mm)	1.0
Sample distace, D (mm)	39
Photomultiplier tube gain control voltage (V)	0.53
Reading pitch (μm)	50
Rotation speed (rpm)	2400
Excitation laser power (mW)	12
Determination method of peak angle	Half-value breadth method
X-ray erastic constant $E/(1+\nu)$ (MPa)	1.75×10^5
$2\theta_0$ (deg)	156.4
Stress calculation method	The <i>cosa</i> method
Repeat (times)	100

本章では繰り返しによる安定性から条件を定めることに目的をおくため、X線の弾性定数はX線応力測定法標準の値を用いた。また各条件で100回繰り返し測定を行い、繰り返しによる測定精度を実験により確認した。

3.5. 実験的検証

3.5.1. 回折環の取得結果

4種類の試験片の回折環を確認する目的で、X線を試験片に照射し、回折された回折環の2D画像と3D画像、 $\alpha=0$ におけるプロファイル、および $\cos\alpha$ 線図をFig. 3-6に示す。4種類の試験片とも連続的な回折環が得られ、 $\cos\alpha$ 線図の直線性も得られているが、プロファイルの強度や半価幅などが異なる結果となった。測定された応力値、ピーク強度、半価幅をまとめた結果をTable 3-5に示す。粉末の応力値は0MPa付近となり、ショットピーニングした試験片は、圧縮1394MPaと大きな残留応力が付与されている結果となった。また粉末では、粒径が小さいと半価幅が広くなり、 $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差が大きくなることが確認された。さらにピーク強度と半価幅には、トレードオフの関係があることも見てとれる。



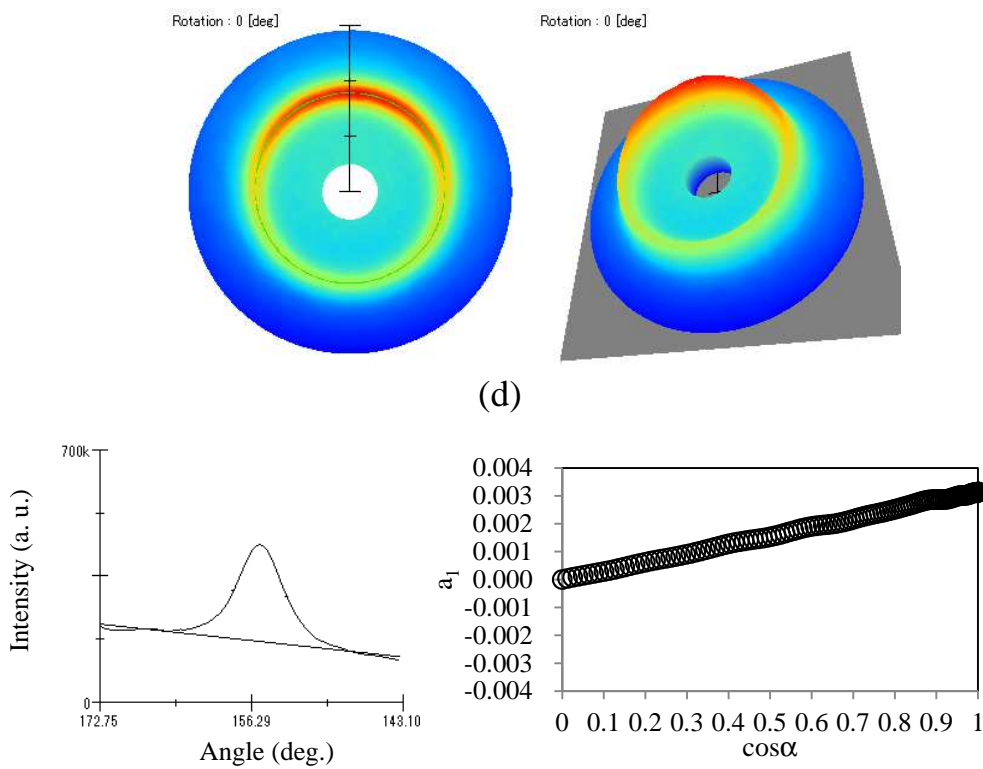
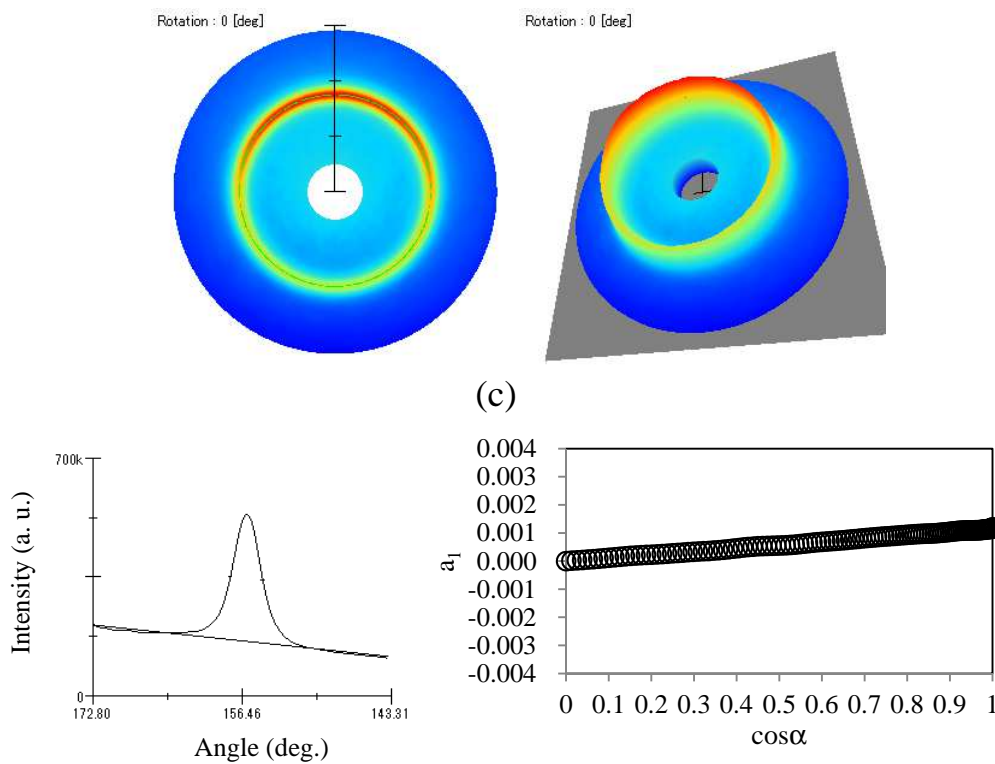


Fig. 3-6 Diffraction ring obtained by irradiating X-ray using 4 specimens.

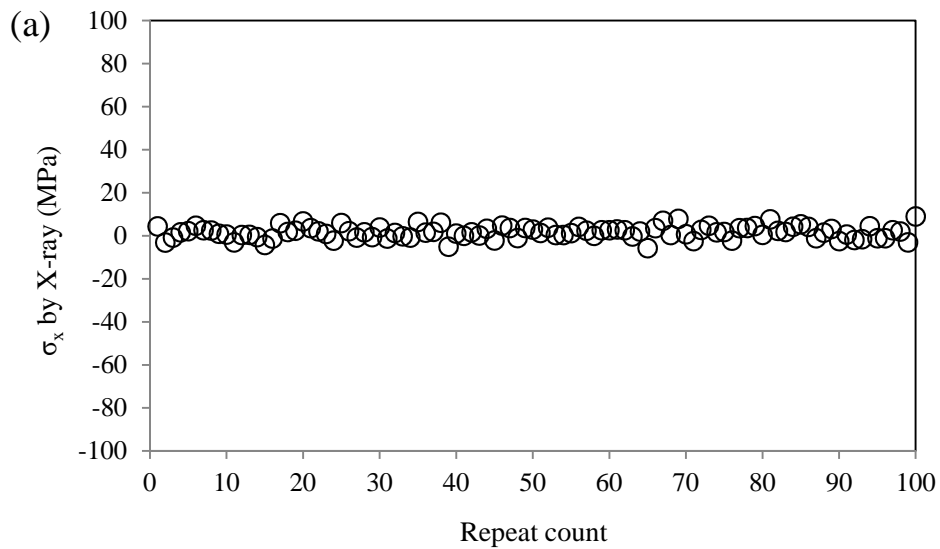
(a) Powder 1. (b) Powder 2. (c) Stress test piece 1. (d) Stress test piece 2.

Table 3-5 Measurement results of the stress using 4 specimens.

Specimens	σ (MPa)	Peak intensity, I_p (a.u.)	FWHM (deg.)
Powder 1	-4.5 (± 4.7)	434	2.7
Powder 2	-12.9 (± 61.6)	103	7.0
Stress test piece 1	-514.2 (± 8.9)	346	3.8
Stress test piece 2	-1394.0 (± 18.3)	223	5.5

3.5.2. 繰り返し応力測定を行った結果

4種類の試験片を用い、繰り返しによる測定精度の確認を目的として、それぞれ100回繰り返し測定を行って得られた応力値を Fig. 3-7 に示す。Powder 2 の繰り返し精度が悪化しているが、他の試験片においては平均応力に対して $\pm 25\text{MPa}$ 程度に収まっている。また Powder 1 の応力測定結果をヒストグラムで表したのが Fig. 3-8 となる。正規分布の様相が見て取れ繰り返し測定した応力値の標準偏差を繰返誤差 S と定義し、Table 3-6 に応力の平均値 σ_x 、直線近似誤差の平均値 $\Delta\sigma_x$ 、繰返誤差 S 、ピーク強度 I_p の平均値、半価幅 FWHM の平均値をまとめた。



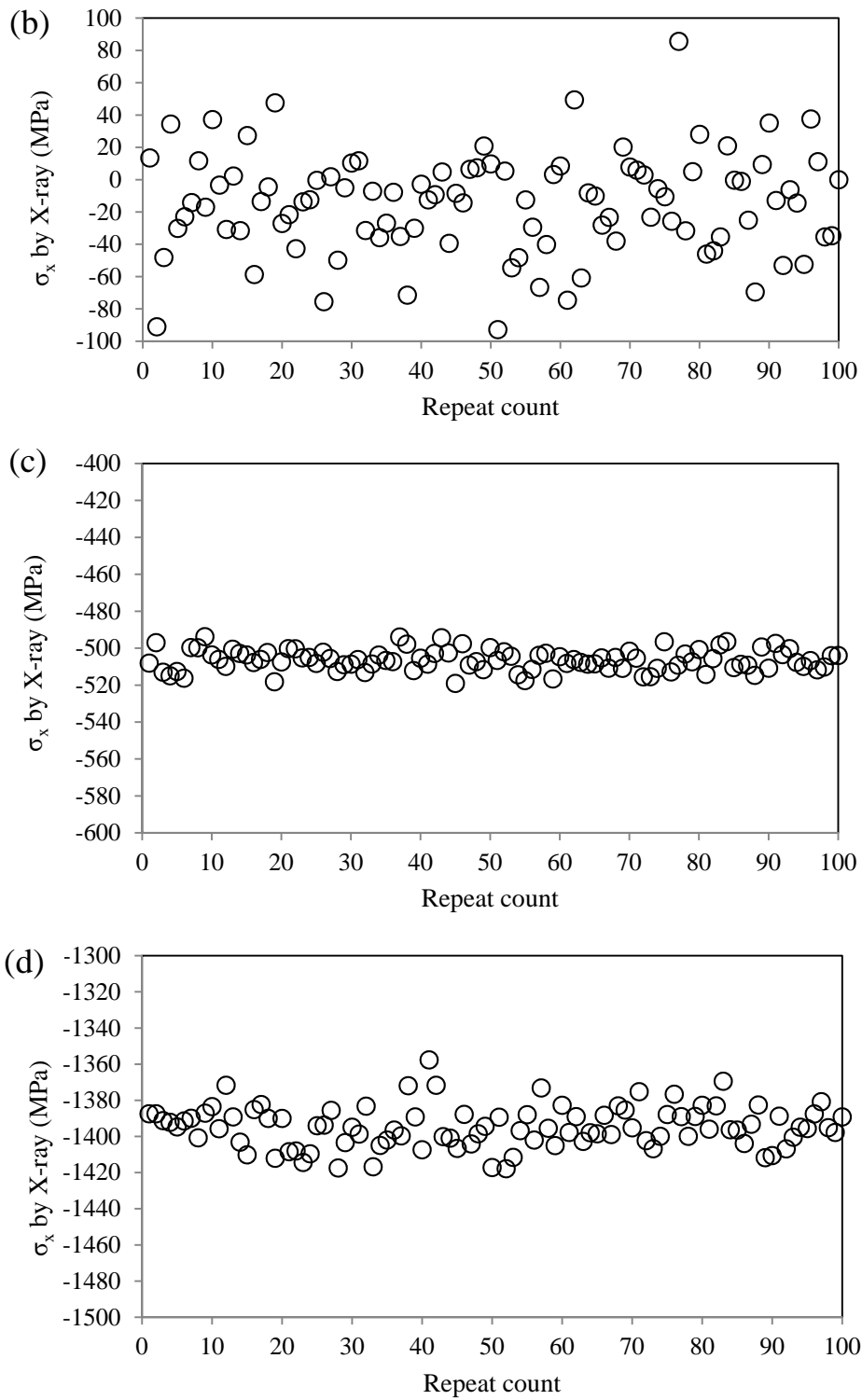


Fig. 3-7 Repeatability of 100 times X-ray stress measurements using 4 specimens.

(a) Powder 1. (b) Powder 2. (c) Stress test piece 1. (d) Stress test piece 2.

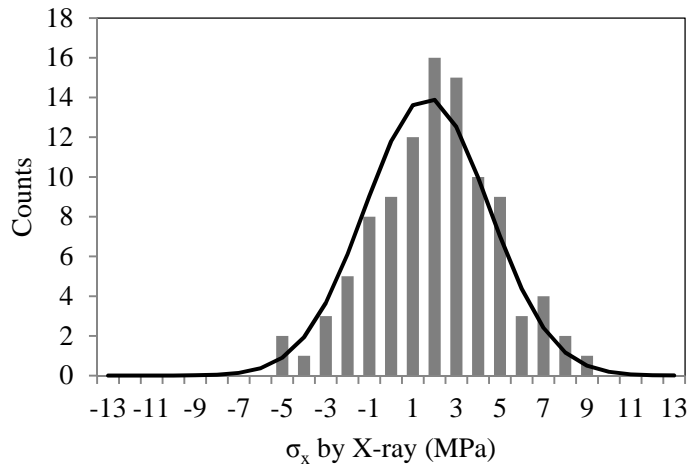


Fig. 3-8 Histogram of stress measurement for powder 1.

Table 3-6 Average of repeated 100 times.

Test specimens	σ (MPa)	St.dev., S (MPa)	Peak.int., I_p (a.u.)	FWHM (deg.)
Powder 1	2.8 (± 4.2)	2.8	434	2.62
Powder 2	-2.0 (± 55.5)	31.2	103	6.95
Stress test piece 1	-506.4 (± 10.1)	5.7	346	3.65
Stress test piece 2	-1394.7 (± 19.9)	11.5	224	5.41

繰返誤差と直線近似誤差には相関が見てとれ、繰返誤差、直線近似誤差、ピーク強度との相関関係を Fig. 3-9 に示す。繰返誤差と直線近似誤差には $R^2=0.9998$ と高い相関が確認され、繰返誤差が大きい程ピーク強度が小さい傾向が見てとれる。

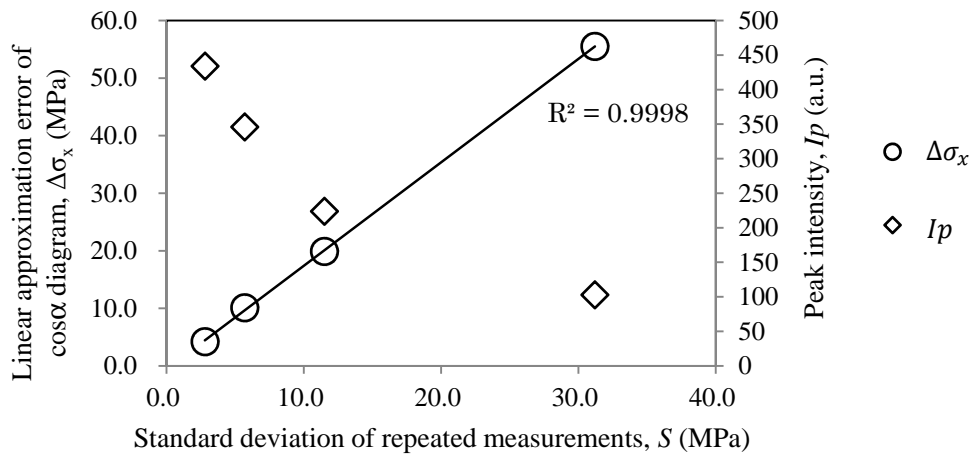


Fig. 3-9 Relationship of repeated measurement error, linear approximation error of $\cos\alpha$ diagram ($\Delta\sigma_x$) and peak intensity (I_p).

3.5.3. X線の強度を可変させた実験

測定に必要な X 線の強度を明確にする目的で、試料へ照射される単位時間当たりの強度に関係する、次の条件を変更しながら実験を行った。

- (1) X 線管球の管電圧.
- (2) X 線管球の管電流.
- (3) X 線の照射領域を制限するコリメータの径.
- (4) IP と試料までの距離.

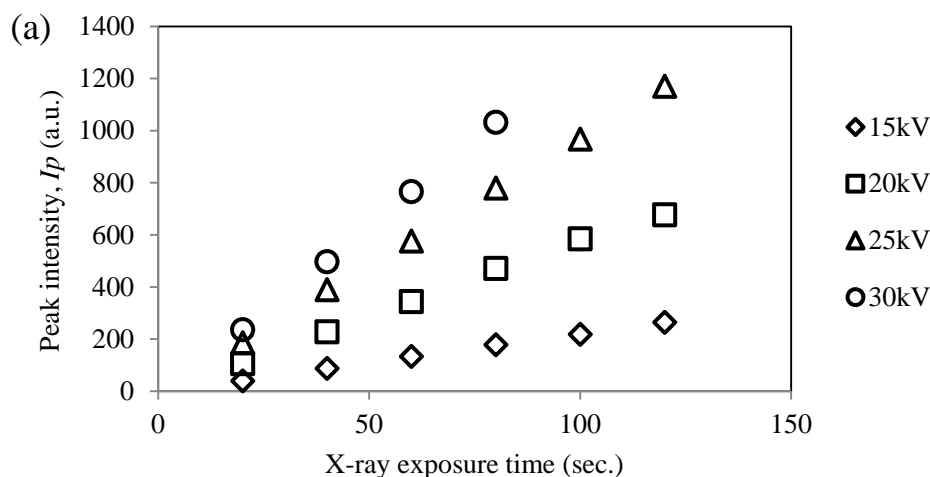
測定は Powder 1 を用い、各条件を変更しながら露光時間を可変させ、それぞれの露光時間で 100 回の繰り返し測定を行い、ピーク強度 I_p 、繰返誤差 S 、 $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差 $\Delta\sigma_x$ の推移を確認した。

3.5.3.1. X線管の管電圧

Table 3-7 に従い X 線管の管電圧を設定し推移を確認した。測定結果を Fig. 3-10 に示す。

Table 3-7 Voltage settings of the X-ray tube.

X-ray tube voltage (kV)	Exposure time (sec)
15, 20, 25, 30	20~120



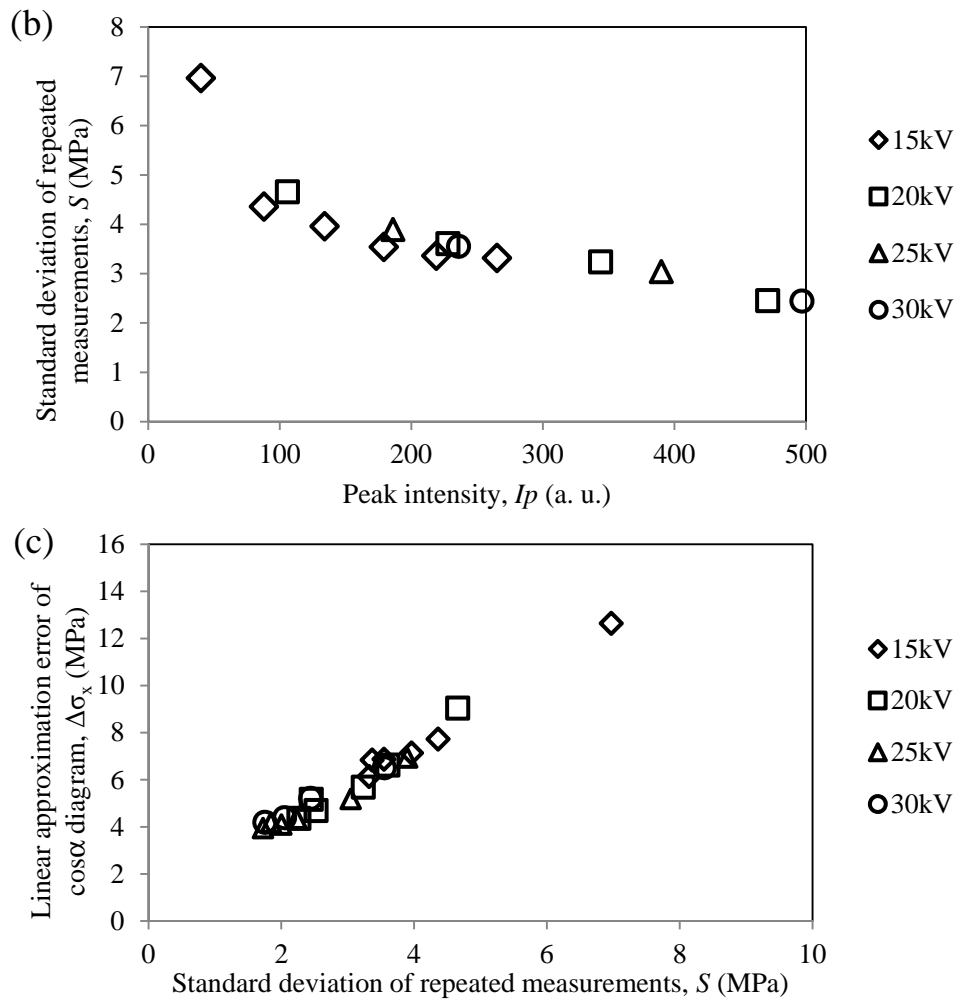


Fig. 3-10 Transition of repeated measurement error when changing the X-ray tube voltage. (a) Relationship between the exposure time and peak intensity. (b) Relationship between the peak intensity and standard deviation of repeated measurements. (c) Relationship between the standard deviation of repeated measurements and linear approximation error of $\cos\alpha$ diagram.

(a)から、露光時間とピーク強度には高い線型性を有していることが見てとれ、IP リーダの読取強度の線形性が高いことが確認された。管電圧を変えたときのピーク強度の変化を Fig. 3-11 に示す。縦軸は、露光時間 60 秒のときのピーク強度である。管電圧とピーク強度には、次式の関係が確認された。

$$I_p \cong 42.6 \times (Vt - 11.8) \quad (\text{a. u.}) \quad (3-9)$$

ただし、 Vt は管電圧(kV)である。この式より、管電圧 30kV 時のピーク強度を 1 とすると、管電圧 20kV では 0.45、管電圧 40kV では 1.55 になる。

横軸にピーク強度 I_p 、縦軸に 100 回の繰返誤差 S を取ると(b)、管電圧によらずピーク強

度に繰返誤差が依存することが見て取れる。ピーク強度が大きくなると繰返誤差は小さくなるが、一定以上のピーク強度では繰返誤差の減少は飽和する傾向が見てとれる。

繰返誤差と直線近似誤差の関係(c)は、X線管の管電圧の設定によらず、高い相関を有していることが見てとれる。

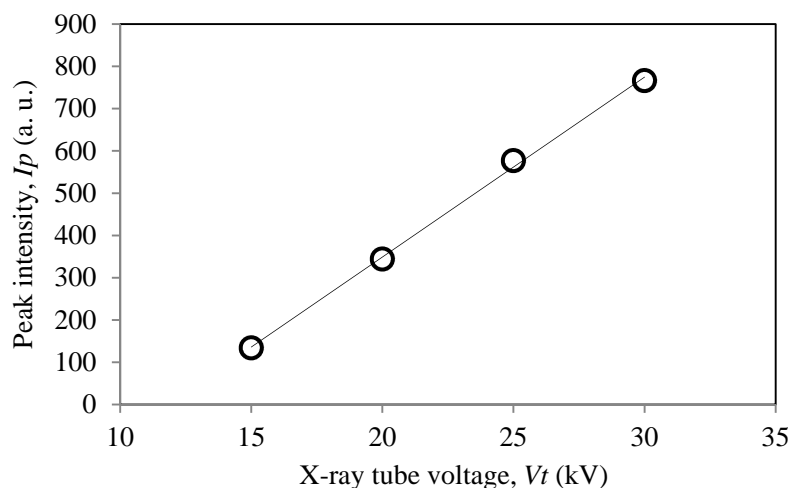


Fig. 3-11 Transition of the peak intensity when changing the X-ray tube voltage.

3.5.3.2. X線管の管電流

管電圧と同様に、Table 3-8 に従い X線管の管電流を設定し推移を実験により確認した。測定結果を Fig. 3-12 に示す。

Table 3-8 Output current settings of the X-ray tube

X-ray tube current (mA)	Exposure time (sec)
0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0	20~120

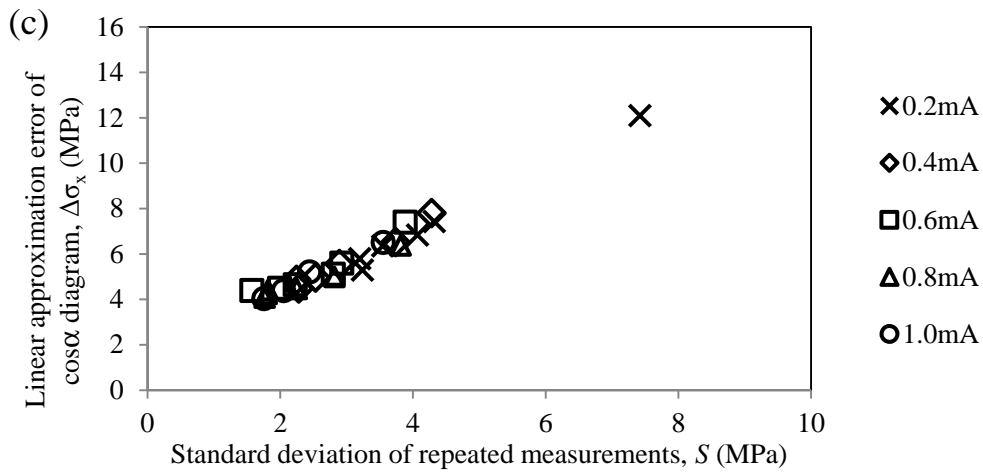
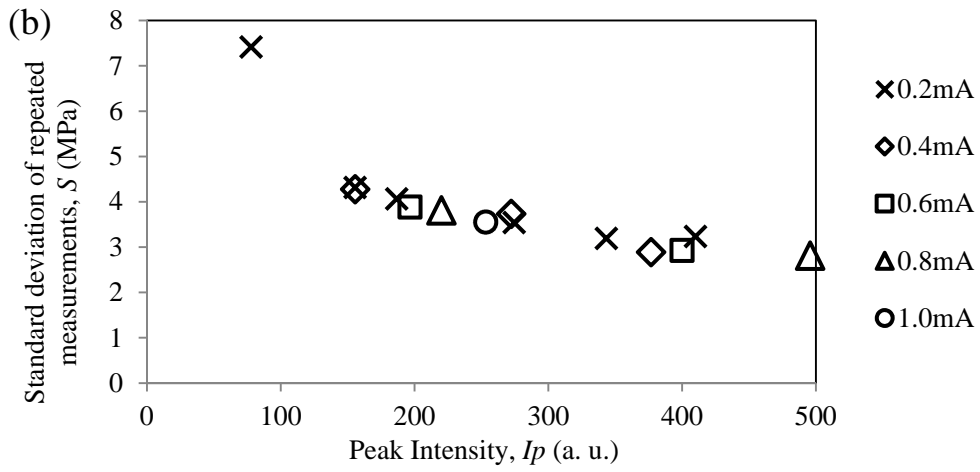
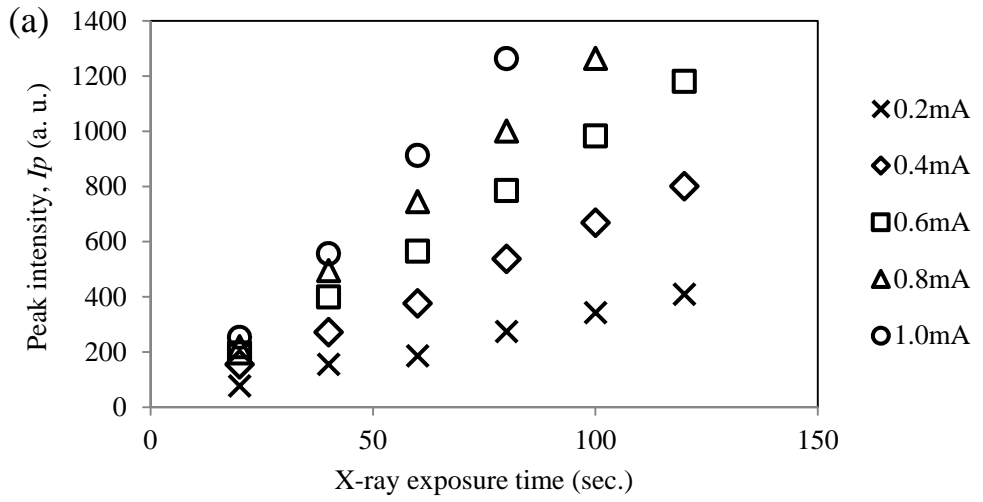


Fig. 3-12 Transition of repeated measurement error when changing the X-ray tube current. (a) Relationship between the exposure time and peak intensity. (b) Relationship between the peak intensity and standard deviation of repeated measurements. (c) Relationship between the standard deviation of repeated measurements and linear approximation error of $\cos\alpha$ diagram.

(a)から、露光時間とピーク強度には高い線型性を有していることが見てとれ、X線管の電流制御は問題なく行われていることが見てとれる。次に管電流を変えたときのピーク強度の変化を Fig. 3-13 に示す。縦軸は、露光時間 60 秒のときのピーク強度である。管電流とピーク強度には、次式の関係が確認された。

$$I_p \cong 926 \times C_t \quad (\text{a. u.}) \quad (3-10)$$

ただし、 C_t は管電流(mA)である。電流とピーク強度には切片が 0 の比例関係にあり、管電圧を変化させたときとは異なり、電流とピーク強度は正比例となることが確認された。

(b)から、管電流によらず電圧を変化させたときと同様、ピーク強度に繰返誤差が依存し、ピーク強度が大きくなると繰返誤差は小さくなり、一定以上のピーク強度で繰返誤差の減少は飽和する傾向が見てとれる。

(c)から、繰返誤差と直線近似誤差は管電流によらず、高い相関を有していることが見てとれる。

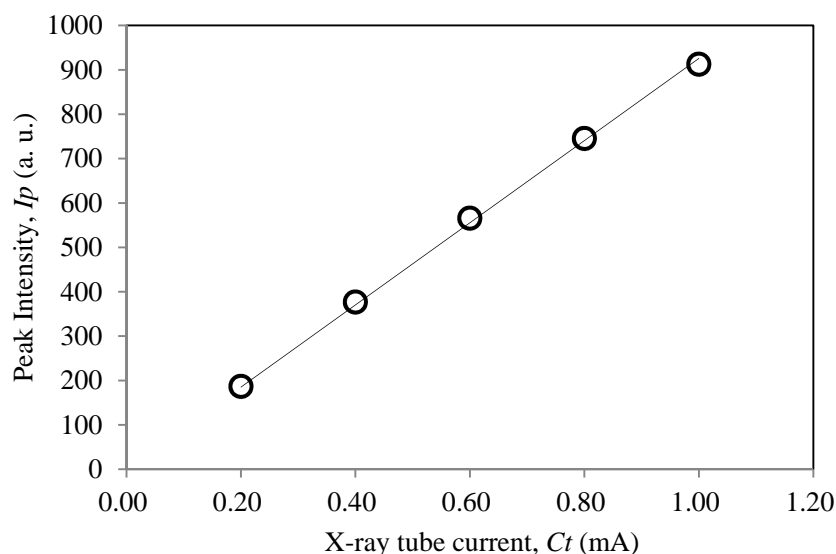


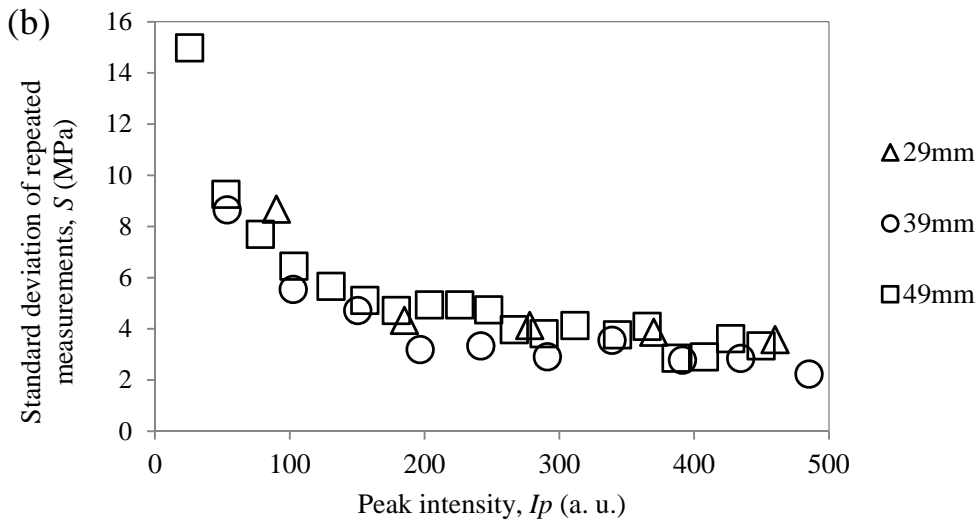
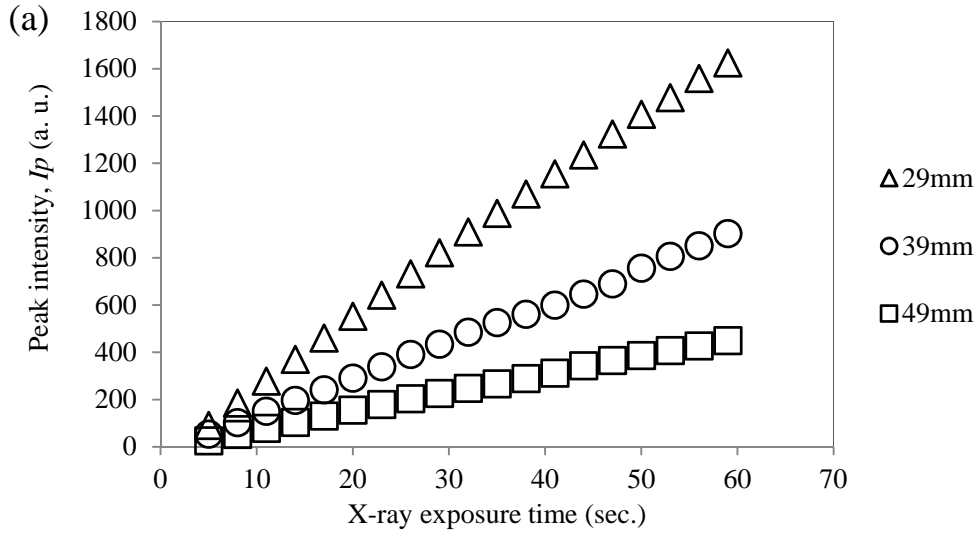
Fig. 3-13 Transition of the peak intensity when changing the X-ray tube current.

3.5.3.3. 試料距離

IPから試験片までの試料距離を変更したときに、距離によるX線の散乱等による減衰が、応力測定の繰返誤差に及ぼす影響を調査する目的で、Table 3-9 に従い試料距離を変えて推移を実験により確認した。測定結果を Fig. 3-14 に示す。

Table 3-9 Setting conditions for distance of the sample and imaging plate (D).

X-ray tube voltage (kV)	X-ray tube current (mA)	D (mm)	Exposure time (sec)
30	1.0	29,39,49	5~59



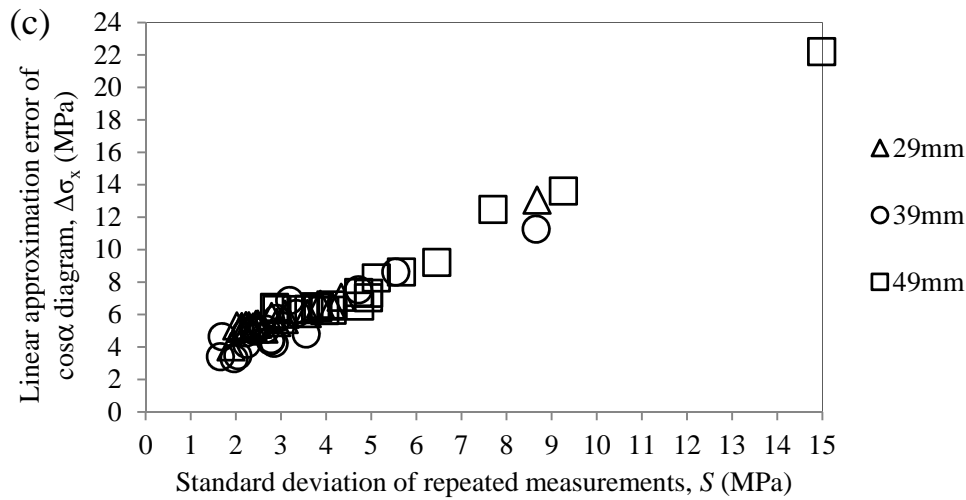


Fig. 3-14 Transition of repeated measurement error when changing the setting distance of the sample and imaging plate, D . (a) Relationship between the exposure time and peak intensity. (b) Relationship between the peak intensity and standard deviation of repeated measurements. (c) Relationship between the standard deviation of repeated measurements and linear approximation error of $\cos\alpha$ diagram.

(a)から、試料距離を変えるとピーク強度が減少するが露光時間との線形性は維持されている。そこで試料距離を変えたときのピーク強度の変化を Fig. 3-15 に示す。縦軸は、露光時間 60 秒の時のピーク強度である。試料距離とピーク強度には、次式の関係が確認された。

$$I_p \cong 10610 \times e^{-0.064 \times D} \quad (\text{a. u.}) \quad (3-11)$$

試料距離を変えるとピーク強度は指数関数的に変化し、試料距離を 10 mm 長くするとピーク強度が約 52% 減少することが確認された。これは X 線が距離の 2 乗に反比例して減衰し、かつ空気による減衰と散乱によりピーク強度が減衰したためと推定される。

(b)から、繰返誤差は試料距離によらずピーク強度に依存し、同様に一定のピーク強度以上で繰返誤差の減少は飽和する傾向が見てとれる。

(c)から、繰返誤差と直線近似誤差は試料距離によらず、高い相関を有していることが見てとれる。

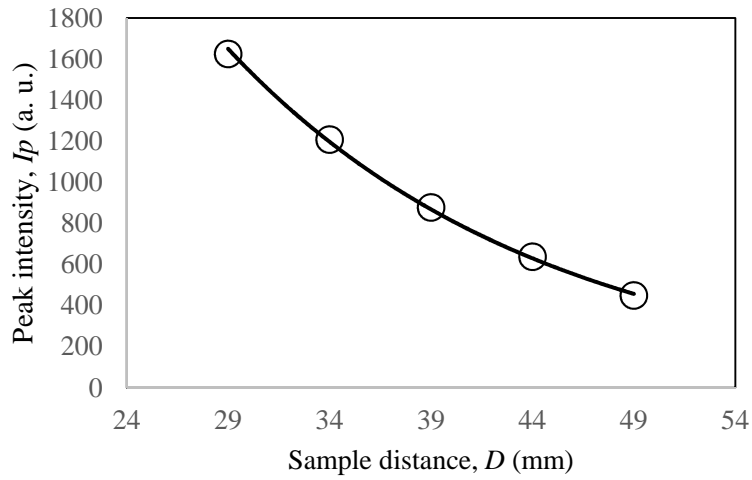


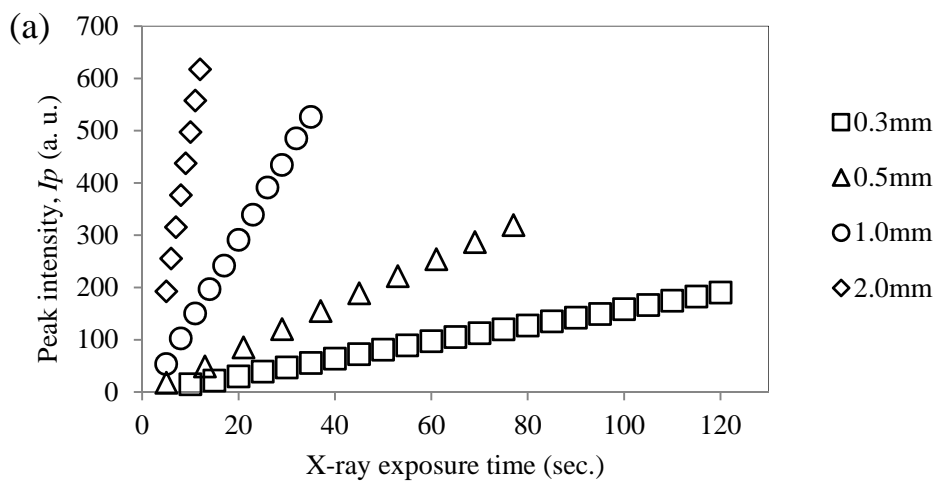
Fig. 3-15 Transition of the peak intensity when changing distance of the sample and imaging plate.

3.5.3.4. コリメータの径

最後に、コリメータの径を変えた際に、径の違いによる X 線の線量が、応力の繰返誤差に与える影響を調査する目的で、Table 3-10 に従い、コリメータの径を変えて推移を実験により確認した。測定結果を Fig. 3-16 に示す。

Table 3-10 Setting conditions of the collimator.

X-ray tube voltage (kV)	X-ray tube current (mA)	D (mm)	Collimator (mm)	Exposure time (sec)
30	1.0	39	0.3, 0.5, 1.0, 2.0	5~120



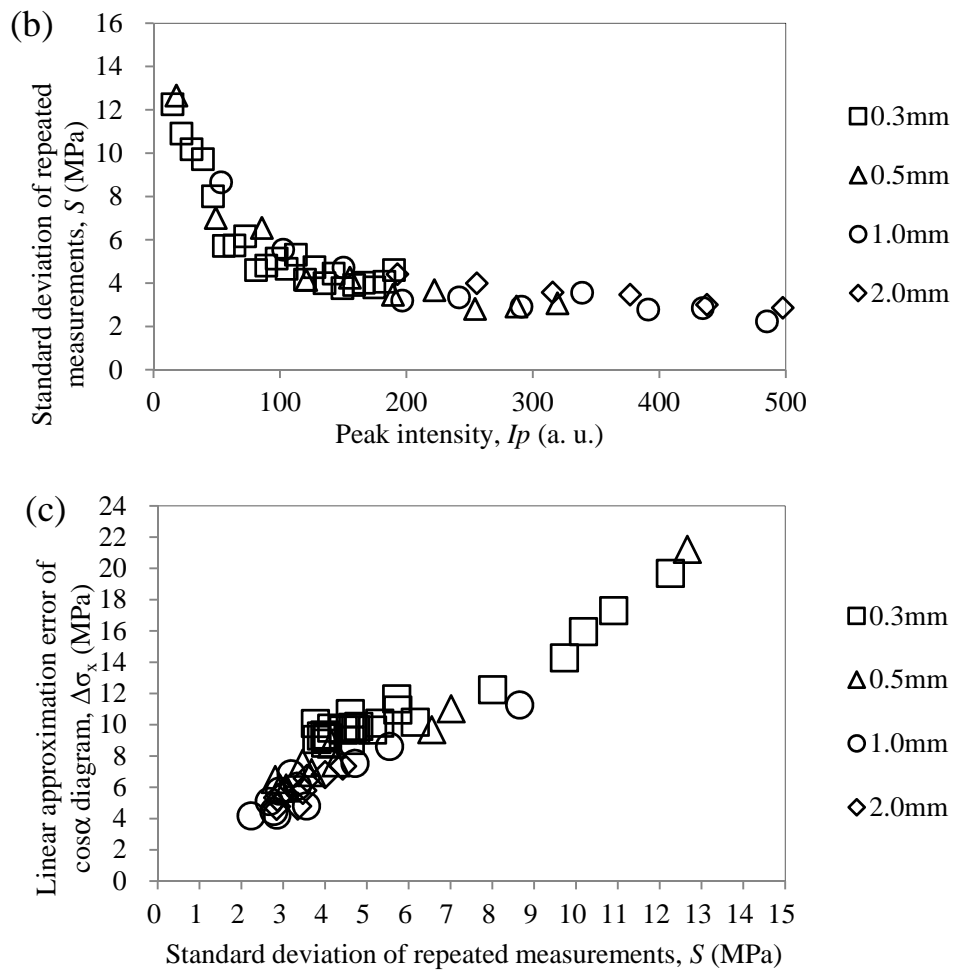


Fig. 3-16 Transition of the repeated measurement error when changing the diameter of the collimator, C_p . (a) Relationship between the exposure time and peak intensity. (b) Relationship between the peak intensity and standard deviation of repeated measurements. (c) Relationship between the standard deviation of repeated measurements and linear approximation error of $\cos\alpha$ diagram.

(a)から、コリメータの径の大きさによりピーク強度が増減するが露光時間との線形性は維持されている。そこでコリメータの径を変えたときのピーク強度の推移を Fig. 3-17 に示す。縦軸は、露光時間 12 秒の時のピーク強度である。

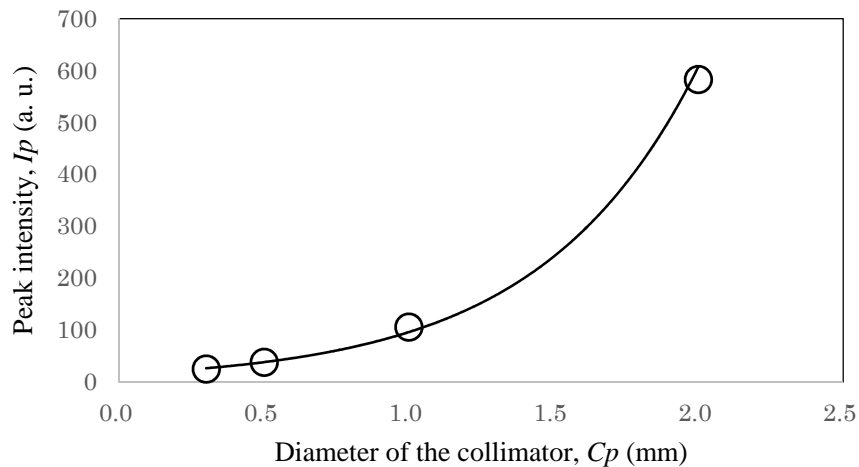


Fig. 3-17 Transition of the peak intensity when changing diameter of the collimator.

コリメータとピーク強度には，次式の関係が確認された．

$$I_p \cong 15.2 \times C_p^{1.8} \quad (\text{a. u.}) \quad (3-12)$$

ただし C_p はコリメータの直径(mm)である．

(b)から，コリメータを変更し照射径が変化しても繰返誤差はピーク強度で決まり，一定のピーク強度以上で繰返誤差の減少は飽和する傾向が見てとれる．

(c)から，繰返誤差と直線近似誤差の相関については，コリメータの直径 0.3mm において若干繰返誤差よりも直線近似誤差の方が大きい傾向にあるが，これはコリメータの径を小さくしたことにより，照射面積が小さくなり回折に寄与する結晶の数が減少したため，測定精度が悪化したとことに起因すると考えられるが，全体的には，コリメータの径によらず，繰返誤差と直線近似誤差の相関は高い結果となった．

3.5.3.5. X線の線量を可変した実験結果と考察

X線の線量による繰返誤差は，X線管電圧，管電流，露光時間，試料距離，コリメータを変えても，露光時間とピーク強度は線形に推移する．繰返誤差は，ピーク強度が大きくなるにつれ小さくなるが，一定のピーク強度以上では繰返誤差の減少は飽和し，一定以上に露光をしても繰返誤差は小さくならない．このことにより応力を精度よく測定するためにはX線の強度が一定以上必要であるが，逆に一定以上の強度があれば十分であることを意味しており，ピーク強度を確認しながら，露光時間を設定することで，繰返誤差を抑えつつ，測定時間を最適にすることが可能であると考えられる．また $\cos\alpha$ 線図における直線近似誤差は，X線の強度が十分であるかの指標になるという知見が得られた．

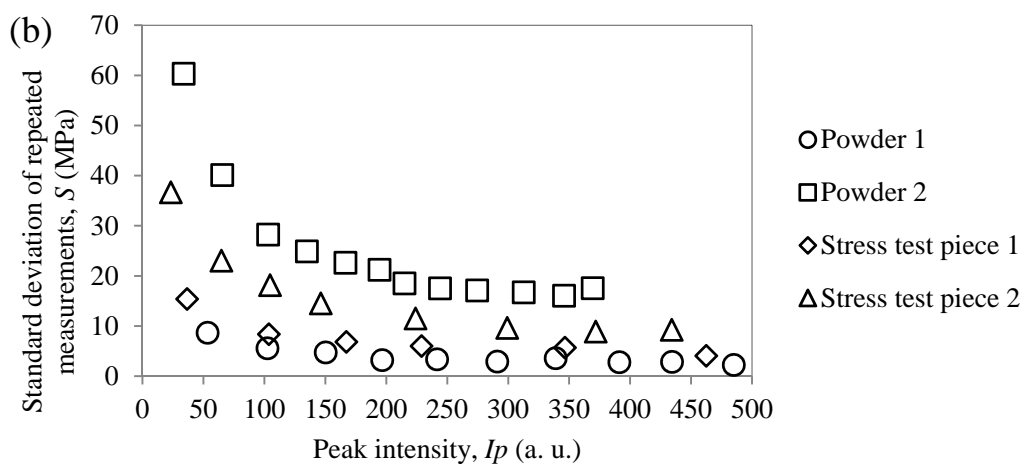
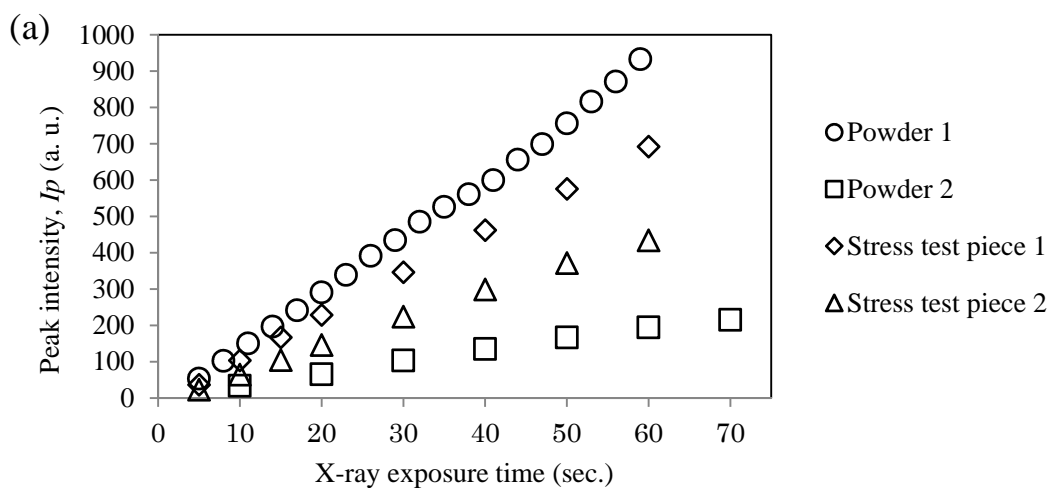
3.5.4. 試験片の違いによる実験

これまでの実験により、管電圧、管電流、露光時間、試料距離、コリメータによらず、ピーク強度で繰返誤差が決まることが確認された。

そこで回折のピーク強度の異なる 4 種類の試験片を用いて、同様であるかを実験により確認を行った。測定条件を Table 3-11 に測定結果を Fig. 3-18 に示す。

Table 3-11 Setting condition of the equipment.

X-ray tube voltage (kV)	X-ray tube current (mA)	D (mm)	Collimator (mm)	Exposure time (sec)
30	1.0	39	1.0	5~70



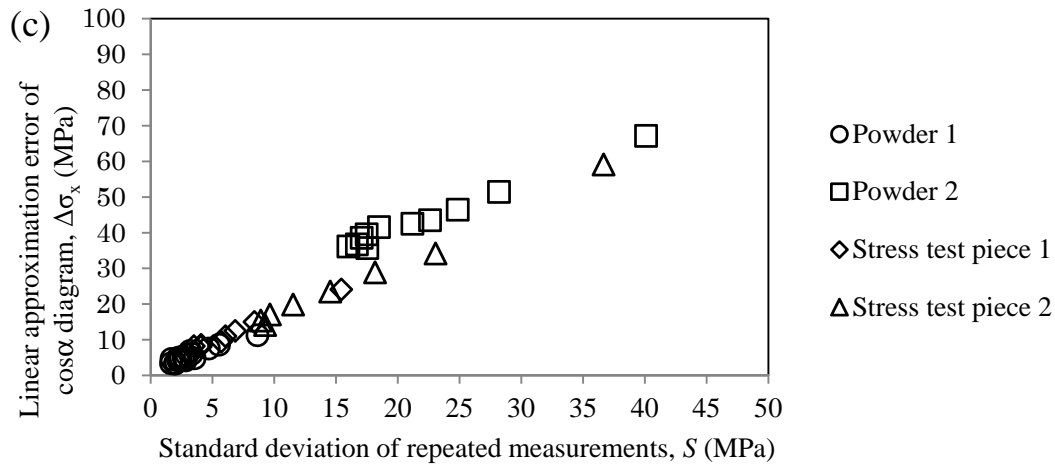


Fig. 3-18 Transition of repeated measurement error when changing the specimens. (a) Relationship between the exposure time and peak intensity. (b) Relationship between the peak intensity and standard deviation of repeated measurements. (c) Relationship between the standard deviation of repeated measurements and linear approximation error of $\cos\alpha$ diagram.

(a)から、いずれも露光時間とピーク強度の線形性は保たれているが、試験片によりピーク強度が変わる結果となった。

(b)から、ピーク強度が大きくなるにつれ繰返誤差が少なくなるが、一定のピーク強度以上で繰返誤差の減少は飽和する傾向となった。しかし試験片の違いにより露光時間を長くしても繰返誤差は同じ値にならず、試験片によって異なる値になると予測される結果となった。そこで露光時間を十分に長くした時、試験片の半価幅と繰返誤差との関係を Fig. 3-19 に示す。半価幅とピーク強度には、次式の関係が確認された。

$$I_p \cong 0.6 \times F_m^2 - 2.1 \times F_m + 3.18 \quad (\text{a. u.}) \quad (3-13)$$

ただし F_m は半価幅(FWHM)である。半価幅が広がるにつれ、二次関数的に繰返誤差が大きくなり、X線の露光時間を十分に長くしても試験片の半価幅が広いと繰返誤差が減少しないことが確認された。

(c)から、繰返誤差と直線近似誤差の相関は、Powder 2 において若干差が認められるが、全体的に相関は高い結果となっている。

試験片によって得られるピーク強度に差があるが、X線の線量の過不足は試験片によらず推測できることが確認された。また半価幅が広い試験片ほど、繰返誤差が大きくなる傾向が確認されたが、 $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差を確認することで、繰返測定精度の確認が可能という知見が得られた。

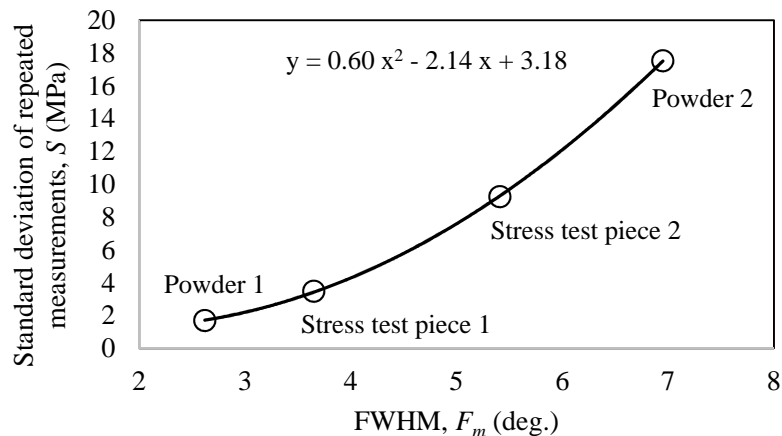


Fig. 3-19 Relationship between the FWHM and repeated error when changing the specimens.

3.5.5. IP リーダのパラメータを可変させた実験

前項までにおいて、繰返誤差は線量と試験片に依存することが確認されたが、IP の読取条件である読取感度、読取ピッチ、読取時の回転数、励起レーザ強度を変化させたことによる、繰返誤差に与える影響を調査する目的で実験を行った。なお装置の設定条件は Table 3-12 に従った。

Table 3-12 Setting conditions.

X-ray tube voltage (kV)	X-ray tube current (mA)	Samp. dist., D (mm)	Collimator (mm)
30	1.0	39	1.0

3.5.5.1. 読取感度

IP からの PSL 発光を受光し電圧に変換する利得、つまり読取感度を変更した時、繰返誤差に与える影響を調査する目的で実験を行った。実験に際し、Powder 1 を用い読取感度を変えるため、PMT のコントロール電圧を 0.53V から $\pm 0.03V$ 変化させ、露光時間を変えて得たピーク強度を Fig. 3-20 に示す。また PMT のコントロール電圧を変えた時の利得変化を PMT の利得図 Fig. 2-7 と Fig. 3-20 の勾配から得た利得変化を Table 3-13 に示す。なお PMT のコントロール電圧 0.53V を基準とした比率も同時に表記した。PMT のコントロール電圧を上げると、ピーク強度も上がることが確認され、実験で得られた利得変化は、PMT の特性図から得られた利得変化と同等の値となった。

次に露光時間を横軸に取り、繰返誤差を縦軸に取った結果を Fig. 3-21 に示す。PMT のコントロール電圧を変化、つまり IP リーダの読取感度を変化させても、露光時間による繰返誤差の変化は見受けられず、読取感度は繰返誤差に影響を与えない結果となった。

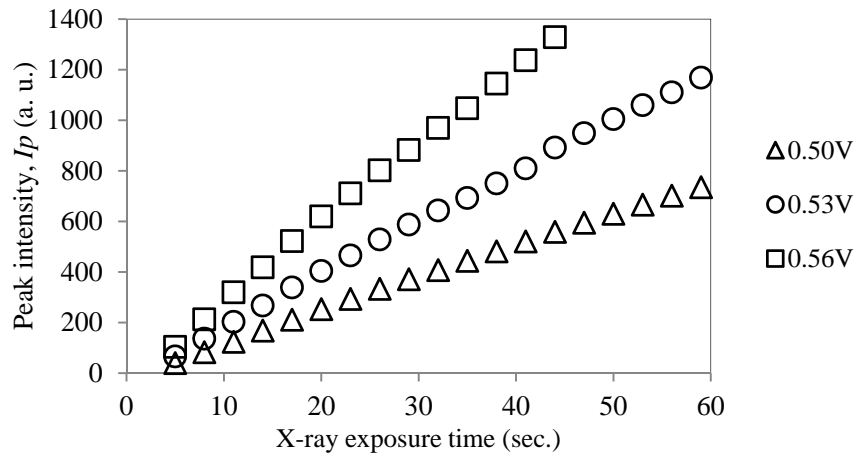


Fig. 3-20 Transition of the peak intensity by X-ray exposure time when changing the gain control voltage of the photomultiplier tube (PMT).

Table 3-13 Intensity ratio when change the control voltage of the photomultiplier tube (PMT).

PMT gain control voltage (V)	from PMT spec.		from Fig. 3-18	
	Gain	Ratio	Slope	Ratio
0.5	4800	0.60	9.21	0.62
0.53	8000	1.00	14.89	1.00
0.56	12000	1.50	22.57	1.52

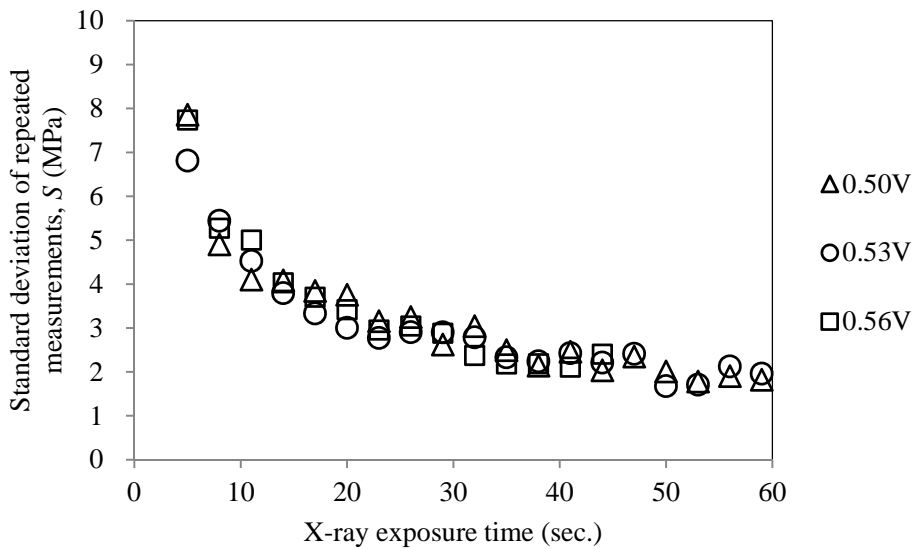


Fig. 3-21 Transition of the repeated measurement error by X-ray exposure time when changing the gain control voltage of the photomultiplier tube (PMT).

3.5.5.2. IP の読取条件

読取ピッチ，読取時の回転数，励起レーザ強度を変え，繰返誤差に与える影響を調査する目的で，X線の露光時間を30秒で固定し，IPの読取条件をTable 3-14に従い実験をおこなった．測定結果をFig. 3-22に示す．

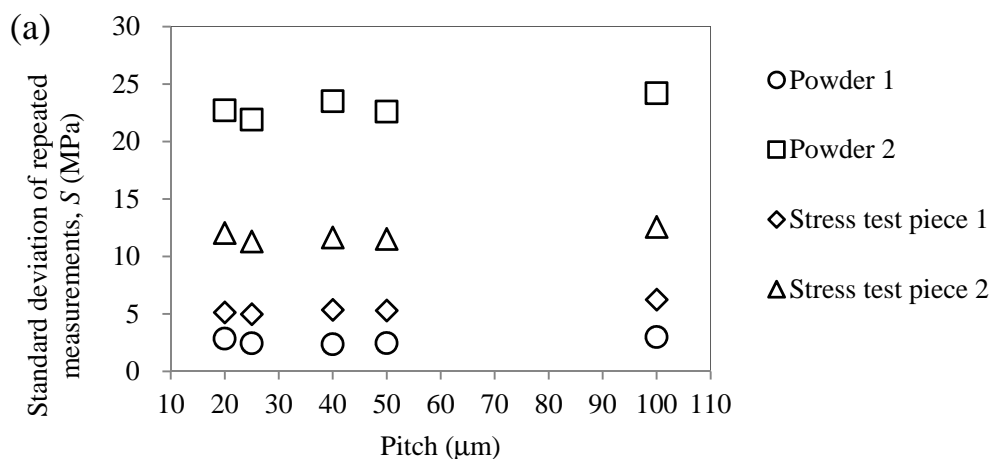
(a)から，読取ピッチ100 μm では，若干であるが悪化傾向が見てとれる．これは測定角度分解能(Fig. 3-1)が，0.1度を超えピーク決定精度が低下していると考えられる．

(b)から，IPの回転数に関して応力測定に与える影響は少なく，回転数の選択は回転モータの最高速を選択すればよいことがわかる．

(c)から，励起レーザ強度に関しても，応力測定に与える影響は少ないため，レーザの許容出力範囲内で出力させればよいことがわかる．

Table 3-14 Reading conditions of the imaging plate (IP).

PMT gain cont. volt. (V)	Reading pitch (μm)	IP rotation speed (rpm)	Laser power (mW)
0.53	20, 25, 40, 50, 100	1200, 1800, 2400	6, 9, 12



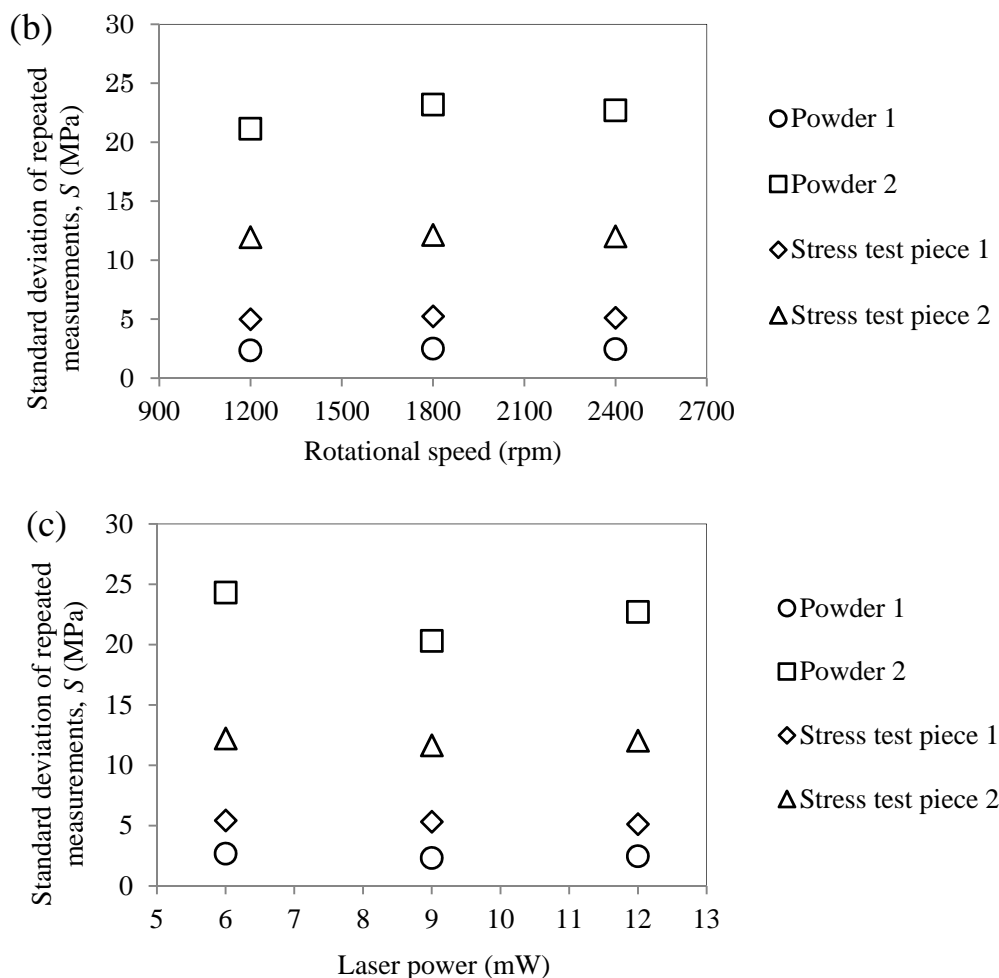


Fig. 3-22 Repeated measurement error when changing the reading conditions of imaging plate.

(a) Reading pitch. (b) Rotation speed. (c) Laser power.

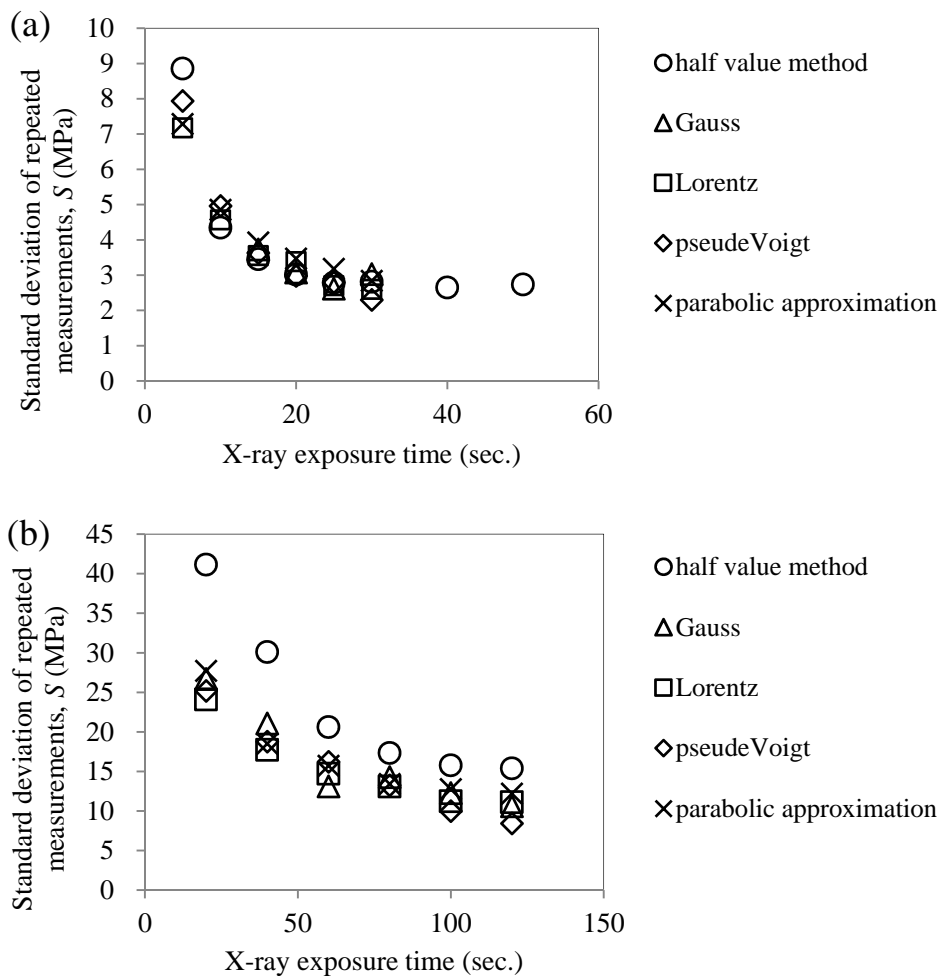
3.5.5.3. IP リーダ部のパラメータを可変させた実験結果と考察

応力測定の際の繰返誤差はIPの読取条件、つまりPMTのコントロール電圧による電氣的利得、読取ピッチ(20~100 μ m)、読取時の回転数(1200~2400rpm)、励起レーザー強度(6~12mW)を変更しても、X線の強度差に比べ、測定した応力値に与える影響は少ないことを実験により確認した。また読取感度や読取設定を変えても繰返誤差が変わらないことから、装置のシステムノイズは十分に低いと予測される結果となった。

3.5.6. ピーク位置決定法を可変させた実験

ピーク位置決定法の違いによる繰返誤差との関係を調査する目的で、ピーク位置決定を半価幅中点法、フィッティング曲線として Gauss, Lorentz, pseudoVoigt, 放物線近似を用

いて実験を行った。なお測定条件は Table 3-4 に従った。露光と読取を 100 回繰り返して得られたプロファイルを用い、ピーク位置決定法を変更し、繰返誤差を求めた結果を Fig. 3-23 に示す。ピーク位置決定法や試験片によらず、露光時間を長くすると、繰返誤差が小さくなる傾向が見てとれ、一定の露光時間以上で繰返誤差の減少は飽和する傾向が見てとれる。Powder 2 や Stress test piece 2 のような半価幅が広い試験片については、繰返誤差が全体的に大きく、特に半価幅中点法においては繰返誤差が大きい結果となっている。半価幅中点法は半価幅が広い試験片において必ずしも適さず、フィッティング法を用いることで繰返誤差が小さくなる結果となった。



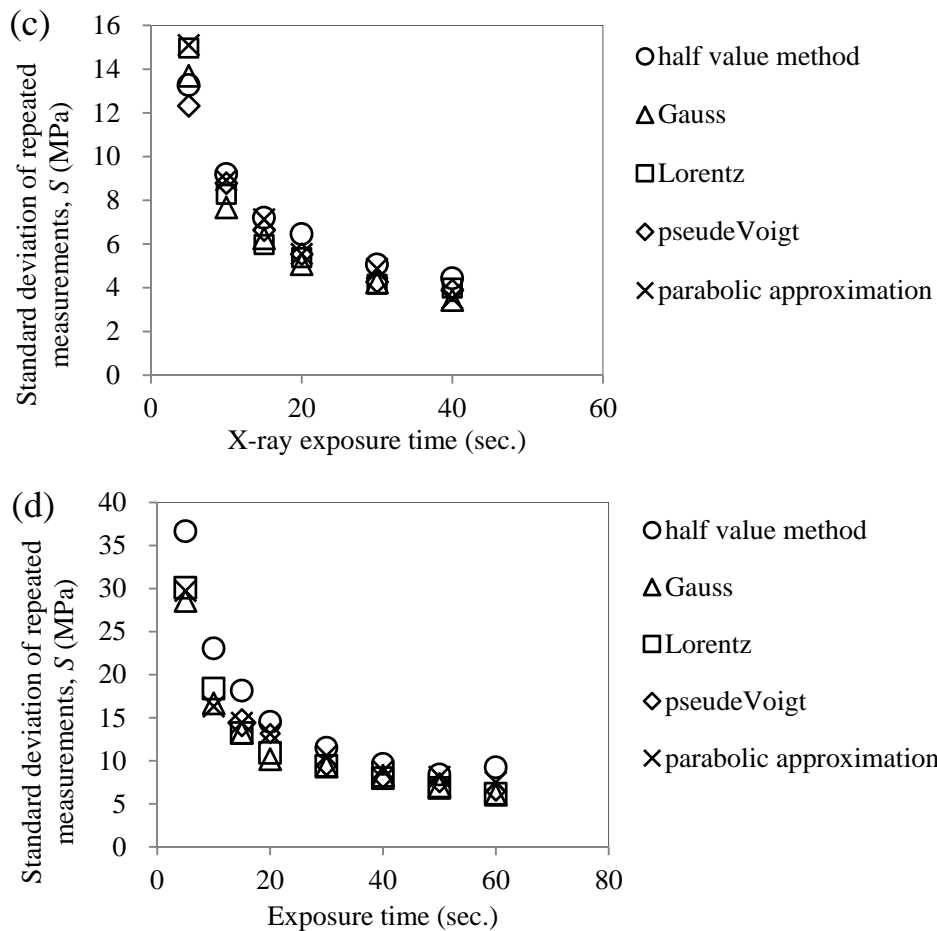


Fig. 3-23 Relationship between the exposure time and repeated measurement error using 4 specimens when changing the peak position determination methods.

(a) Powder 1. (b) Powder 2. (c) Stress test piece 1. (d) Stress test piece 2.

3.6. 結果と考察

繰返誤差は、X線の線量と試験片による差に大きく左右され、IPの読取条件の変化については比較的影響が軽微であることを確認した。

ピーク位置決定法については、半価幅が広い試験片に対し、半価幅中点法よりフィッティング法の方が有効である結果が得られたが、フィッティング曲線を変えても繰返誤差が大きく変わらない結果となった。これは $\cos\alpha$ 法の演算として対角で得られたプロファイルのピーク位置が引き算されるため、もしプロファイルがフィッティング曲線に適さずに結果としてピーク位置がシフトしても、対角のプロファイルも同程度シフトするため、フィッティング曲線を変えても変化が少ない結果になったと考えられる。ただし半価幅が広い

試験片の測定時、X線を十分に露光し、かつピーク位置決定法を変えても繰返誤差が小さくならないことから、長いコリメータやモノクロメータ等を用いることで、光学的に半価幅の広がりを抑制する必要があると予測される結果となった。

測定のたびに、ピーク強度と $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差を確認することにより、応力測定に必要な線量が得られているか確認することができ、かつ繰返精度を推測することができることを確認した。

3.7. 結 言

開発した X 線応力測定装置の各種条件を変更しながら最適な条件の導出を試みた結果、X 線の線量と繰返誤差との関係に高い相関があり、かつ繰返誤差と $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差にも高い相関があることを確認されたことから、次の知見を得た。

- (1) ピーク強度が一定以上あれば、それ以上露光しても繰返誤差の減少は飽和するため、最適なピーク強度を見極めれば、露光時間を短く高速に測定可能である。
- (2) 必要な X 線の線量は従来方式である $\sin^2\psi$ 法と同様にピーク強度で判断可能である。
- (3) X 線の強度と比較し、IP の読取条件における測定誤差の影響は小さいため、読取感度は必要以上に高くする必要はない。
- (4) $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差は、繰返誤差と相関があり繰返精度の目安となる。
- (5) 半価幅が広い試験片において、半価幅中点法よりフィッティング法を用いることで繰り返し精度が改善するが、 $\cos\alpha$ 法においてフィッティング曲線による差は少ない。

以上により、本装置において応力値と共に、プロファイルのピーク強度や $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差を確認することで、精度が高い安定した測定ができることを確認した。また今後検出器を半導体に変えていく場合においても、感度を必要以上に高くする必要がないことが確認され、今後の X 線管の選定や検出器の選定に大きな指標となる知見が得られた。

参考文献

- (1) M. Sonoda, M. Takano, J. Miyahara and H. Kato, "Computed Radiography Utilizing Scanning Laser Stimulated Luminescence", Radiology, Vol.148, No.3, pp.833-838 (1983).
- (2) Y. Amemiya and J. Miyahara, "Imaging Plate Illuminates Many Fields", Nature, Vol.336, pp.89-90 (1988).
- (3) 富士フイルム株式会社, 富士イメージングプレート取扱説明書

- (4) 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, pp.251-256 (1978).
- (5) 平修二, "X 線回折の材料強度研究への適用について", 日本機械学会誌, Vol.75, No.637, pp.196-206 (1972).
- (6) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一, "位置検出型比例計数管による X 線応力測定", 材料, Vol. 27, No.294, pp.216-220 (1978).
- (7) H. Dölle, "The Influence of Multi Stress States, Stress Gradients and Elastic Anisotropy on the Evaluation of (Residual) Stresses by X-rays", Journal of Applied Crystallography, Vol.12 , No.6, pp.489-501 (1979).
- (8) 日本材料学会, "改著 X 線応力測定法", 養賢堂 (1981).
- (9) 英崇夫, "加工層における X 線残留応力解析に関する研究", 学位論文 (1982).
- (10) I. C. Noyan, "Equilibrium Conditions for the Average Stresses Measured by X-Rays", Metallurgical Transactions Physical Metallurgy and Material A, Vol.14, No. 9, pp.1907-1914 (1983).
- (11) V. Hauk, E. Macherauch, "A Useful Guide for X-ray Stress Evaluation (XSE)", Advances in X-ray Analysis, Vol.27, pp.81-99 (1984).
- (12) 大谷眞一, 吉岡靖夫, "PSPC 方式の X 線応力測定における回折線の補正", 材料, Vol.38, No.429, pp.617-622 (1989).
- (13) 吉岡靖夫, 大谷眞一, 新開毅, "イメージングプレートでの細束 X 線解析への適用", 非破壊検査, Vol.39, No 8, pp.666-671 (1990).
- (14) 松村源太郎訳, "新版カリティ X 線回折要論", アグネ (1991).
- (15) 後藤時政, "二次元検出器イメージングプレートを用いた粗大結晶粒または集合組織を有する材料の X 線測定法開発に関する基礎的研究", 学位論文 (1994).
- (16) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "2 次元的 X 線検出器イメージングプレートを用いた全平面応力成分の単一入射 X 線応力測定", 材料, Vol.44, No.504, pp.1138-1143 (1995).
- (17) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "イメージングプレートによる二次元検出回折像を用いた X 線三軸応力解析", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.590, pp.2288-2295 (1995).
- (18) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, 安川昇一, "イメージングプレートを用いた粗大結晶粒材料の X 線マクロ応力測定", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.607, pp.533-541 (1997).
- (19) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "イメージングプレートを用いた X 線の残留応力のコンピュータトモグラフィ", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.614, pp.2196-2204 (1997).
- (20) 日本材料学会, "X 線応力測定法標準", 養賢堂 (2002).
- (21) 田中啓介, 鈴木賢二, 秋庭義明, "残留応力の X 線評価-基礎と応用-", 養賢堂 (2006).

第 4 章 粗大結晶粒材料測定への対応

4.1. 緒言

X 線応力測定^{(1)~(11)}において、X 線照射範囲内に十分な数の結晶粒が必要であることは既知であり、その数は研究者によって差はあるが、概ね 1 万個以上の結晶粒があれば測定には十分であるとされている。IP^{(12)~(14)}を用いた $\cos\alpha$ 法^{(15)~(18)} による応力測定は、連続的な回折環を得ることが重要であるが、十分な数の結晶が得られない粗大結晶粒材料では、回折環が斑点状となってしまう、測定精度の悪化が懸念されている。

十分な数の結晶を得るための方法として、 $\sin^2\psi$ 法では入射角揺動法⁽¹⁹⁾が提案され、 $\cos\alpha$ 法では試料平面揺動法⁽²⁰⁾⁽²¹⁾などが提案されている。X 線入射角揺動法は、X 線の入射角以外の光学的条件を一定に保ちつつ、露光中に入射角 ψ_0 を揺動することで、回折に寄与する結晶粒の数を増加させる方法である。実現のためには、X 線の照射点に回転中心を有するステージが必要となるが、従来の $\sin^2\psi$ 法とは異なり、必要な揺動範囲は半価幅の 2 倍程度の ± 5 度でよい、小型のゴニオステージで十分という利点を有する。Fig. 4-1 に光学系を示す。

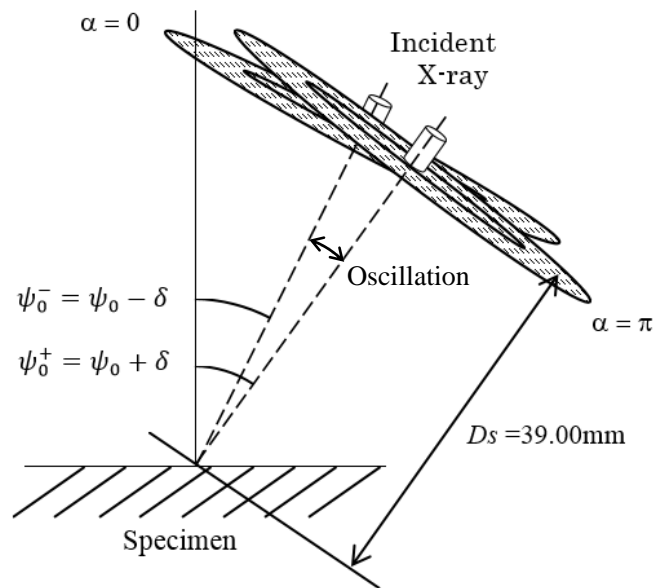


Fig. 4-1 Schematic diagram of the X-ray incident angle (ψ_0) oscillation.

ただし、 δ は揺動範囲、 D_s は揺動ステージの回転中心とIPまでの距離である。

ここで揺動ステージの回転中心までの距離と異なる距離に試料を設置した場合、つまり試料距離のミスセットにおける測定誤差を、簡単なモデルを作り述べることにする。X線の入射角 ψ_0 を 30° 、揺動範囲 δ を 5° とすると、ミスセットが生じるとFig. 4-2に示すように、入射角 25° と 35° でIP上に露光された回折環の大きさが変化する。ただし、 D_m は試料をセットしたときの D_s との誤差である。試験片から連続的な回折環が得られる場合、入射角揺動を行いながらX線を試料に照射しIPに露光された回折環は、入射角により回折環の大きさが変化するため、Fig. 4-3に示すように半価幅は広がるが応力に与える影響は少ない。粗大結晶粒材料からの回折環は斑点状になるため、仮定として粗大結晶からなる無ひずみ試料を用い、試料を D_s から D_m だけミスセットさせ、入射角揺動を行いながらX線を試料に照射したとき、入射角 25° の時 $\alpha=0$ 方向、入射角 35° の時 $\alpha=\pi$ 方向でのみ回折が得られ、以外の α 角では回折が得られなかったとする(Fig. 4-4).

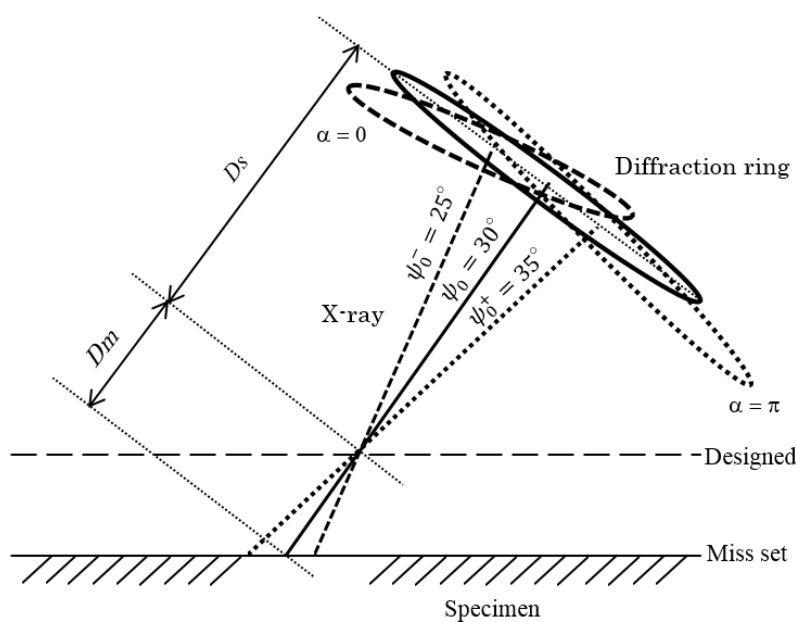


Fig. 4-2 Schematic diagram of the diffraction ring when the changing distance of sample and imaging plate by the incident angle (ψ_0) oscillation.

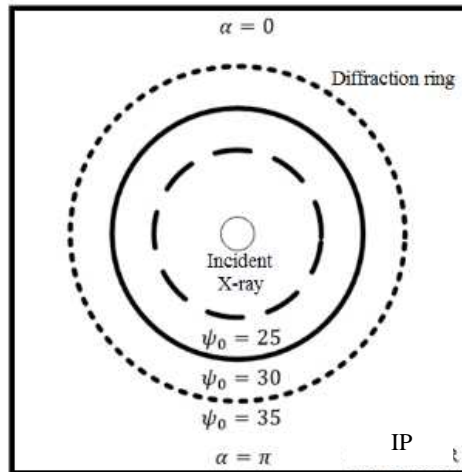


Fig. 4-3 Incident angle oscillation when misalignment of sample and imaging plate (IP) using continuous diffraction ring specimen.

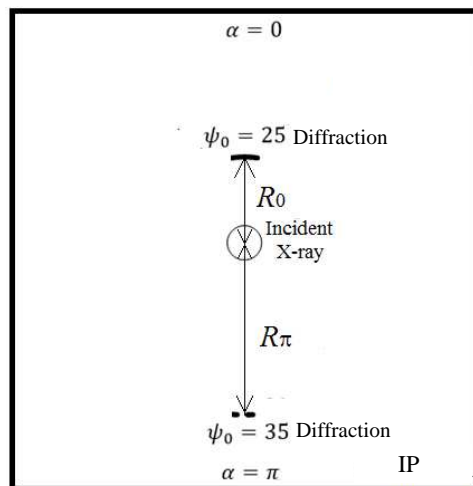


Fig. 4-4 Incident angle oscillation when misalignment of sample and imaging plate (IP) using speckled diffraction ring specimen.

ただし、 R_0 は $\alpha = 0$ 方向のピーク位置、 R_π は $\alpha = \pi$ 方向のピーク位置である。このとき R_0 と R_π は

$$R_0 = \left\{ Ds + Dm * \left(\frac{\cos(30\text{deg.})}{\cos(25\text{deg.})} \right) \right\} \times \tan 2\eta$$

$$R_\pi = \left\{ Ds + Dm * \left(\frac{\cos(30\text{deg.})}{\cos(35\text{deg.})} \right) \right\} \times \tan 2\eta$$
(4-1)

となる。ただし、 η はBragg角 θ の余角である。Braggの条件を用い、回折環上の任意の回転角 α におけるピーク位置 R_α からはずみ ε_α を求めると

$$\varepsilon_{\alpha} = \frac{1}{2} \left\{ 2\eta + \tan^{-1} \left(\frac{R_{\alpha}}{D_S} \right) \right\} \cot \theta_0 \quad (4-2)$$

となり， $\cos\alpha$ 法の基礎式における $\alpha = 0$ となる a_1 は，

$$a_1 = \frac{1}{2} \left\{ \tan^{-1} \left(\frac{R_0}{D_S} \right) - \tan^{-1} \left(\frac{R_{\pi}}{D_S} \right) \right\} \cot \theta_0 \quad (4-3)$$

で表される．ここで X 線管のターゲットを Cr とし，無ひずみの α Fe の粉末試料を用い， $D_S=39.0\text{mm}$ とした場合，ミスセットが応力値に与える影響をシミュレーションした結果を Fig. 4-5 に示す．ただし，X 線の弾性定数は，X 線応力測定法標準の $E/(1+\nu) = 1.75 \times 10^5 \text{ MPa}$ を用いて計算した．

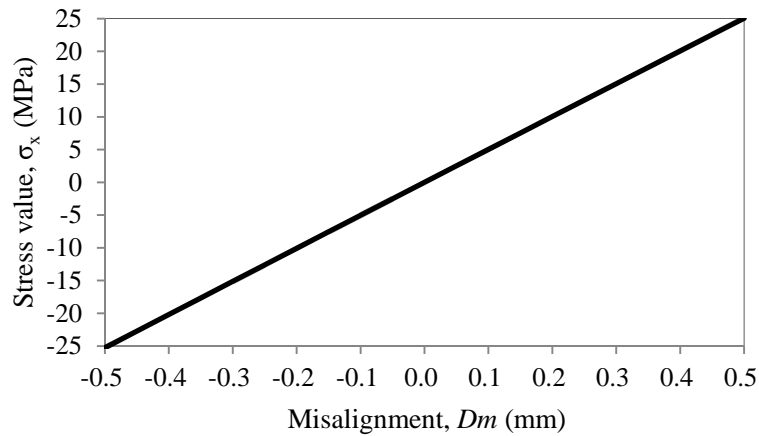


Fig. 4-5 Simulation of the relationship between the misalignment distance 39.00mm of sample and imaging plate and stress measurements.

ミスセット距離 D_m と応力値 σ_x の関係は次式を得た．

$$\sigma_x = 50.31 \times D_m \quad (4-4)$$

つまり入射角揺動法を用いた応力測定は，ステージの回転中心までの距離 $D_S=39.0\text{mm}$ において， 1mm のミスセットが与える測定誤差は，約 50MPa となるシミュレーション結果が得られた．

次に試料平面揺動法であるが，試料平面揺動法は照射点以外の光学的条件を一定に保ちつつ，試料を試料平面に平行に移動させ照射面積を増やすことで，回折に寄与する結晶粒の数を増加させる方法である．光学系を Fig. 4-6 に示す．試料平面揺動法は，照射面積が大きくなり平面解像度が低下する欠点がある．その欠点を補うため，CT(Computed tomography)法^{(22)~(24)}が提案されている．CT法の概念図を Fig. 4-7 に示す．

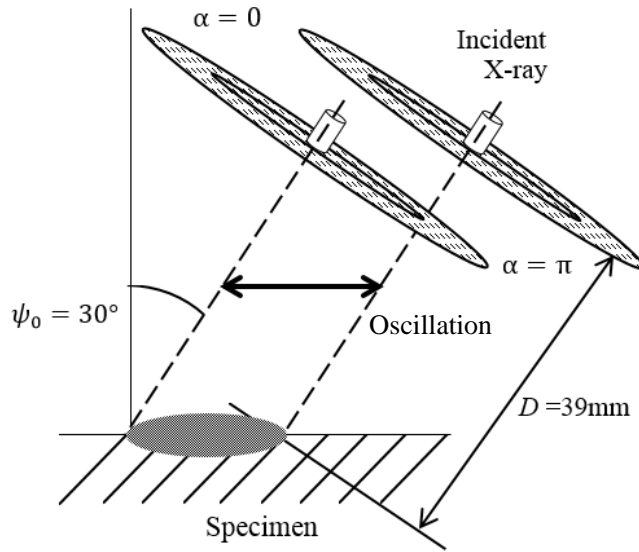


Fig. 4-6 Schematic diagram of the X-ray plane oscillation method.

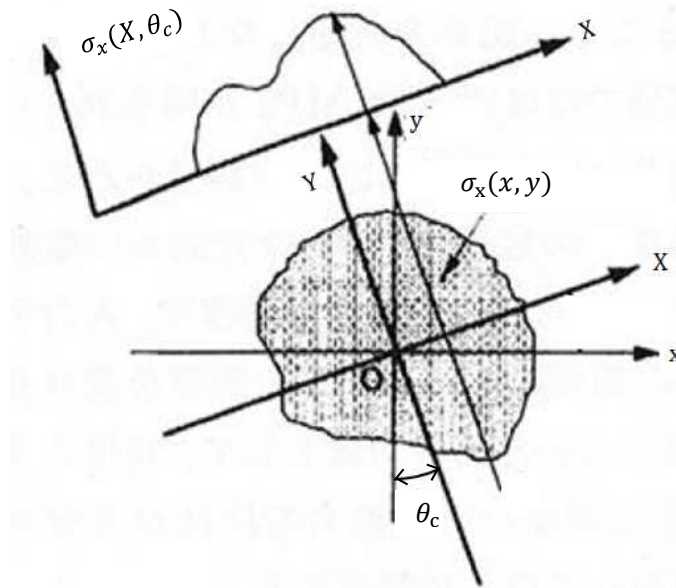


Fig. 4-7 Principle of computerized tomography (CT) ⁽²³⁾.

ライン揺動(試料平面に対し一軸に揺動)を行った結果は、照射線上の平均応力であると考えられ、この平均応力を $\sigma_x(X, \theta_c)$ とし、簡単のため照射面の幅は一定であると仮定すると

$$\sigma_x(X, \theta_c) = \frac{\int \sigma_x(x, y) dY}{l(X, \theta_c)} \quad (4-5)$$

となる。ただし、 θ_c は応力測定方向とライン揺動方向のなす角、 $l(X, \theta_c)$ は試料上のライン揺動の長さ、 $\sigma_x(x, y)$ は測定面内の応力分布である。X および θ_c が異なったラインの平均応

力は、CT における断層像と同等と考えられる。そのため CT 理論の断層画像の再構成を経て応力分布を推定可能であり、かつライン揺動により回折に寄与する結晶の数を増やすことで、測定信頼性を上げながら揺動範囲内の応力分布も推定可能となる。

ライン揺動によって得られた $\sigma_x(X, \theta_c)$ から、平面応力分布である $\sigma_x(x, y)$ の再構成には、CT 理論による標準的な逆投影法である BP(Back projection)法を適用した。さらに応用として AFBP(Active filtered back projection)法を考案した。

AFBP 法は、以下の手順により再構成を行う方法である。

- (1) 得られた $\sigma_x(X, \theta_c)$ をフーリエ変換する。
- (2) 任意のカットオフ周波数の $H(\omega) = |\omega|$ 関数 (Fig. 4-8) にて、フィルタ処理をする。
- (3) フーリエ逆変換をした結果を用いて逆投影を行い、 $\sigma_x(x, y)$ を再構成する。
- (4) 再構成した $\sigma_x(x, y)$ から、計算により擬似的にライン揺動した $\sigma'_x(X, \theta_c)$ を作成する。
- (5) $\sigma_x(X, \theta_c)$ と $\sigma'_x(X, \theta_c)$ の誤差が最小となるように、 $H(\omega) = |\omega|$ 関数のカットオフ周波数やスケールを適宜調整し再計算する。

本章では、これまでの研究で開発した装置を用い X 線入射角揺動法を $\cos\alpha$ 法に適用し、効果を確認し、試料距離のミスセットが応力に与える影響を実験により確認した。また試料平面揺動法と共に、CT 理論による標準的な BP 法と、新しい AFBP 法にて平面応力分布の再構成を行い、平面解像度向上の効果を実験により確認を行った。

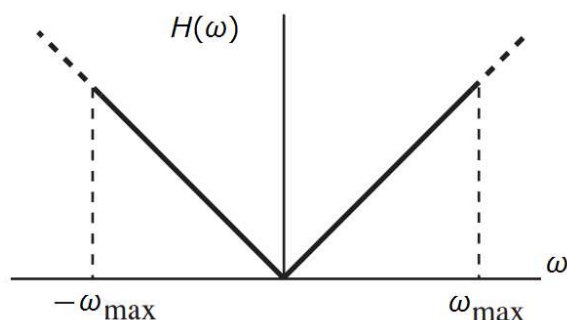


Fig. 4-8 Filtered function of the active feedback projection (AFBP) method in this study.

4.2. 実験方法

4.2.1. 供試材

入射角揺動や試料平面揺動の効果を確認する目的で、比較的結晶が大きく、熱処理を行わず橋梁や建築で多用される、一般構造用圧延鋼板(JIS G3101)SS400 を 2 つ用意した。SS400

の化学成分比を Table 4-1 に示す. 試験片 1 は, フライス盤を用いて, 長さ 140mm×幅 40mm×厚さ 3mm に加工し, その後粒度 1000 の研磨布紙にて研磨を行った. その後, 直径 5mm のマスキングテープを貼り, 10% 食塩水にて電流 0.6A で 150 秒電解研磨を行った. 試験片 1 を Fig. 4-9 に示す. 電解研磨した部分を, キーエンス製(JL-V7020)を用いて, 深さ測定した結果を Fig. 4-10 に示す.

Table 4-1 Specification of SS400.

Chemical composition (wt. %)				
C	Si	Mn	P	S
-	-	-	≤0.050	≤0.050

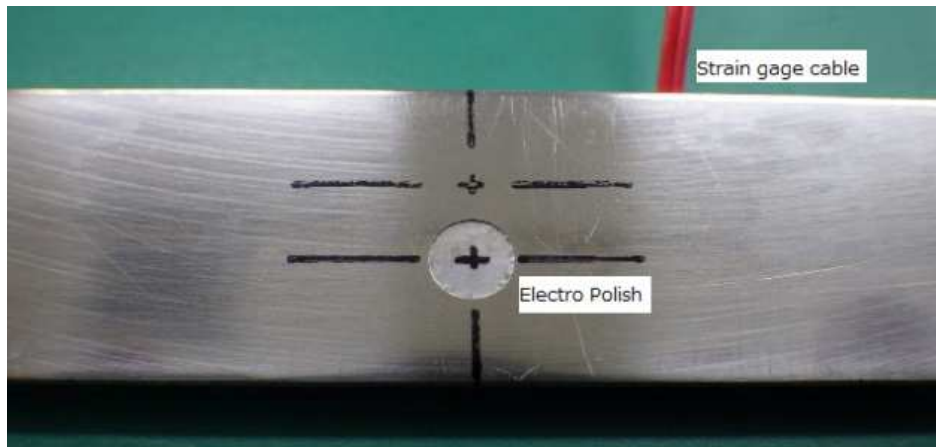


Fig. 4-9 Test piece 1 for four-points bending test.

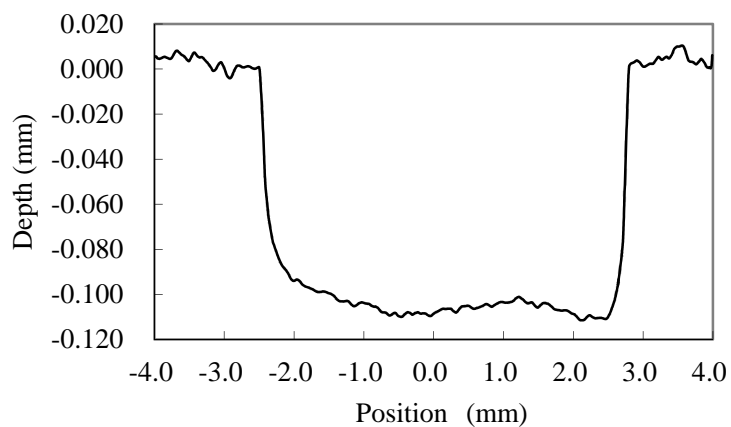


Fig. 4-10 Depth level of the each points after electropolished for test piece 1.

電解研磨により、深さ $100\mu\text{m}\sim 110\mu\text{m}$ 程度加工されていることを確認した。実験終了後、試験片を切断し断面から組織観察を行った結果を Fig. 4-11 に示す。左側が加工面で、右側が電解研磨面となる。電解研磨面や鋼材内部の結晶粒径は、 $30\mu\text{m}$ 程度となっているのに対し、加工面の表面層は結晶が微細化し、 $10\mu\text{m}$ 以下となっていることが確認された。

試験片 2 は、試験片 1 同様にフライス盤を用いて、長さ $140\text{mm}\times$ 幅 $40\text{mm}\times$ 厚さ 3mm に加工し、その後粒度 1000 の研磨布紙にて研磨を行い、直径 40mm のマスキングテープを貼り、深さ約 $100\mu\text{m}$ になるように電解研磨を行った。その後 [KH] の形状のマスキングテープを貼り、ブラスト処理を施した。また応力の絶対値を確認する目的で [KH] の上下に、直径 4mm のマスキングテープを貼り、ブラスト処理時間を変えて施した。ブラスト処理後、平面揺動範囲を制限する目的で、直径 39mm の外を塩化ビニールテープでマスクした。試験片 2 を Fig. 4-12 に示す。

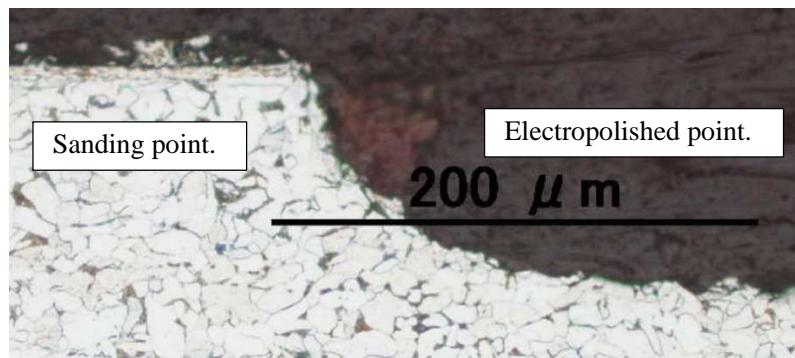
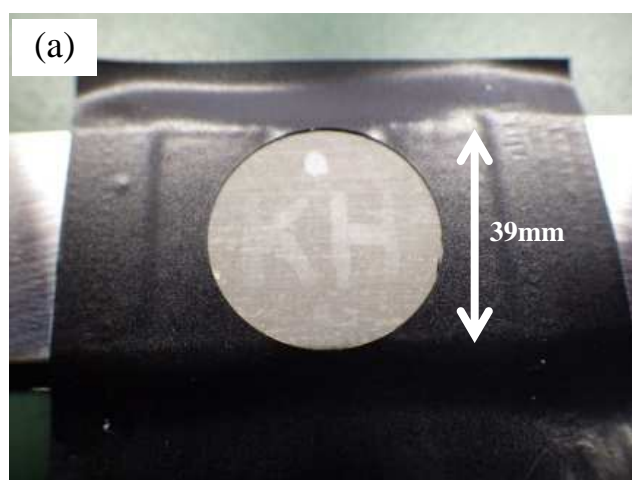


Fig. 4-11 Structure observation.



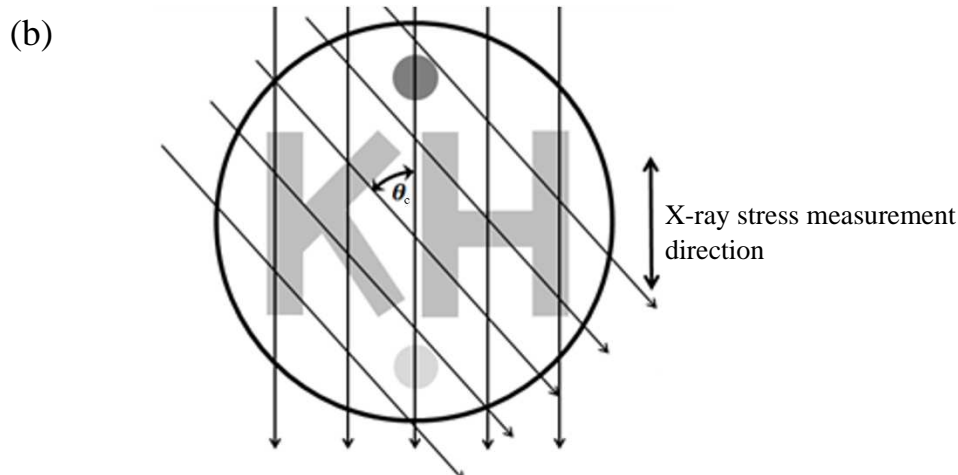


Fig. 4-12 Test piece for the X-ray stress distribution measurement. (a) Photograph of the test piece 1 after shot blasting. (b) Explanation of the shot blast pattern and line oscillation tracks.

4.2.2. 測定条件

装置の測定条件を Table 4-2 のように設定し応力測定を行った。X 線入射角揺動法の実験は、コリメータの直径を 1.0mm とし、露光時間は $\psi_0 = 30 \pm 5$ 度の揺動が完了する 42 秒に設定した。試料平面揺動法の実験は、平面解像度向上のため、コリメータの直径を 0.3mm とし、X 線の強度不足を補うため露光時間を 120 秒に設定した。ただし、本章では揺動による測定精度の改善効果の確認を行うことを目的とするため、X 線の弾性定数は、X 線応力測定法標準の 1.75×10^5 MPa を用いた。X 線入射角揺動法による測定精度の向上を検証する目的で、Fig. 4-13 の入射角揺動ステージ(回転中心を試料距離 39mm で設計し、入射角 $\psi_0 = 30 \pm 5^\circ$ で電動揺動可能)を作成し実験に用いた。

Table 4-2 Measurement specifications.

Oscillation method	ψ_0 oscillation	plane oscillation
Characteristic X-ray		Cr
X-ray tube voltage (kV)		30
X-ray tube current (mA)		1.0
Exposure time (sec)	42	120
Incident angle, ψ_0 (deg)	30 ± 5	30 (Fixed)
Measurement range (mm)	Point (Fixed)	Line
Collimator (mm)	$\varnothing 1.0$	$\varnothing 0.3$
X-ray erastic constant $E/(1+\nu)$ (Mpa)		1.75×10^5
Determination method of peak angle		full-width at half maximum
$2\theta_0$ (deg)		156.4
Stress calculation method		$\cos\alpha$

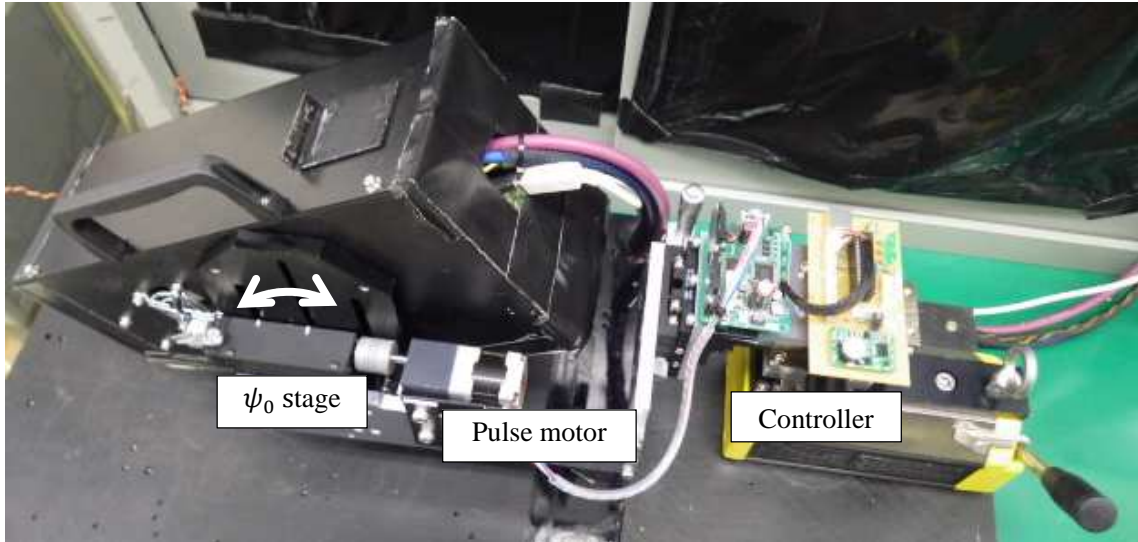


Fig. 4-13 X-ray stress measurement device for the incident angle oscillation method.

なお $\cos\alpha$ 法の応力定数 K は、次式で表されるが

$$K = -\frac{E}{1 + \nu} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} \quad (4-6)$$

揺動により入射角 ψ_0 が 30 ± 5 度と変化するため、応力定数 K を次式にて計算を行った。

$$K = -\frac{E}{2(1 + \nu)} \frac{1}{\sin 2\eta} \left(\frac{1}{\sin(2 * 35\text{deg.})} + \frac{1}{\sin(2 * 25\text{deg.})} \right) \quad (4-7)$$

$$= -5.18 \times 10^5$$

X線入射角揺動法の精度検証には、Fig. 4-14の構造の四点曲げ負荷試験装置を用いて行った。なお、ひずみゲージから応力に換算するヤング率は、一般的な鉄鋼材料の代表値である 206GPa を用いた。

次に、試料平面揺動法の適用による測定精度の向上を検証する目的で、Fig. 4-15の試料を動かすステージを製作し、CT法の確認も合わせて行うため試料平面揺動は1軸のライン揺動とした。

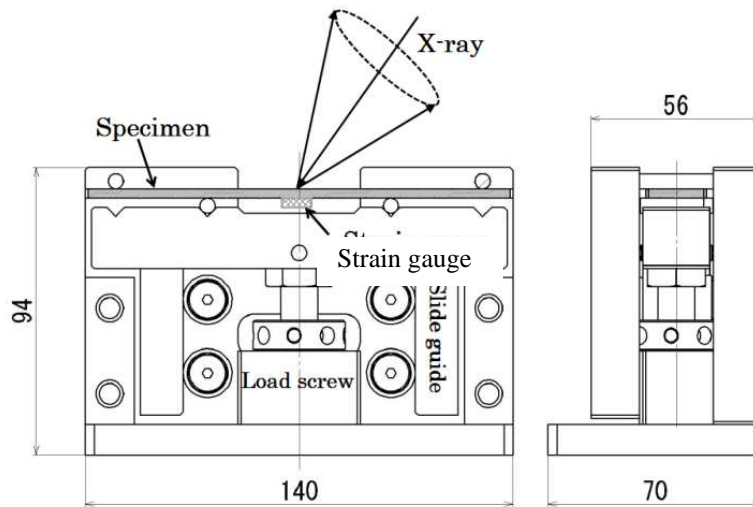


Fig. 4-14 Structure of the four-points bending machine

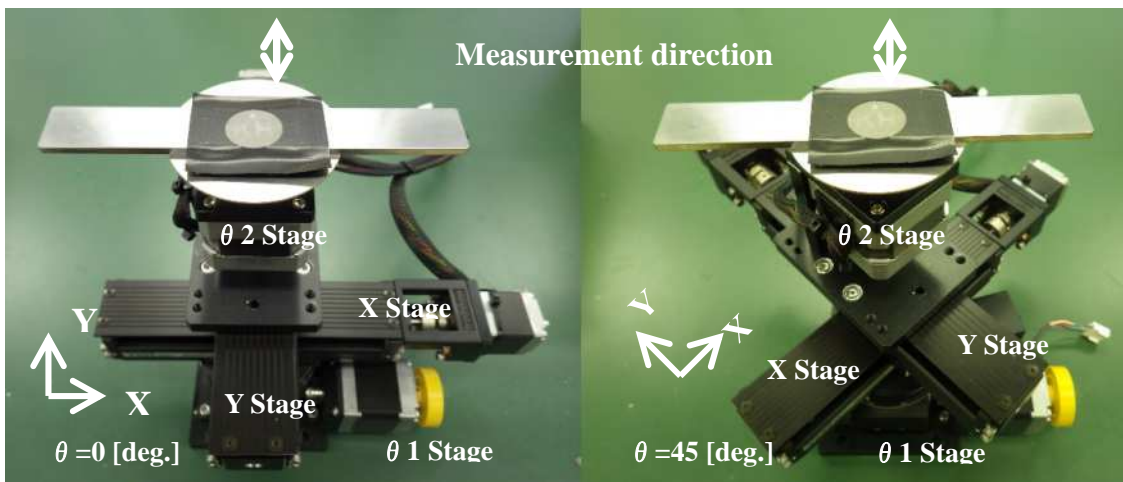


Fig. 4-15 Sample XY stage for the line oscillation method.

本来 X,Y ステージのみでライン揺動は可能であるが，CT法の適用に際し簡単のため，回転ステージを X,Y ステージの上下に配置し，応力測定方向はそのままにライン揺動を揺動方向によらず Y ステージのみで行えるようにした．なおステージの送り速度は，露光時間である 120 秒となるように設定した．

4.3 . 実験的検証

4.3.1. X線入射角揺動法

4.3.1.1. 効果の確認

X線入射角揺動法の有効性を検証する目的で、試験片1を用い実験を行った。まず入射角揺動を行わず、加工面にX線を照射し、得られた結果をFig. 4-16に示す。若干ピーク強度の強弱が見られるが、全体的に連続した回折環が得られ、 $\cos\alpha$ 線図も良好な直線関係が得られていることから測定精度は高いと判断される。電解研磨面にX線を照射し、得られた結果をFig. 4-17に示す。電解研磨面では十分な数の結晶粒からの回折が得られず回折環が斑点状になり、かつ $\cos\alpha$ 線図の直線性が失われていることから応力の測定精度の低下が見てとれる。次に入射角揺動ステージを用いて揺動を行い、測定精度が向上するか確認を行った。入射角揺動ステージの回転中心は、試料距離39.00mmとして設計されているため、LEDとカメラによる三角測量にて、試料距離を 39.00 ± 0.01 以内になるように設置した。入射角揺動を行いながら電解研磨面にX線を照射し、得られた結果をFig. 4-18に示す。入射角揺動により、多くの結晶粒からの回折を得て、回折環の斑点は軽減され連続的となり、かつ $\cos\alpha$ 線図の直線性も改善し測定精度の向上が見てとれる。

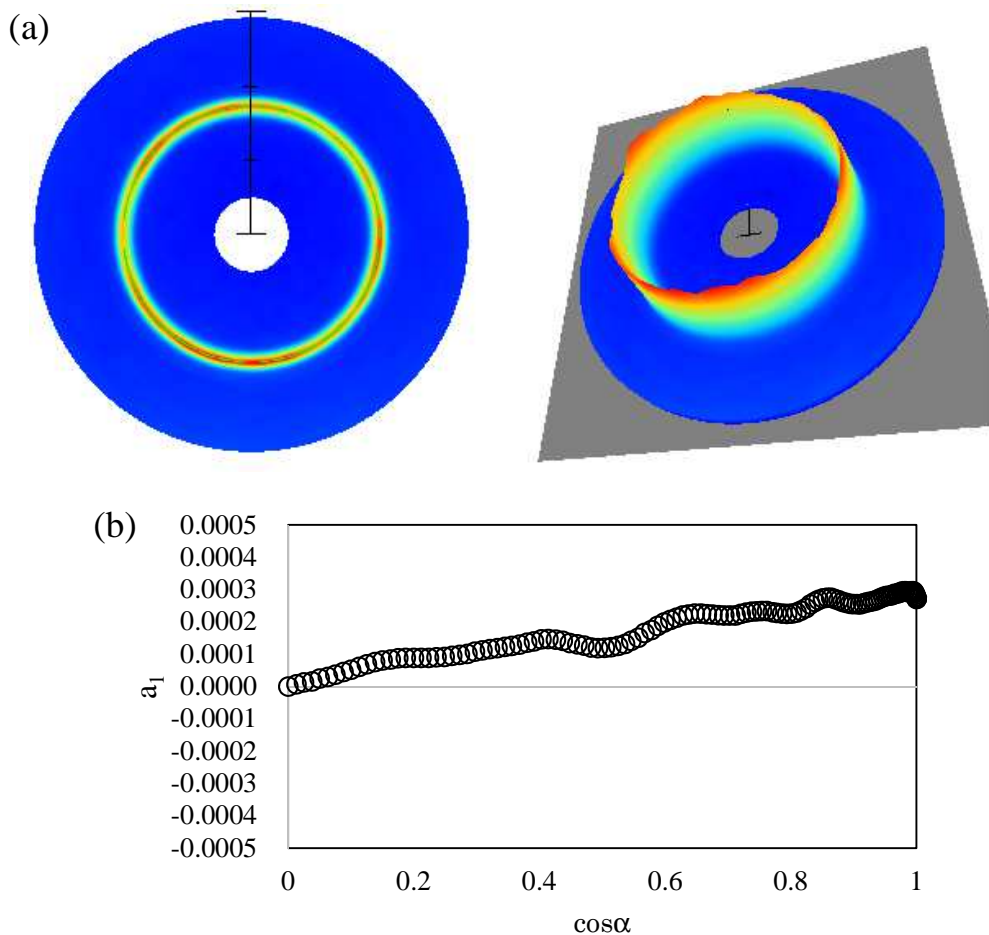


Fig. 4-16 X-ray irradiation without the incident angle oscillation for test piece 1 (sanding point).

(a) Captured image of the imaging plate. (b) $\cos\alpha$ diagram.

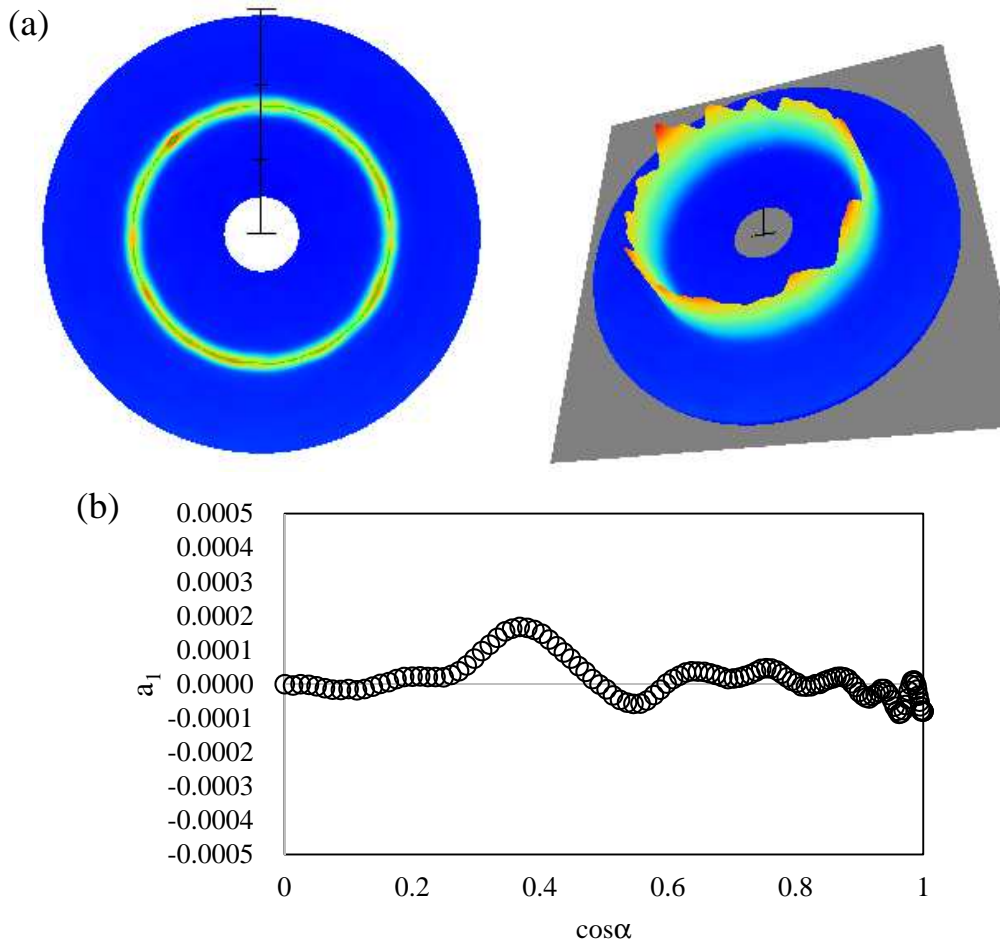
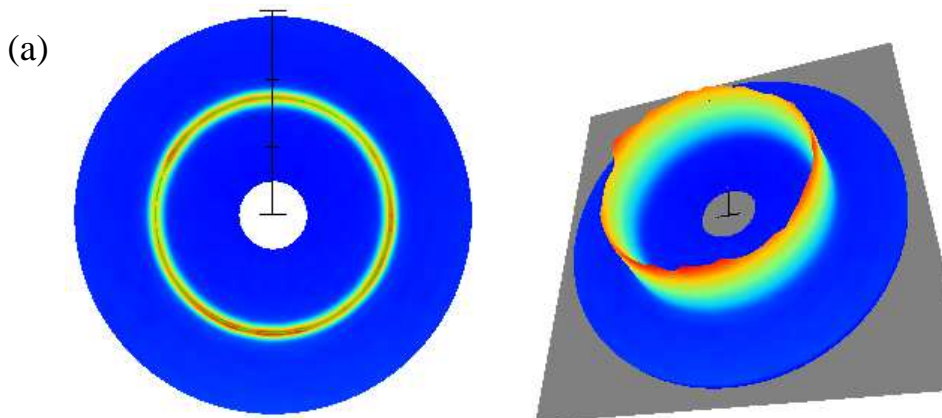


Fig. 4-17 X-ray irradiation without the incident angle oscillation for test piece 1 (electropolished point). (a) Captured image of the imaging plate. (b) $\cos\alpha$ diagram.



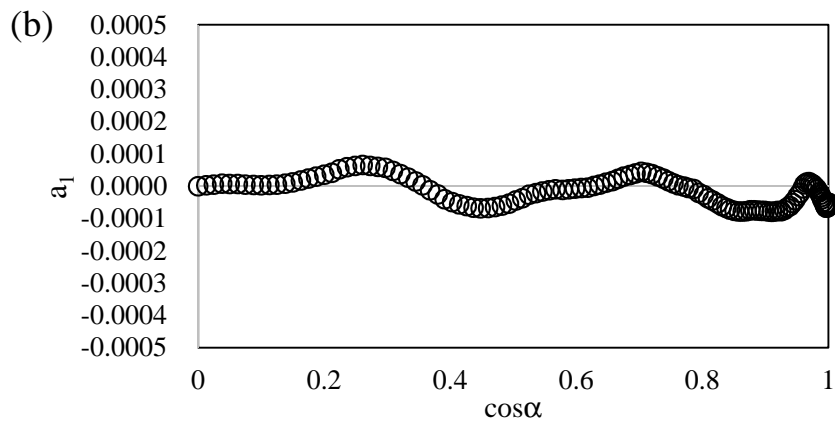


Fig. 4-18 X-ray irradiation with the incident angle oscillation for test piece 1 (electropolished point).

(a) Captured image of the imaging plate. (b) $\cos\alpha$ diagram.

4.3.1.2. ミスセットが応力に与える影響

X線入射角揺動法適用時に、試料距離のミスセットが応力に与える影響を検証する目的で、試験片の電解研磨面と連続的な回折環が得られる粉末を用いて、X線入射角揺動法を用い、試料距離を変更しながら測定を行った結果を Fig. 4-19 に示す。連続的な回折環が得られる粉末では、試料距離を変えても応力値が変わらず、予測された結果が得られた。試験片 1 の電解研磨面では、試料距離のミスセット $\pm 0.5\text{mm}$ 以内の範囲では測定値が変わらない許容範囲があり、 $\pm 0.5\text{mm}$ 以上ではミスセット 1mm につき約 40MPa 応力値に影響を与える結果となった。これは事前のシミュレーションより影響が少ない結果となったが、より粗大な結晶粒の試験片では試料距離のミスセットの許容範囲が狭くなり、かつシミュレーション値に近くなると考えられるが、実際の鋼材においてミスセットが許容できるという知見を得た。

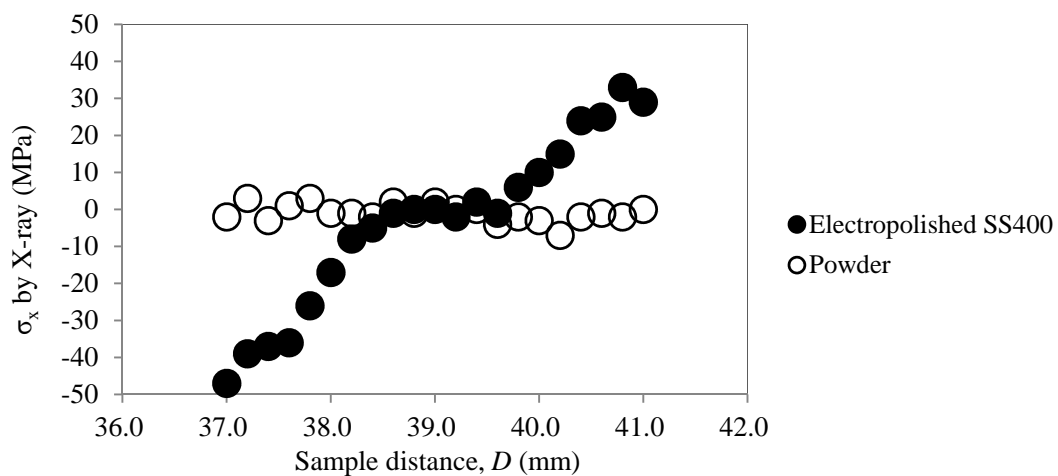


Fig. 4-19 Influence of misalignment in the stress measurement with the incident angle oscillation.

4.3.1.3. 四点曲げ負荷試験

最初に X 線入射角揺動法を適用しないで、四点曲げ負荷試験装置により応力を負荷しながらひずみゲージと比較測定した結果を Fig. 4-20 に示す。電解研磨面については、 $R^2 = 0.908$ と比較的相関が低く、ひずみゲージとの誤差の最大値は、28MPa となった。加工面では、ひずみゲージとの相関係数 $R^2 = 0.998$ と、高い相関が得られたが、無負荷でも加工による残留応力の影響で、X 線応力測定の結果が-156MPa とオフセットした結果となった。これは表面改質処理等による残留応力測定目的では問題ないが、構造的な応力測定には適していないといえる。逆に電解研磨面については、無負荷での応力は-19MPa となっており、加工による応力が除去され、構造的な応力を示していると考えられる。

次に X 線入射角揺動法を適用して測定した結果を Fig. 4-21 に示す。加工面では連続的な回折環が得られているため入射角揺動の有無で、得られた応力値に変化は見取れない。しかし電解研磨面では $R^2 = 0.908 \rightarrow 0.995$ と改善され、ひずみゲージとの誤差の最大値は 9MPa と改善された。

入射角揺動は、試料距離を正しく設置する必要があるが、結晶粒が比較的大きく回折環が斑点状になる試験片において、測定精度の向上に有効な手段であることが確認され、必要に応じて揺動の有無を使い分けることで、高精度な測定が可能であるという知見が得られた。

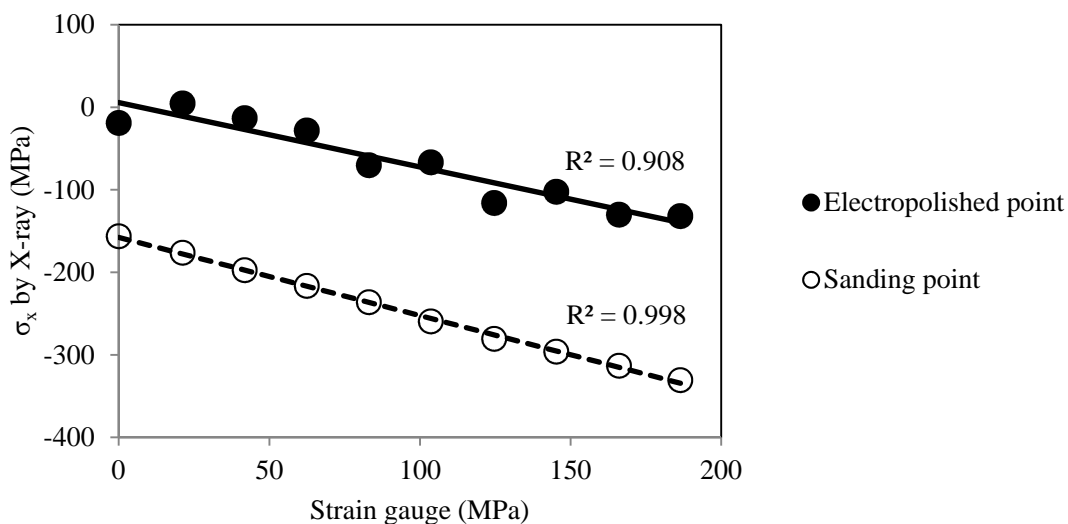


Fig. 4-20 Relationship between the X-ray stress measurement without the incident angle oscillation and the strain gauge measurement results.

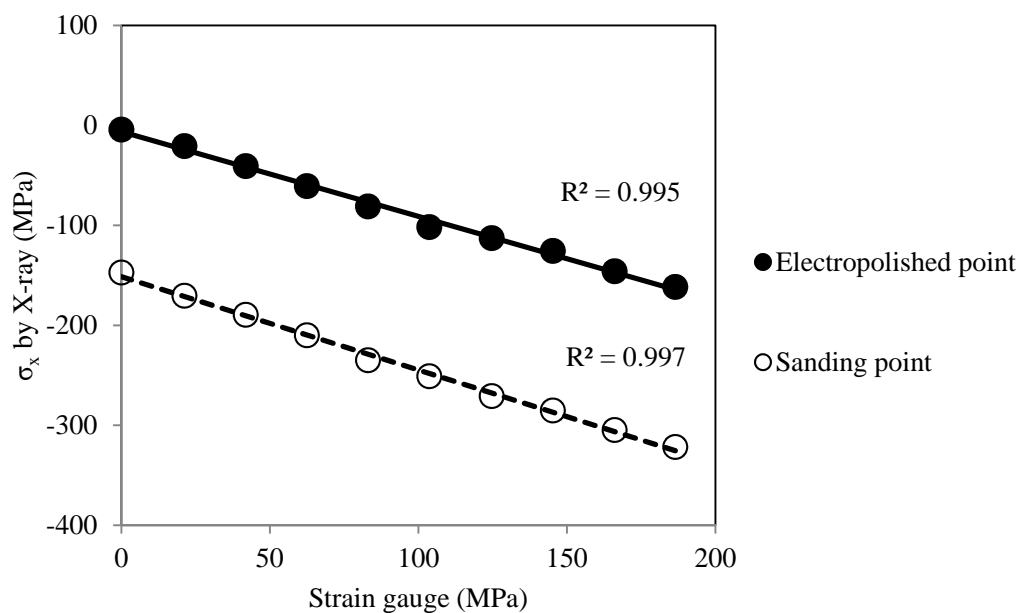


Fig. 4-21 Relationship between the X-ray stress measurement with the incident angle oscillation and the strain gauge measurement results.

4.3.1.4. 応力分布測定

粗大結晶粒材料の応力の平面分布測定を行うに際し、試験片 2 を用い X 線入射角揺動法を適用しないで X,Y 方向共に 1mm 間隔で合計 901 回測定し、応力値 σ_x と $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差 $\Delta\sigma_x$ の結果を Fig. 4-22 に示す。 $\Delta\sigma_x$ の全測定点における平均値が 62.4MPa となり、測定精度が低い結果となった。ただしブラスト処理を施した部分については、ブラスト処理により結晶粒が微細化され、回折環の連続性が向上することで、 $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差 $\Delta\sigma_x$ が改善し測定精度が向上していることが見てとれる。

次に X 線入射角揺動法を適用して測定した結果を Fig. 4-23 に示す。入射角揺動を行うことで、 $\Delta\sigma_x$ の平均が 22.4MPa となり測定精度が向上する結果が得られた。

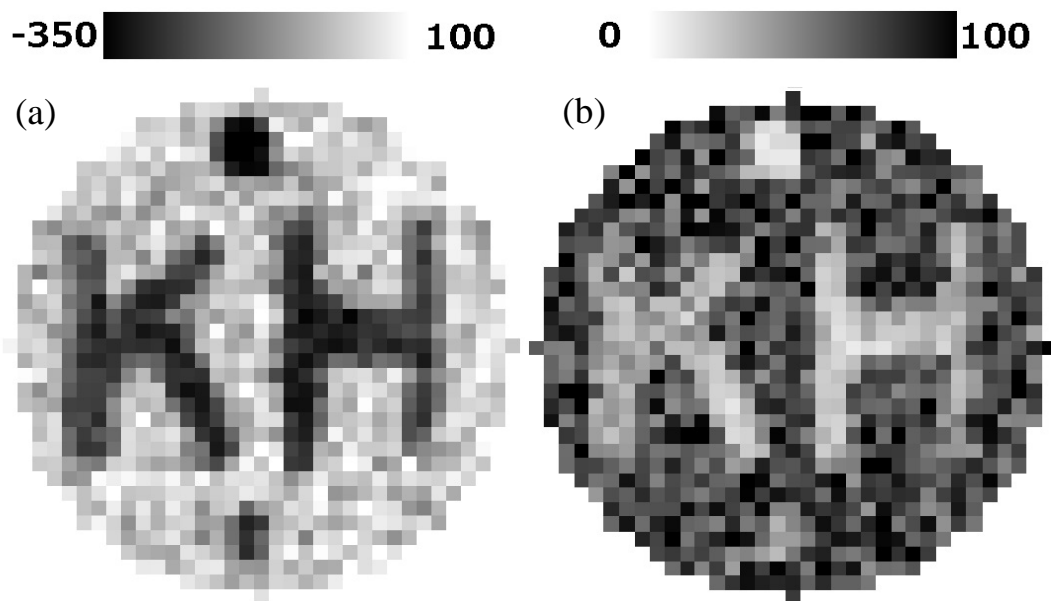


Fig. 4-22 Point by point the X-ray irradiation without the incident angle oscillation for the test piece 2. (a) X-ray stress measurement, σ_x (MPa). (b) Linear approximation error of $\cos\alpha$ diagram, $\Delta\sigma_x$ (MPa).

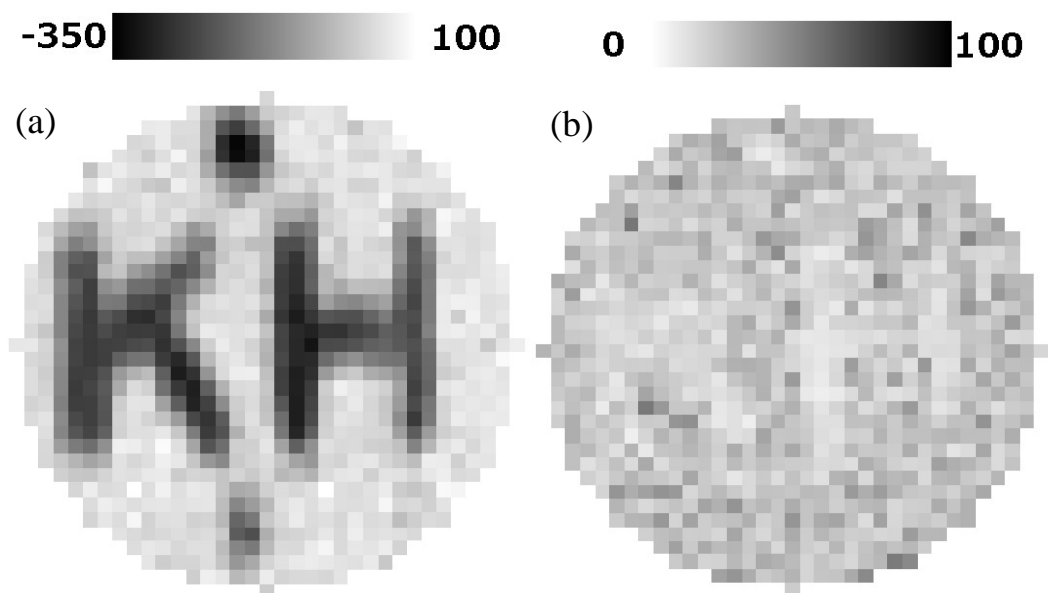


Fig. 4-23 Point by point the X-ray irradiation with the incident angle oscillation for the test piece 2. (a) X-ray stress measurement, σ_x (MPa). (b) Linear approximation error of $\cos\alpha$ diagram, $\Delta\sigma_x$ (MPa).

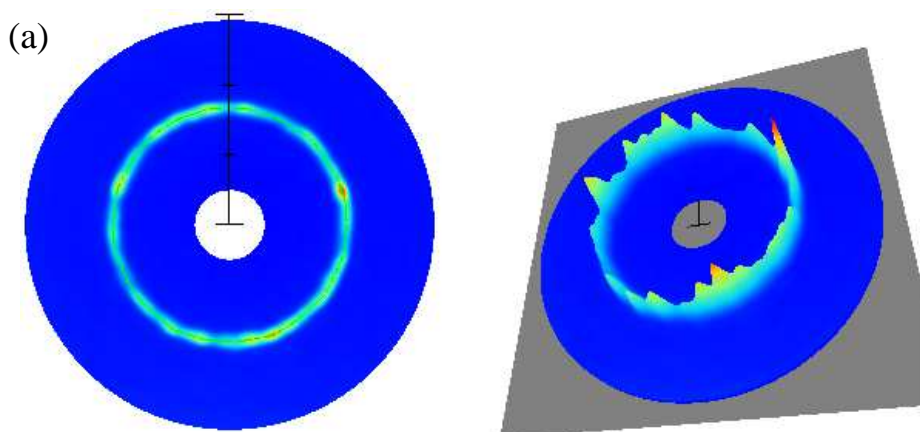
4.3.2. 試料平面揺動法

4.3.2.1. 効果の確認

試料平面揺動法による測定精度の向上を確認する目的で、試験片 2 を用い実験を行った。電解研磨しブラスト処理を施していない部分に揺動を行わずに X 線を照射し、得られた測定結果を Fig. 4-24 に示す。回折環は斑点状となり、 $\cos\alpha$ 線図の直線性が失われ測定精度が低下していることが見てとれる。なお前項までの実験結果よりも回折環が強く斑点状となり、かつ $\cos\alpha$ 線図の直線性が失われているが、これはコリメータの径を 0.3mm と小さくしたことで、回折に寄与する結晶粒の数が少なくなったためと考えられる。

ブラスト処理を施した部分を揺動しないで X 線を照射し得られた測定結果を Fig. 4-25 に示す。ブラスト処理により結晶粒が微細化され、回折環の連続性が向上することで、 $\cos\alpha$ 線図の直線性が改善し測定精度が向上していることが見てとれる。

ブラスト処理が施されていないラインで、ライン揺動しながら X 線を照射し得られた結果を Fig. 4-26 に示す。ライン揺動により回折に寄与する結晶粒の数が増え、回折環の連続性が向上することで、 $\cos\alpha$ 線図の直線性が改善し測定精度が向上していることが見てとれ、ライン揺動は、測定精度の向上に有効な手法であることが本研究でも確認された。



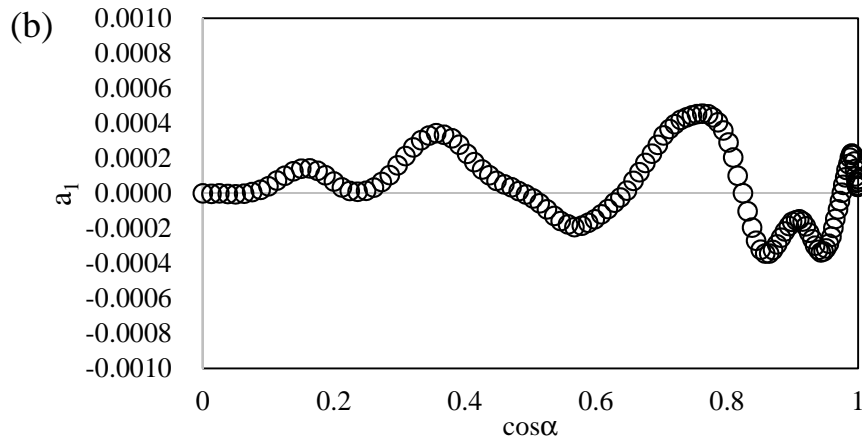


Fig. 4-24 X-ray irradiation without the line oscillation for the test piece 2 (electropolished point).

(a) Captured image of the imaging plate. (b) $\cos\alpha$ diagram.

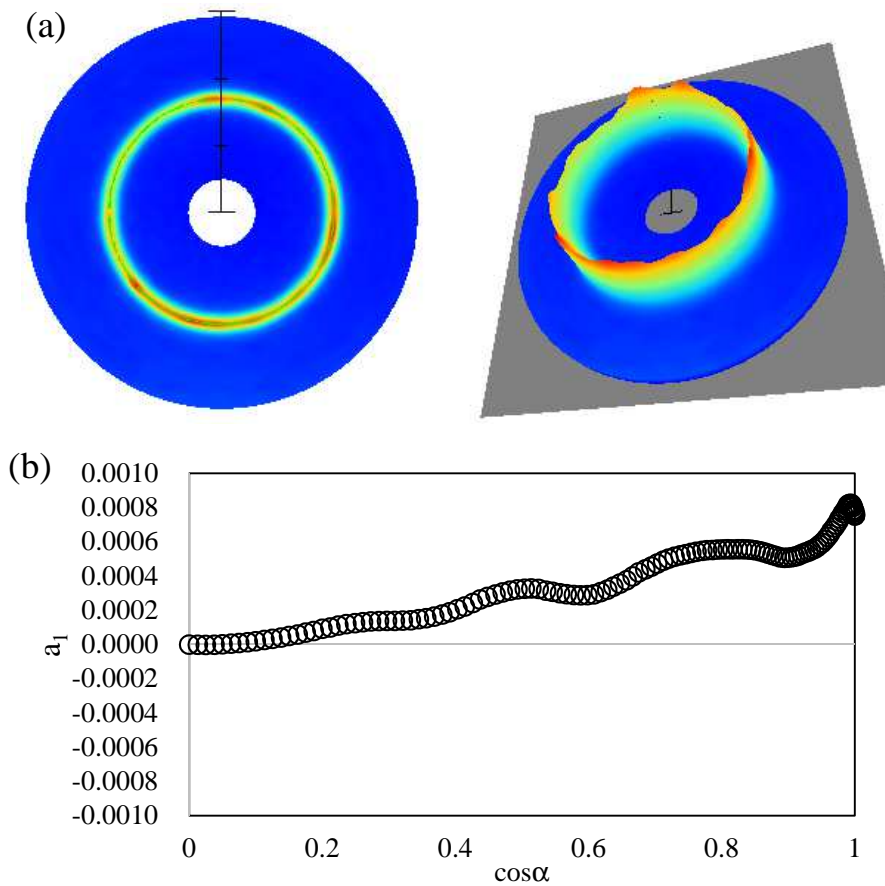


Fig. 4-25 X-ray irradiation without the line oscillation for the test piece 2 (shot blasted point.).

(a) Captured image of the imaging plate. (b) $\cos\alpha$ diagram.

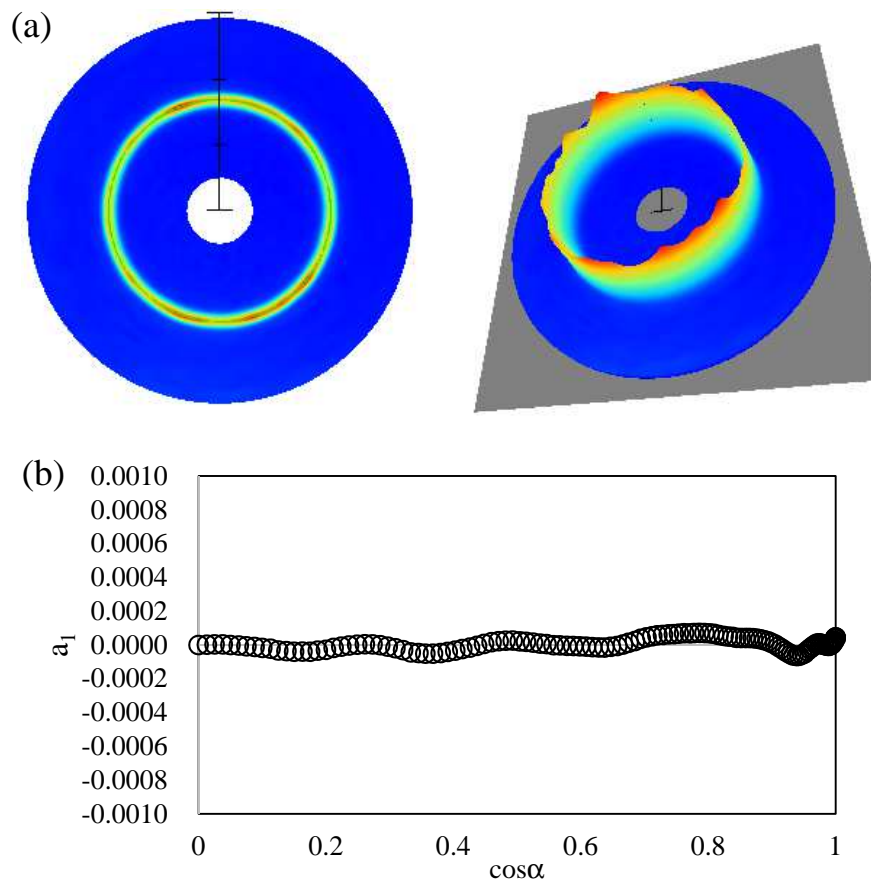


Fig. 4-26 X-ray irradiation with the line oscillation for the test piece 2 (electropolished point).

(a) Captured image of the imaging plate. (b) $\cos\alpha$ diagram.

4.3.2.2. ライン揺動した応力の測定結果

試験片を X 軸上に 1mm 間隔で、 $\theta_c = 0, 90^\circ$ の 2 方向から、Y 軸ステージを用いてライン揺動しながら X 線を照射し、得られた結果を Fig. 4-27 に示す。ライン揺動した結果は、照射線上の平均応力になっていることが見てとれ、試料平面揺動法は X 線の照射した軌跡の平均応力値を高精度に取得できる手法ともいえる。また測定の目的が平面での平均応力である場合にも適用可能といえる。

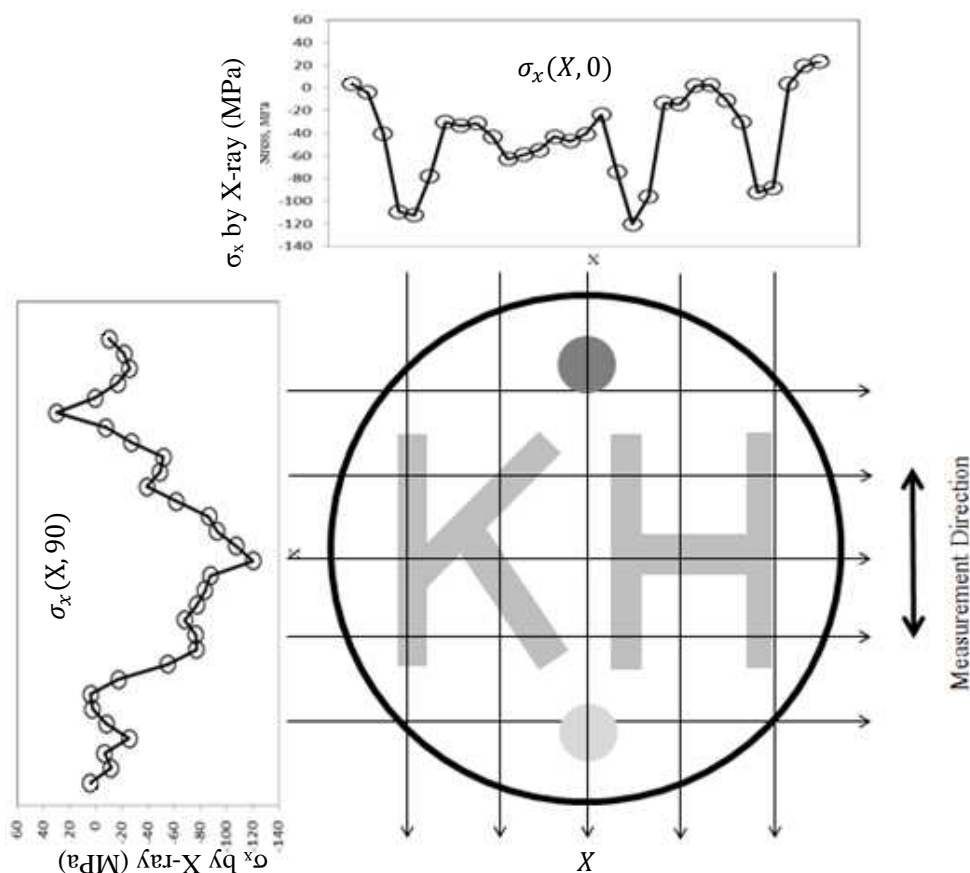


Fig. 4-27 Multiple lines of the X-ray stress measurements with the line oscillation method.

4.3.2.3. CT法による応力分布測定(BP法)

測定回数が X 線入射角揺動法と同等となるように、X 軸ステージを中心から±14mm を 1mm 間隔で、Y 軸ステージを用いて 29 回ライン揺動し、さらに θ_1, θ_2 ステージを 5.76° 間隔で 31 回測定し、合計 899 回のライン揺動測定を行った。標準的な BP 法を用いて逆投影し復元された平面応力分布 $\sigma_x(x, y)$ を 2 次元画像化した結果を Fig. 4-28 に示す。またライン揺動した $\sigma_x(X, \theta_c)$ と、逆投影により復元された平面応力分布から、さらに計算により擬似的にライン揺動した $\sigma'_x(X, \theta_c)$ を比較した結果を Fig. 4-29 に示す。比較的単純な BP 法では、KH の文字は認識できるが平面解像度の低下がみられ、復元精度は低いといえる。また CT 法特有なノイズである、リング状アーチファクトが確認される。

ここで復元精度を表す指標として、測定した $\sigma_x(X, \theta_c)$ と $\sigma'_x(X, \theta_c)$ における、すべての X, θ_c ラインの誤差の絶対値の平均を Ec と定義し、BP 法で復元したとき

$$Ec = 39.1 \text{ (MPa)} \quad (4-8)$$

となった。この値が小さいほど復元精度は高いといえるので今後の指標とした。

-150  50

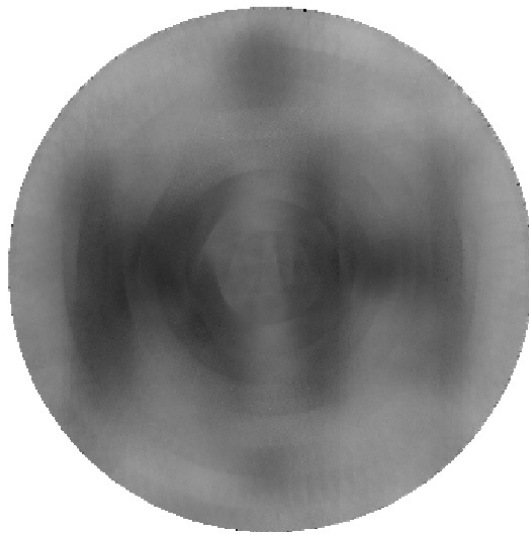


Fig. 4-28 Stress distribution using the conventional back projection (BP) method.

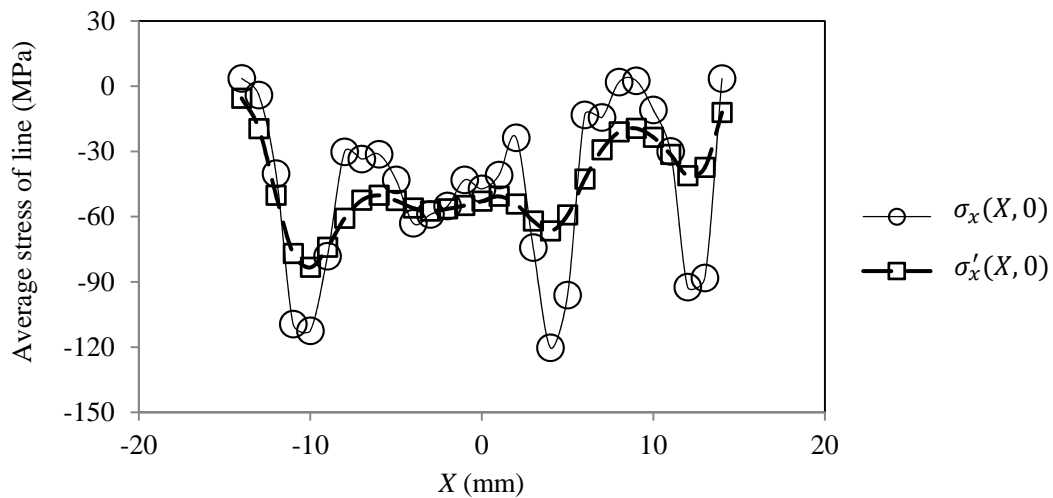


Fig. 4-29 Relationship between the X-ray stress measurement with line oscillation, $\sigma_x(X, 0)$ and the calculated average value of the line from the restored stress distribution using conventional back projection (BP) method, $\sigma'_x(X, 0)$.

4.3.2.4. CT 法による応力分布測定 (AFBP 法)

AFBP 法のカットオフ周波数により平面応力分布の復元精度に与える影響を調査する目的で、カットオフ周波数を変えながら E_c の推移を確認した結果を Fig. 4-30 に示す。カットオフ周波数が 14~15 付近で E_c が最小となり、復元精度が高くなっている。これは X 方向のライン数が 29 であるため、ナイキスト周波数である 14.5 に近い値となったと考えられる。

そこで、ライン揺動した $\sigma_x(X, 0)$ と、カットオフ周波数を 14 として、AFBP 法を適用して得られた $\sigma'_x(X, 0)$ の関係を Fig. 4-31 に示す。AFBP 法の適用により $E_c = 14.9\text{MPa}$ となり、比較的高い精度で復元されたといえる。復元された平面応力分布 $\sigma_x(x, y)$ を 2 次元画像化した結果を Fig. 4-32 に示す。AFBP 法を用いることにより、平面応力分布が明瞭に見られるが [KH] の上下の 2 点において、X 線入射角揺動法と比較し 30MPa 程度の差が認められ定量的な課題が残ることも認められた。今後フィルタ関数等の工夫が必要であるが、入射角揺動ステージを用いず XY ステージのみで、粗大結晶材料の平面応力分布を CT 法により高精度に測定できる可能性を示唆する結果であると推察される。

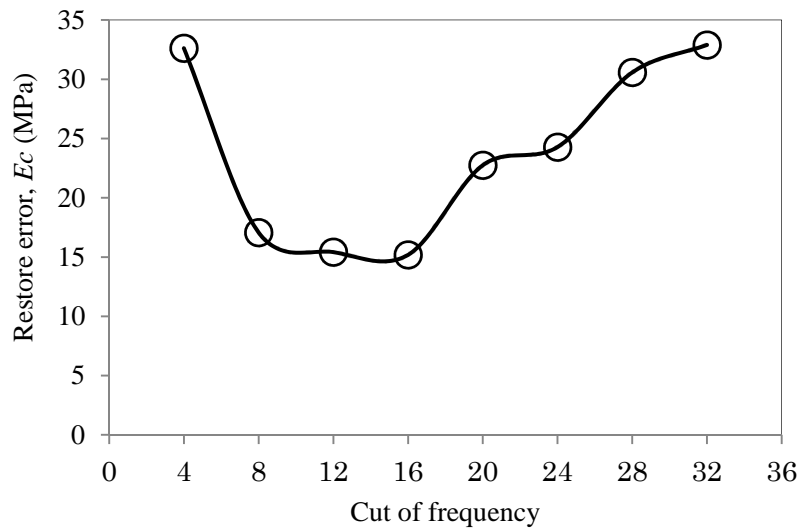


Fig. 4-30 Restore error of the changing cut-off frequency using active feedback back projection (AFBP) method in this study.

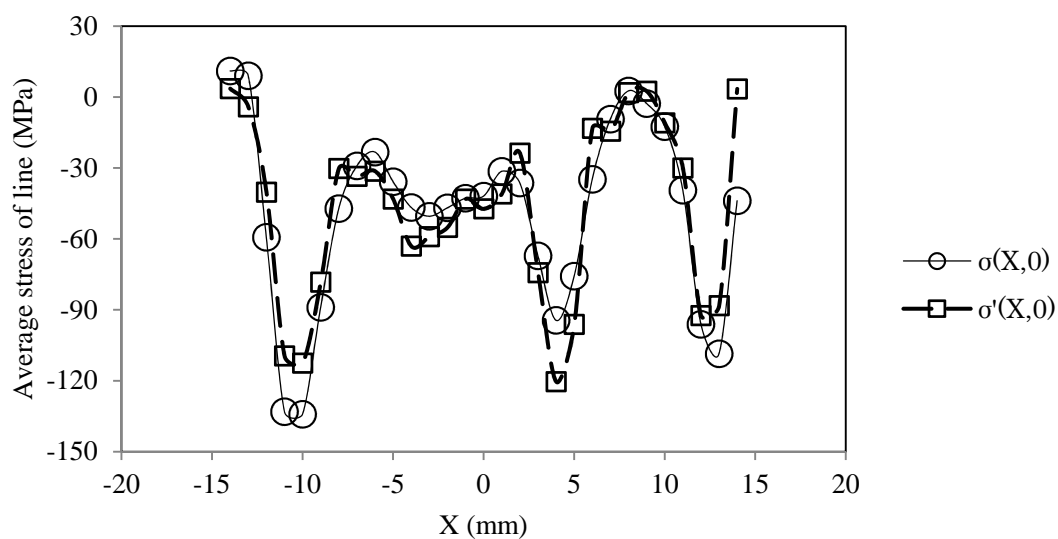


Fig. 4-31 Relationship between the line oscillation $\cos\alpha$ method $\sigma_x(X, \theta_c)$ and the calculated average value of the line from the stress distribution using active feedback projection (AFBP) method in this study, $\sigma'_x(X, \theta_c)$.

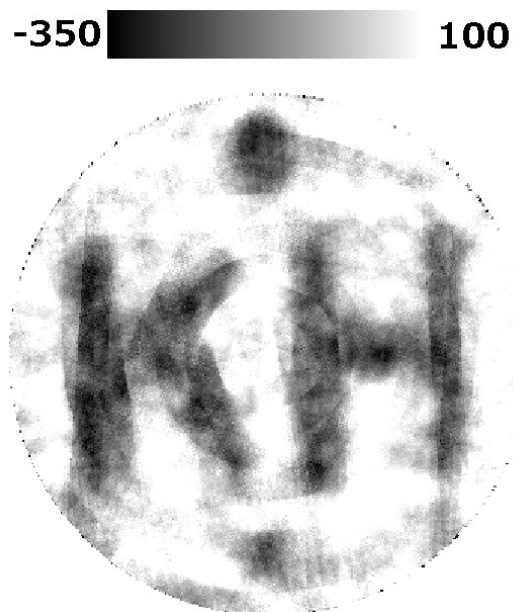


Fig. 4-32 Stress distribution using the active feedback projection (AFBP) method in this study.

4.4 . 結 言

本研究で開発した X 線応力測定装置を用いて、一般的な構造材として広く用いられる SS400 材の応力測定において、次の知見を得た。

- (1) 加工層を電解研磨により除去し, 30 μm 程度の結晶粒の状態では回折環を取得すると, 回折環の連続性が失われ, 応力の測定精度が低下する.
- (2) $\cos\alpha$ 法においても, X 線入射角揺動法により回折に寄与する結晶を増やすことで, 応力の測定精度が向上することを四点曲げ負荷試験により確認し, また測定精度の向上は $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差からも判断が可能である.
- (3) X 線入射角揺動法を用いる場合, 揺動ステージの仮想中点に試料を正確に設置する必要が有るが, 試験片によっては設置が許容できることを確認した. ただし許容範囲は, 回折環の連続性が失われるほど狭くなると考えられるので, 事前に同じ鋼種で測定しておき許容範囲を把握することで測定の信頼性が向上する.
- (4) 試料平面揺動法により, 回折に寄与する結晶を増やすことで, 応力の測定精度が改善し X 線入射角揺動法と同様に, 測定精度の向上は $\cos\alpha$ 線図の直線性からも判断可能である.
- (5) 試料平面揺動法による平面解像度の低下対策には CT 法が有効であり, かつ逆投影には新しく提案した AFBP 法が有効である.

以上により, $\cos\alpha$ 法を用いた粗大結晶粒材料の応力測定において回折に寄与する結晶の数を増やす X 線入射角揺動法や, 試料平面揺動法などを行うことにより, 測定精度が向上することを実験により検証した. また測定精度は $\cos\alpha$ 線図の直線性から推測可能である.

今後, 揺動範囲を明確にし, フィルタ関数等の最適化を行うことで, さらなる測定精度の向上を行う予定である.

参考文献

- (1) 平修二, "X 線回折の材料強度研究への適用について", 日本機械学会誌, Vol.75, No.637, pp.196-206 (1972).
- (2) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一, "位置検出型比例計数管による X 線応力測定", 材料, Vol. 27, pp216-220 (1978).
- (3) H. Dölle, "The Influence of Multi Stress States, Stress Gradients and Elastic Anisotropy on the Evaluation of (Residual) Stresses by X-rays", Journal of Applied Crystallography, Vol. 12 (1979).
- (4) 日本材料学会, "X 線応力測定法", 養賢堂 (1981).
- (5) 英崇夫, "加工層における X 線残留応力解析に関する研究", 学位論文 (1982).
- (6) I. C. Noyan, "Equilibrium Conditions for the Average Stresses Measured by X-Rays",

Metallurgical Transactions Physical Metallurgy and Material A, Vol.14, No. 9 (1983).

- (7) 大谷眞一, 吉岡靖夫, "PSPC 方式の X 線応力測定における回折線の補正", 材料, Vol.38, No.429, pp.617-622 (1989).
- (8) 吉岡靖夫, "X 線応力測定技術とそのノウハウ", 日本材料学会 (1990)
- (9) 松村源太郎訳, "新版カリティ X 線回折要論", アグネ (1991).
- (10) V. Hauk, E. Macherauch, "A useful guide for X-ray stress evaluation (XSE)", Advances in X-ray Analysis, Vol.27, pp.81-99 (1984).
- (11) 田中啓介, 鈴木賢二, 秋庭義明, "残留応力の X 線評価-基礎と応用-", 養賢堂 (2006).
- (12) M. Sonoda, M. Takano, J. Miyahara and H. Kato, "Computed Radiography Utilizing Scanning Laser Stimulated Luminescence", Radiology, Vol.148, No.3, pp.833-838 (1983).
- (13) Y. Amemiya and J. Miyahara, "Imaging Plate Illuminates Many Fields", Nature, Vol.336, pp.89-90 (1988).
- (14) 富士フイルム株式会社, 富士イメージングプレート取扱説明書
- (15) 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, pp.251-256 (1978).
- (16) 吉岡靖夫, 大谷眞一, 新開毅, "イメージングプレートの細束 X 線解析への適用", 非破壊検査, Vol.39, No 8, pp.666-671 (1990).
- (17) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "2 次元的 X 線検出器イメージングプレートを用いた全平面応力成分の単一入射 X 線応力測定", 材料, Vol.44, No.504, pp.1138-1143 (1995).
- (18) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "イメージングプレートによる二次元検出回折像を用いた X 線三軸応力解析", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.590, pp.2288-2295 (1995).
- (19) 日本材料学会, "X 線応力測定法標準", 養賢堂 (2002).
- (20) 後藤時政, "二次元検出器イメージングプレートを用いた粗大結晶粒または集合組織を有する材料の X 線測定法開発に関する基礎的研究", 学位論文 (1994).
- (21) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, 安川昇一, "イメージングプレートを用いた粗大結晶粒材料の X 線マクロ応力測定", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.607, pp.533-541 (1997).
- (22) J. Radon, "On the determination of functions from their integral values along certain manifolds", Reports on the proceedings of the Royal Saxonian Academy of Sciences at Leipzig, mathematical and physical section, Vol.69, pp.262-277 (1917).
- (23) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, "イメージングプレートを用いた X 線的残留応力のコンピュータグラフィ", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.614, pp.2196-2204 (1997).
- (24) 橋本 雄幸, 篠原 広行, "C 言語による画像再構成の基礎", 医療科学社 (2006).

第 5 章 結 論

本研究は、イメージングプレートを用いた $\cos\alpha$ 法による X 線応力測定法に着目し、標準的な X 線応力測定法である $\sin^2\psi$ 法のような、大型かつ精密なステージを必要とせず、従来の $\cos\alpha$ 法のような煩雑な過程を省略し、連続的に応力測定が可能な手法を研究したものである。その手法を模索した結果

- (a) 連続的に測定可能とする、イメージングプレートの露光と読取の一体化方式。
- (b) 粉末への多重露光を不要とする、X 線出射位置を特定するコリメータ位置調整方式。
- (c) 複雑な画像処理なしにプロファイルが得られる、スパイラル読取方式。
- (d) 試料距離の設置許容範囲が広い、 $\cos\alpha$ 法による応力測定方式。

以上の 4 つの方式の研究を行い適用した装置を開発した結果、単一入射および単一回折環のみで応力測定が可能であることを示した。また測定に必要な X 線の線量を明確することで、空冷かつ小型の X 線管を用いることが可能となり、測定者の被曝線量を抑え、かつセンサ部重量 4.3kg、測定時間 75 秒、消費電力 85W と従来の $\cos\alpha$ 法の実験装置と比較し、大幅な軽量化と測定時間の短縮化および省エネルギー化を実現した。さらに測定精度は JIS-B2711 を満足し、かつ測定値の確かさを四点曲げ負荷試験により検証し、従来の X 線応力測定装置と比較して十分な性能を有していることを確認した。

X 線応力測定は、測定対象試料に対しいくつかの基本的な仮定があるが、その仮定が満たされる状況においての装置の運用は、簡単に測定できることや、現場に持ち出すことで飛躍的に有益な知見をもたらすと期待される。また、いくつかの基本的な仮定が成り立たない場合においても、十分な結晶粒からの回折が得られない場合については、X 線入射角揺動法や試料平面揺動法さらには CT 法を適用することで、精度の高い測定が可能であることを示した。その他の仮定が成り立たない場合においても、今後研究されと思われる測定手法や解析手法などにより、さらに有益な知見をもたらすことになると期待されるものである。

本研究の内容は大きく分けて 3 つの部分に大別される。最初は、多重露光をなくし煩雑な過程を不要とした手法を研究し、装置を開発して応力が測定できるようにすること。次に開発した装置の最適な測定条件を明確にすること、最後に応用として粗大結晶粒材料への応力測定を試みた。

本研究で得られた結果あるいは理解された事項は、各章の最後にまとめてあるが、さらに要約すると次のようになる。

第 1 章では、従来の $\cos\alpha$ 法による応力測定手法の問題である、IP への露光装置と再生装置が分離し、X 線出射位置の特定のために粉末での多重露光が必要なこと、市販の IP リーダで得られるデータが直交座標形式であり、応力解析に必要な極座標形式への変換には、複雑な画像処理技術が必要な点を指摘した。

第 2 章では、従来法の問題であった分離した装置を一体化し、コリメータの位置調整によって、粉末試料の多重露光を不要とし、スパイラル読み出しにより極座標形式への変換を不要にした。また $\cos\alpha$ 法を適用することにより試料設置マージンが広く、簡便に測定可能な装置を開発し、従来の X 線応力装置の規格である JIS2701-B に添うことを確認した。さらに四点曲げ負荷試験により応力測定の確かさを検証し、ひずみゲージとの相関が 0.99 以上と高いことを示し、X 線応力測定装置として十分な性能であることを示した。

第 3 章では、装置の測定条件である X 線管の設定条件、光学的条件、IP の読取条件、プロファイルの解析条件を変更し、応力測定に最適な条件を導出する試みを行った。X 線の線量に起因する 6 つの条件、X 線管電圧、X 線管電流、露光時間、コリメータ径、試料距離、試験片の種類の内いずれを変えても、特定のピーク強度以上では、繰返誤差が小さくならない結果となり、測定に必要な線量は従来の $\sin^2\psi$ 法による装置と同様に、ピーク強度から推測可能であるという知見を得た。IP リーダの 4 つの条件、読取感度、読取ピッチ、読取時の回転数、励起レーザー強度の内いずれを変えても、繰返誤差は変わらない結果となり、開発した IP リーダが応力測定において十分なマージンを有していることを確認した。プロファイルのピーク位置決定法の 5 つの方式、半価幅中点法、フィッティング曲線として Gauss, Lorentz, pseudoVoigt, 放物線近似を適用した結果、X 線の線量の変化と比較すると、繰返誤差はピーク位置決定法に依存しない結果となり、 $\cos\alpha$ 法はピーク位置決定法に左右されにくいという知見を得た。以上のいずれの条件を変えても、繰返誤差と $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差の相関が高いことから、測定精度が $\cos\alpha$ 線図の直線近似誤差から推測できるという知見を得た。

第 4 章では、X 線応力測定において測定対象試料に求められる条件である、X 線照射域内に回折に寄与する結晶粒が十分な数だけ存在することを満たさない、粗大結晶粒材料への応力測定を試みた。粗大結晶粒材料は回折環が斑点状となり、 $\cos\alpha$ 線図の直線性が失われ、応力の測定精度が得られにくいことを確認した。しかし X 線入射角揺動法や試料平面揺動法の適用により、回折に寄与する結晶粒の数を増やすことで、応力測定精度が向上するこ

とを示した。さらに X 線入射角揺動法は試料を正確に設置する必要があるが、試験片によっては試料のミスセットが許容される範囲があることを発見し、かつ試料平面揺動法の問題である、平面解像度の低下についても CT 理論を適用することで改善し、さらに改良を加えた AFBP 法を提案し有効性を示した。

以上のように本研究では、イメージングプレートへの X 線の露光装置、読取装置を一体化し、 $\cos\alpha$ 法による応力解析に適した読取法を採用することで、これまでの煩雑な手順を不要とする研究に取り組み、諸条件を明らかにすることで小型かつ軽量化および省エネルギー化に成功し、現場での X 線応力測定を簡便にする X 線応力測定装置を開発し検証を行うことで多くの知見を得た。従って本研究成果は、今後工学的分野における測定において大きく貢献するものと思われる。

最後に本研究の今後の課題として、 $\sin^2\psi$ 法で研究されている測定対象試料におけるいくつかの仮定が満たされない状況下での応力測定手法を $\cos\alpha$ 法でも適用を試み、かつ $\cos\alpha$ 法に適した新たな解析手法の研究を行い、より信頼性の高い測定の研究に取り組んでいきたいと考える。また同時に適用事例を増やし、我が国の安全安心な生活に貢献していきたいと考える次第である。

謝 辞

本論文をとりまとめるにあたり，終始御親切な御指導と御助言を賜りました，主任指導教官である佐々木敏彦教授に深く感謝いたします。また本論文の懇篤なる御校閲を賜りました本研究科の門前亮一教授，細川晃教授，黒堀利夫教授ならびに東北大学大学院工学研究科三原毅教授に深甚なる敬意と謝意を表します。

佐々木敏彦教授には研究当初から，修士時代電気電子工学専攻だった筆者を，それまで触れたことすらなかった材料学や X 線応力測定法について，本当に基礎からご指導いただき，御公務や学会等で多忙でおられたのにも関わらず，装置開発の際には実験の手伝いまでしていただき，心より感謝しお礼申し上げます。また本研究科の黒堀利夫教授にはイメージングプレートの基礎から御指導いただき，心よりお礼申し上げます。

パルステック工業株式会社代表取締役社長鈴木幸博氏には，筆者に本研究を託してください，本研究遂行中終始変らぬ御支援を賜り，また本論文をまとめるにあたり励ましの御言葉をいただき，ここに敬意を表し深く感謝いたします。

Columbia University Prof I. Cevdet Noyan 博士，石川工業試験場鷹合滋樹博士，日立オートモティブ株式会社小林祐一博士，NTN 株式会社藤田学氏，日立造船株式会社中谷光良博士，新東工業株式会社小林祐次博士，新日鐵住金株式会社富永知徳博士，鈴木環輝氏には，開発した装置の検証に御助言を頂き，時には励ましの御言葉もいただき大変勇気づけられました。心より感謝いたします。

金沢大学大学院人間社会学域博士研究員宮崎利行博士には，論文指導や本研究成果を用いた新しい測定手法の考案もして頂き，装置の可能性を広げていただきました。また同研究室嘉村直哉氏，佐藤光氏，藤本洋平氏には，本研究を遂行する上で多大な協力をいただきました。ここにあわせて感謝いたします。