

# Evaluation of Volume Fraction in Dual-Phase Material Using Area Detector

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2017-10-03 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	<a href="http://hdl.handle.net/2297/576">http://hdl.handle.net/2297/576</a>

# エリアディテクターによる二相材料の体積率測定

佐々木敏彦・兼松 義一

## Evaluation of Volume Fraction in Dual-Phase Material Using Area Detector

Toshihiko SASAKI and Yoshikazu KANEMATSU

### 1 緒言

一般に、X線を用いた応力測定法にはX線の回折現象を利用し、Braggの条件式と弾性理論を用いて測定され、解析には $\sin^2\psi$ 法が用いられる。しかし1960年頃までは背面反射カメラとX線フィルムを用いた写真法が主流とされていた。写真法による応力測定では $\alpha$ 角度の基準原理が用いられていた。これは平・田中らによって考案された $\cos\alpha$ 法と呼ばれている手法である。その当時はX線フィルムを使用し、撮影を行っていたため、解析のための分解能が十分でなく、解析は非常に困難なものであった。その為、現在主流となっている、 $\sin^2\psi$ 法にとって代わられたのが実状である。しかし、その後X線フィルムに代わって、イメージングプレート (Image Plate, 以下IP) という新しい二次元的検出器 (エリアディテクター) が開発され、吉岡らは1989年にIPを $\cos\alpha$ 法に適用することを考案し、実験を行った。

IPの特長として、複数の回折環を同時に測定可能であることが挙げられる。IPはX線フィルムに比べ、非常に感度が良く、ダイナミックレンジが高いことも挙げられる。また、X線フィルムの使用は一枚限り、いわば使い捨ての状態であった。しかし、IPはデータの消去ができるため、繰り返し使用することができる。さらにデータをデジタル化しコンピュータに入力可能であるなどの特長から測定精度の向上や作業が簡略化されることなどがある。 $\sin^2\psi$ 法を用いる測定方法であるシンチレーション計数管

(SC) や位置敏感型比例計数管 (PSPC) などは零もしくは一次的X線検出器で検出し、応力値に換算する方法であり、回折環のごく一部のデータしか使用しない。一方、二次元的検出器であるIPでは面検出であるため、回折環全周の情報を用いて測定を行うことから、精度の向上が期待される。また、装置の構造においても $\cos\alpha$ 法は $\sin^2\psi$ 法のような入射角 $\psi$ および回折角 $2\theta$ 軸の駆動が不要となるため簡単で空間を必要としない装置となる。そのため、狭い場所などの測定にも使用が可能となる。これらのことからIPはX線応力測定の新世代の測定方法として、今後期待できるものである。

### 2 研究背景

先にも述べたようにIPの特長のひとつとして、複数の回折環を同時に測定することが可能である。これによって多相材料の効率的な測定が可能となる。多相材料である二相ステンレス鋼はフェライト ( $\alpha$ 相)・オーステナイト ( $\gamma$ 相) で構成される金属材料であり、耐応力腐食割れ性に優れ、強度・靱性も高いなどの機械的性質を有している。そのため、化学プラントや海洋構造物などに利用されている。しかし、二相ステンレス鋼の機械的性質は材料中に含有されているフェライト ( $\alpha$ 相)・オーステナイト ( $\gamma$ 相) の体積率に大きく依存しており、その制御が必要とされている。

また多結晶材料中の応力はその存在する領域の大きさによって、第一種応力、第二種応力な

どに分類される。第一種応力は多くの結晶にわたる平均的応力であり、いわゆるマクロ応力 (macrostress) と称する。第二種応力は一結晶粒オーダーでの平均的応力を指し、マクロ応力に対し、マイクロ応力 (microstress) と称する。図1に多相材料の各種応力の模式図を示す。この応力は、結晶粒程度の組織の不均一から生じる応力であり、結晶方位や弾性定数などの不均一によって生じる結晶粒単位の応力や、多相材料において各相の熱膨張係数のミスマッチに起因して生じる応力などがある。

マクロ応力は機械的な応力測定法によって測定可能であり、X線回折法でも測定可能である。一方X線回折法において単相材料のマイクロ応力は直接測定可能であるが、多相材料の場合はIPによって複数の回折環を同時に測定することができるため、各相の平均応力 (相応力: phase stress) を測定してから複合則を用いて求められる。その複合則には多相材料に含まれる体積率が影響する。またマイクロ応力は機械的な方法では測定できない応力であり、IPの果たす役割は大きいと考えられる。

以上のことから、本研究では、二相ステンレス鋼の体積率について着目し、測定実験を行う

こととした。また、応力を受けた切欠きを有する材料の切欠き先端には応力集中が起こり、これによって二相ステンレス鋼の場合、フェライト ( $\alpha$ 相)・オーステナイト ( $\gamma$ 相) の相比が変化する加工誘起変態が発生することが知られている。そこで、測定実験の発展として、二相ステンレス鋼の切欠き近傍の体積率の測定を行うこととした。

### 3 測定理論

#### 体積率の測定原理

結晶粒材における任意の回折面による回折X線強度  $P$  は(1)式で与えられる。

$$P = \text{const} \cdot \frac{1}{v^2} \cdot |F|^2 \cdot m \cdot (L \cdot P) \cdot e^{-2M} \cdot A(\theta) \cdot V \quad (1)$$

ただし、 $P$ : 回折線の単位長さあたりの積分強度、 $v$ : 単位格子の体積、 $F$ : 結晶構造因子、 $m$ : 多重度因子、 $(L \cdot P)$ : ローレンツ偏光因子、 $e^{-2M}$ : 温度因子、 $A(\theta)$ : 吸収因子、 $V$ : 回折に寄付した体積、 $\text{const}$ : サンプルから独立している定数である。またフェライト ( $\alpha$ 相)・オーステナイト ( $\gamma$ 相) の二相系では体積率は、

$$V_\alpha + V_\gamma = 1 \quad (2)$$

となる。これを(1)式とまとめると、

$$V_\gamma = 1 / \left[ \frac{P_\alpha \cdot R_\gamma \cdot A(\theta_\gamma)}{P_\gamma \cdot R_\alpha \cdot A(\theta_\alpha)} + 1 \right] \quad (3)$$

となる。ただし、

$$A(\theta) \equiv \frac{a' \cdot \sin(2\theta_0 - \phi) \cdot \sin \phi}{\mu \cdot \sin(2\theta_0 - \phi) + \sin \phi} \quad (4)$$

$$R \equiv [1/v^2 \cdot |F|^2 \cdot m \cdot (L \cdot P) \cdot e^{-2M}] \quad (5)$$

$a'$ : 入射X線の断面図、 $\mu$ : 試験片の平均吸収係数、 $\phi$ : 入射角である

IPを用いた場合、 $\psi$ 一定法を採用しているため  $A(\theta_\gamma) \neq A(\theta_\alpha)$  である。したがってそれぞれの  $A(\theta)$  を求める必要がある。ここで、 $a'$  および  $\mu$  は両相ともにも共通であり、 $\alpha$ 相および  $\gamma$ 相の各  $2\theta_0$  の値は  $\alpha\text{-Fe}(211) = 153.5^\circ$ 、 $\gamma\text{-Fe}(311) = 146.5^\circ$  とし、この値を(4)式に代入する

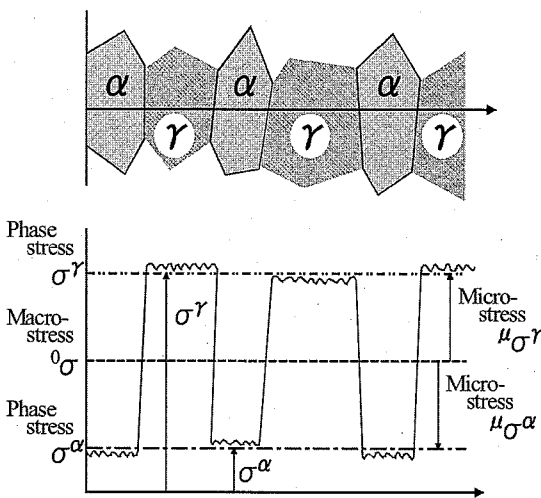


図1 多相材料の各種応力の模式図

と、

$$\frac{A(\theta_\gamma)}{A(\theta_\alpha)} = \frac{0.3805 \cdot \alpha' / \mu}{0.4736 \cdot \alpha' / \mu} = 0.8034$$

つづいて、R について Cr-K $\alpha$  のもとで計算された R 値および K 値について示す。ただし、 $K = R_\gamma / R_\alpha$  である

$$\alpha(211) \text{Cr-K}\alpha: R_{\text{value}} = 195.1$$

$$\gamma(211) \text{Cr-K}\beta: R_{\text{value}} = 49.5$$

以上から上記の値を(3)式に代入すると、積分強度  $P_\alpha$ ,  $P_\gamma$  を実測することにより体積率  $V_\alpha$ ,  $V_\gamma$  が得られる (図2 参照)。

$$V_\gamma = 1 / \left[ 0.204 \cdot \frac{P_\alpha}{P_\gamma} + 1 \right]$$

$$V_\alpha = 1 - V_\gamma$$

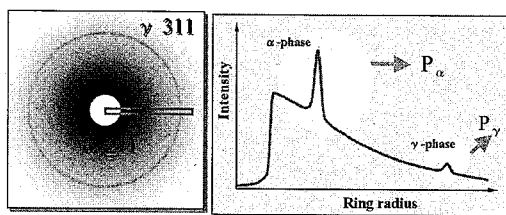


図2 IP を用いた体積率の測定例

## 4 実験方法

### 4-1 試験片

本研究の供試材として、連続鋳造法によって製造されたフェライト ( $\alpha$ 相) とオーステナイト ( $\gamma$ 相) を有する二相ステンレス鋼 (JIS-SUS 329J4L) が使用された。実験に使用した試験片は次の過程を経て製造された。長さ1524mm、板厚6mm、幅300mmに圧延盤からフライス加工、研削加工され、最終的な形状としてワイヤー放電加工機で長さ70mm、板厚5mm、幅12mmに加工された。なお試験片の長手方向は圧延方向と一致する。試験片は1,100℃に60分焼入れされた後、水冷による焼入れをした。また、加工時の影響を取り除くため測定面を1mm平面研削した後、片側100 $\mu$ m ずつ電解研磨を行った。ノッチはワイヤー放電加工機によって、深さ3mm、

極率半径0.5mmのノッチが加工された (図3 参照)。

負荷応力はひずみゲージ法によって検出した。このひずみゲージはX線照射表面と反対の面に接着されている。また、二点曲げジグは実験の装置上の問題やジグの構造が簡単であるために用いられた (図4)。また、切欠きを有する二相ステンレス鋼の切欠き近傍の体積率の測定のため、切欠きを先端として、8mm $\times$ 8mmの範囲を測定範囲とし、試験片の長手方向を  $\theta = 0^\circ$ 、垂直方向を  $\theta = 90^\circ$  として先行研究が行われている試料平面揺動法を用いて測定を行った (図5)。

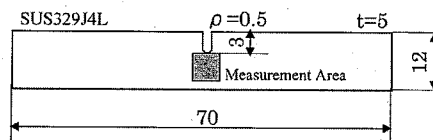


図3 試験片の形状

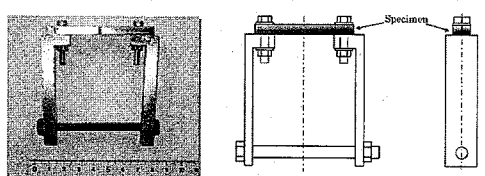


図4 二点曲げジグ

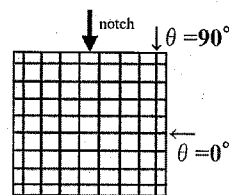


図5 測定範囲と測定方向

### 4-2 測定方法

本実験のX線測定条件はCr-K $\alpha$ 線が管電圧40kV、管電流200mAで使われた。コリメータ径は1mmを使用した。X線の入射角は $\psi = 30^\circ$ であった。表1に実験条件を示す。IP (127mm $\times$ 127mm) をX線カメラにセットしX線測定さ

れた後、リガクで市販されている読み取りシステム(BAS-2500)を使用し、回折像のデジタルデータをコンピュータの中に保存した。この読み取りのシステムはIPをドラムに乗せ、読み取り期間中回転している。回折強度はドラムにレーザビームが照射され、IPに記録されたデータが発光し、その光の強さから評価される。読み取り過程に対する空間分解能は100ミクロンであり、回折像は1150×1140ピクセルから構成されている。図6は実験装置の写真である。

表1 実験条件

Characteristic X-ray Diffraction line, hkl		Cr-K $\alpha$ $\alpha$ 211	Cr-K $\beta$ $\gamma$ 311
Young's modulus E, MPa		206	193
Poisson's ratio $\nu$		0.28	0.30
Tube voltage, kV		40	
Tube current, mA		200	
Diameter of collimator $\phi$ , mm		1	
Incidence angle $\phi_0$ , deg	Specimen	30	
	Fe-powder	0	
Camera length, mm	Specimen	70	

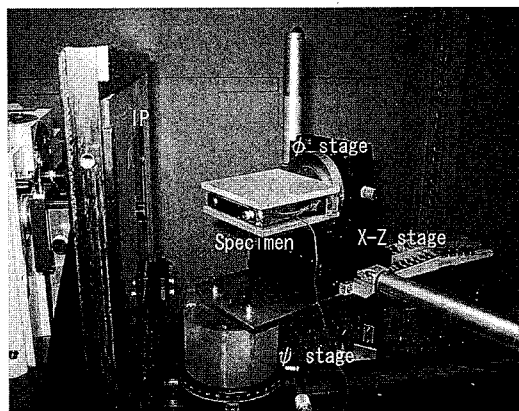


図6 実験装置の写真

## 5 実験結果と考察

図7は試験片から得た、回折環の例である。三種類の回折環は $\alpha$ 相、 $\gamma$ 相、鉄のパウダーから回折されたものである。パウダーは無応力状態であると考えられるため、回折環は真円とな

り、解析時に必要となるものである。中間の回折環は $\alpha$ 211回折のもの、外側の回折環は $\gamma$ 220回折、内側の回折環はパウダーの211回折である。IPによって各相の回折環が分離して記録されることが分かる。

切欠きを有する二相ステンレス鋼の測定を行う際、8mm×8mmの測定範囲を長手方向に一致する方向を $\theta=0^\circ$ 、垂直方向を $\theta=90^\circ$ とし、それぞれ8本を1mmごとのラインの測定を行った。そのラインでは、X線が照射されており、照射線上の平均的な情報が記録される。図8は $\theta=0^\circ$ 、 $\theta=90^\circ$ の代表的な回折環およびプロフィールを示している。 $\gamma$ 相の311回折環は他の回折環に比べ濃淡が薄いが、図9に示すプロフィールを見ると、 $\gamma$ 相の強度が確認できることから、解析には問題ないと考えられる。

なお、回折環には多少のテクスチャー(集合組織)が観られる。テクスチャーは解析の精度に影響を与えるが、基礎実験である負荷実験において測定応力と理論値が一致していたため、この程度のテクスチャーは測定上の許容範囲として考えた。

図10・11は回折環を用いて得られた、 $\theta=0^\circ$ 、 $\theta=90^\circ$ の各ラインの $\gamma$ 相の体積率の推移を表したものである。 $\theta=0^\circ$ ではグラフの左側に進

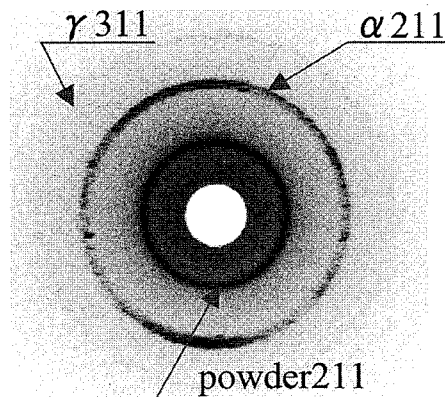


図7 二相ステンレス鋼の回折環の例

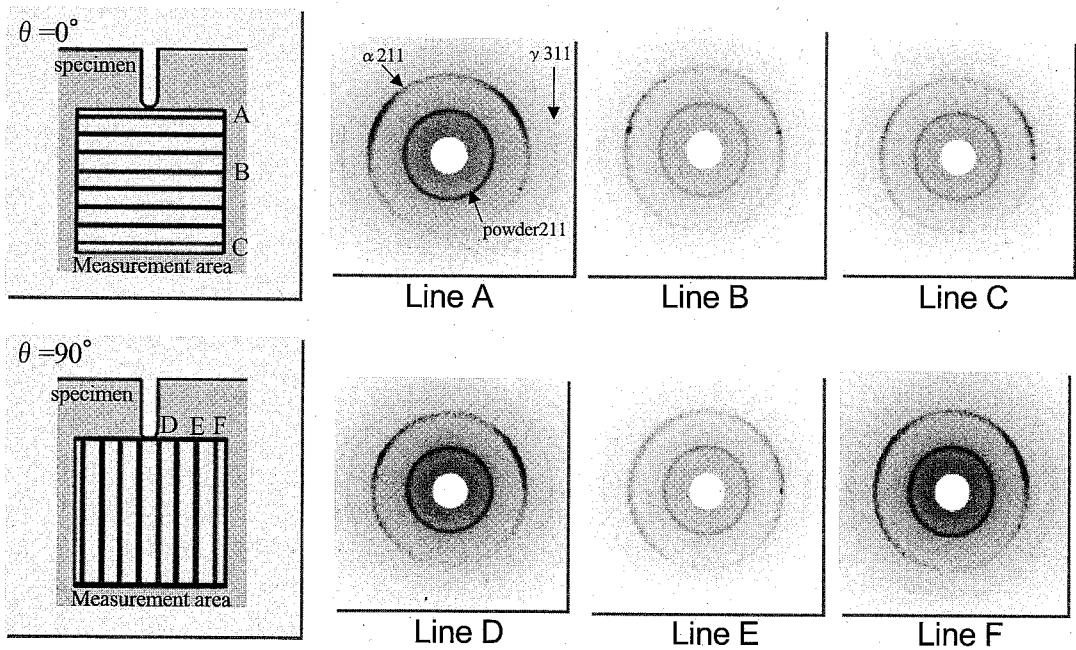


図8 代表的な回折環 ( $\theta=0^\circ$  Line ABC,  $\theta=90^\circ$  Line DEF)

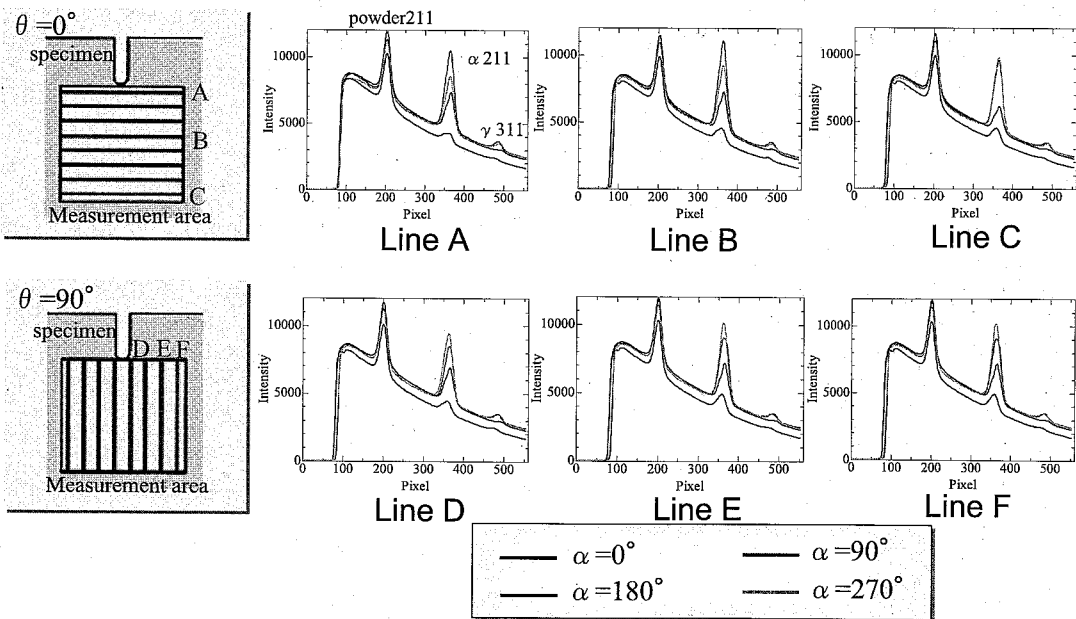


図9 代表的なプロフィール ( $\theta=0^\circ$  Line ABC,  $\theta=90^\circ$  Line DEF)

むにつれて体積率の減少が観ることができる。なお、グラフの左側には切り欠きの先端が位置している。また、 $\theta=90^\circ$  の場合、体積率のレベルがグラフの中心部分ではへこんだように観られ、グラフ中心部分には切り欠きの先端が位置している。

引張りの応力を受けた切り欠き近傍には応力集中がかかっている。そのため、加工誘起変体によって $\gamma$ 相から $\alpha'$ 相へとマルテンサイト変体が起こることが知られている。この結果よりつぎのことが確かめられる。

切り欠き近傍に応力集中していることがわかり、加工誘起変体による $\gamma$ 相の体積率の減少していることが分かった。これにより本方法が二相ステンレス鋼のような複合材料中から体積率を決

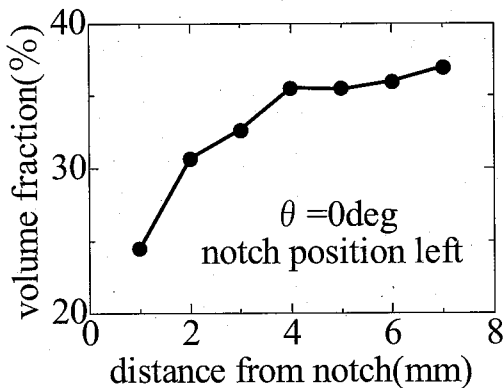


図10  $\theta=0^\circ$  方向の体積率

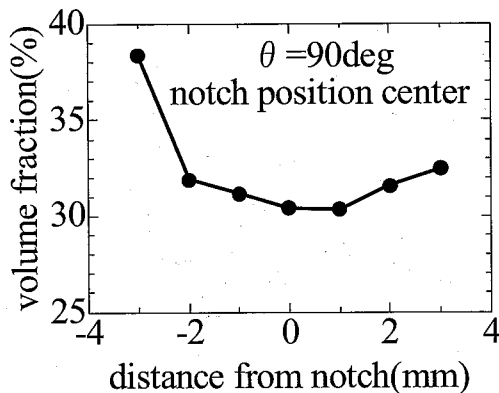


図11  $\theta=90^\circ$  方向の体積率

定するための方法として妥当であるということを示唆している。

なお、グラフ両端周辺部分についてはデータのばらつきを確認することができる。これは試料形成時の熱処理による影響や、X線の発散による測定ラインの重複、測定面の圧延時の影響(電解研磨の不足)、コンピュータ処理時のノイズなどが原因として考えられる。これらの諸問題の解決は今後の課題である。

## 6 結論

IPを用いた $\alpha$ 角基準のX線応力測定法において、応力と体積率は二次元的なX線回折データから決定される。本方法が二相ステンレス鋼に適用し、体積率の決定に適用した。その結果以下のことが確かめられた。

測定された体積率はノッチ先端の応力集中による加工誘起変体の傾向を示すことが分かり、IPを用いた二相ステンレス鋼の体積率の測定が可能であるということが示された。本方法は先行研究によってなされているIP-CT理論を用いた応力の平面分布と同様に、体積率の平面分布への発展の見通しを得た。

## 7 参考文献

- 1) Amemiya, Y., Kamiya, N. and Satow, Y., Nucl. Instr. and Meth., A, 246, 572 (1986).
- 2) 吉岡, 大谷, 新開, 非破壊検査, 39, 666 (1990).
- 3) 佐々木, 広瀬, 機論 (A編), 61, 394 (1995).
- 4) Cormack, A.M., J. Appl. Phys., 34, 2722 (1963).
- 5) I. Noyan, C., Met. Trans., A14, 1907, (1983)
- 6) V. Hauk and R. Oudelhoven, Z. Metallkde, 79, 41, (1988)