日本機械学会論文集(A編) 71巻704号(2005-4)

## cos α 法による中性子応力測定に関する基礎的研究\*

佐々木 敏彦\*1, 廣 瀬 幸 雄\*2

## Study on Application of the $\cos \alpha$ Method to Neutron Stress Measurement

## Toshihiko SASAKI\*3 and Yukio HIROSE

\*3 Department of Materials Science and Engineering, Kanazawa University, Kakuma-machi, Kanazawa-shi, Ishikawa, 920-1192 Japan

In order to study on a method of neutron stress measurement using the cos  $\alpha$  method, a numerical simulation study was performed comparing with experimental data. The resultant diffraction profiles, which are defined as the distribution of the intensity of diffracted beams in the radial direction from the center of the diffraction ring, were calculated by summing all diffraction profiles which were diffracted at entire depth in the material. The locations of the peak points which were determined using the half value breadth method (or the centroid method) showed dent distribution with respect to the central angle of the diffraction ring even in case of stress free state. Though the stresses calculated by the cos  $\alpha$  method showed different values from the initial stresses, the difference between the calculated and initial stresses almost kept constant for different stress level. These misfit stresses can be vanished after correcting original diffraction radius using that in stress experiment, which suggests the validity of the method of neutron stress measurement combining both an area detector and the cos  $\alpha$  method.

Key Words: Neutron, Stress Measurement, Image Plate, Diffraction, Penetration Depth

### 1. 緒 論

中性子応力測定法は材料内部の残留応力を高精度に 測定できる特長があり、近年、基礎研究および応用の 両面から注目を集めている<sup>(1)(2)</sup>.しかし、現在の標準 的な中性子応力測定法には次のような改善が望まれる 点もある。まず、精密な格子面間隔の測定が必要な点 であり、X線法(sin<sup>2</sup> ∉法)のようにその相対的な変化 から応力測定できることが望まれる。第二の点は、測 定時間や効率に関するものである。これは、中性子法 では特性線が利用できないため入射ビーム強度が弱 く、また、応力変換のため直交する3方向のひずみ測 定を必要とすることが背景にある。

以上の改善策として、本研究ではエリアディテクタ を用いて中性子回折環を測定し、その形状から cos *a* 法<sup>(3)(4)</sup> に基づいて応力を算出する方法に着目した<sup>(5)</sup>. 本方法によれば、応力は格子ひずみと cos *a*(*a* は回折 環の中心角)との直線関係の傾き(相対的変化)から決 定できるようになり、格子面間隔の精密な測定の必要 性は大幅に緩和できる。この点は、X 線  $\sin^2 \phi$  法の場 合と同様であり、信頼性と実用性の向上に大きく貢献 する。また、単一入射法によって膨大なデータが取得 できるため、試料の回転が不要、測定時間の短縮、測 定装置の簡単化(検出器や入射角の走査機構が不要)と いった特長もある。

前報<sup>(5)</sup>において本方法の検討を実験によって行っ たところ,次のような結果が得られた。すなわち,中 性子回折環は無応力状態でも真円にはならず(入射ビ ーム方向が傾斜する場合),  $\cos \alpha$ 法からは約 -400 MPaの圧縮応力が算出されること,一方,無応力状態 のときの回折環からの変化量を用いると(補正法),  $\cos \alpha$ 法によってほぼ正確な応力が得られること,な どが判明した。以上の結果より,エリアディテクタ・  $\cos \alpha$ 法・補正法を組合わせることで前述の要求を満 たす実用的な中性子応力測定(以下, AD/  $\cos \alpha$ 法)が 可能となる見通しが得られた。

本論文では,前報の再現性の確認および有効範囲に 関する検証を目的として基礎的な検討を行った。な お,中性子実験特有の制約を考慮してシミュレーショ ンによる予備的な検討を行い,これを前報の実験と比 較した。その結果,シミュレーションの結果は前報の 実験結果と同様な傾向を示すことが判明し,また,

<sup>\*</sup> 原稿受付 2004年3月4日.

<sup>\*1</sup> 正員,金沢大学大学院自然科学研究科(電 920-1192 金沢市 角間町).

<sup>\*2</sup> 正員, 金沢大学大学院自然科学研究科.

E-mail: sasakit@kenroku.kanazawa-u.ac.jp

AD/cos a 法がさらに広い範囲においても有効に適用 できることが明らかとなった.

# 基礎式およびシミュレーションの 方法

2・1 回折プロフィル・ピーク位置の計算方法(順解 析) まず、図1のように試料座標系をとり、また、 入射中性子ビームの方向を φ, φ で表す. 材料の表 面から深さ z で回折したビームが材料内を通過する 距離 L を求めると次式となる.

$$L = \frac{z}{\cos \psi_0} + \frac{z}{\cos \eta \cos \psi_0 + \sin \eta \cos \alpha \sin \psi_0}$$
.....(1)

ここで,  $\alpha$  は回折環上の中心角,  $\eta$  は Bragg 角  $\theta$  の余 角 ( $\eta = \pi/2 - \theta$ ) である。回折ビーム強度 I(z) は, 材 料面から検出器までの間で変化がないとすると次式と なる。

 $I(r, z) = I(z) \exp \left[ -(4 \log_e 2)(r - r_0)^2 / h^2 \right]$ .....(3)

ここで, r は検出器上において回折環中心から半径方 向への距離, h は半価幅, ro は回折ビームの中心点の 位置 r である.指数部分における対数項は標準偏差 に代わって半価幅を用いたことにより生じたものであ る.ro は入射ビームと回折ビームとの幾何学的関係 から次式のようになる [図2(b)].

 $r_{0} = \left(C_{l} + \frac{z}{\cos \phi_{0}}\right) \tan(\pi - 2\theta_{\alpha}) \cdots (4)$ ここで  $C_{l}$  は検出器と試験片表面との距離(カメラ長).



Fig. 1 Definition of coordinate system and other characteristic parameters used in the text

 $2\theta_a$ は回折角である。 $2\theta_a$ は回折位置におけるひずみ  $\varepsilon_a$ を用いて次式で表される。

 $\varepsilon_{\alpha} = \sigma_{11}N_{11} + \sigma_{22}N_{22} + \sigma_{33}N_{33} + \sigma_{12}N_{12}$ 

$$N_{ij} = \left(\frac{1+\nu}{E}\right) \lambda_{3i} \lambda_{3j} - \delta_{ij} \left(\frac{\nu}{E}\right) (\lambda_{31}^2 + \lambda_{32}^2 + \lambda_{33}^2)$$
.....(7)

ここで、Eはヤング率、 $\nu$ はポアソン比であり回折に 寄与する回折面の平均値である。 $\delta_{ij}$ はクロネッカの デルタ、 $\lambda_{3i}$ は試料座標系から実験座標系への変換マ トリックスであり次式で表すことができる<sup>(4)</sup>.



(a) Expression of a profile for individual neutron beam by means of Gaussian function



- (b) Superposition of each diffraction beam on area detector, and explanation on symbols used in the text
- Fig. 2 Schematic illustration on expression of a profile for individual neutron beam by means of Gaussian function, and superposition of each diffraction beam on detector with symbols used in the text

$$\lambda_{31} = \cos \eta \sin \phi_0 \cos \phi_0 - \sin \eta$$

$$\times (\cos \alpha \cos \phi_0 \cos \phi_0 + \sin \alpha \sin \phi_0)$$

$$\lambda_{32} = \cos \eta \sin \phi_0 \sin \phi_0 - \sin \eta$$

 $\times (\cos \alpha \cos \phi_0 \sin \phi_0 - \sin \alpha \cos \phi_0)$ 

 $\lambda_{33} = \sin \eta \cos \alpha \sin \phi_0 + \cos \eta \cos \phi_0$ 

以上の関係式から、材料の任意の深さで回折する中性 子ビームにより検出器上に形成される回折プロフィル I(r,z)が計算できる [図 2(a)]. これを以下では素 プロフィルと呼ぶ.次に、素プロフィルを深さ方向に 適当な間隔 (1/TNUM)で求め [図 2(b)], それらの 総和  $\langle I \rangle_a$ を求める.

 $\langle I \rangle_{a} = \sum_{i=0}^{n} I(r, z_{i})$  .....(9)

ここで,nは(ビーム本数-1)である.この合成プロ フィルくI>aがエリアディテクタを用いたときの測定 プロフィルに相当すると考える.

なお、本研究で採用した計算条件および各パラメー タの値は前報<sup>(5)</sup>の実験条件に準じており、それぞれ以 下のとおりである。 $\alpha$  Fe 211 回折、 $2\theta_0$ =127.0°、板厚 t=5 mm、 $\mu=0.125$  41 mm<sup>-1</sup>、 $C_t$ =48.8 mm、h=3.5mm(一部1.5~6.0 mm)、 $\phi_0$ =0、 $\phi_0$ =20°、TNUM= 50(一部1~100)、1 個の素プロフィルに対するプロッ ト点数 [図 2(a)の横軸] XNUM=500、応力  $\sigma_{11}=0$ ~288 MPa. 回折環中心角  $\alpha=0^\circ$ ~359°(1°間隔).

続いて,得られた合成プロフィルに対して半価幅中 点法(および一部重心法)を適用してピーク位置を決定 した。前者は最大回折強度( $I_{max}$ )の1/2を挟む二組の データを検索し,それを結ぶ直線が半価幅線と交わる 二組の点の中点をピーク位置とする。一方,後者は回 折プロフィルの図心に相当する。後者の計算式は文 献<sup>(6)</sup>によった。こうして決定したピーク位置と回折 環の中心(入射ビームの中心)との距離を回折環半径と みなし, < $R_a$ > と表す。この < $R_a$ > は、材料から発 生する各回折ビームごとの回折環半径の加重平均に相



Fig. 3 Strains used for stress calculation and other principal parameters used in the text

当する。

2・2 cos α 法による応力計算(逆解析) 上記の 方法で求めた回折環半径に対し,最初に与えた応力値 を逆解析する方法を以下に述べる.

まず,図2(b)の $C_{\iota} \geq \langle R_{a} \rangle$ より回折角2 $\theta_{a}$ が得られる.

ここで、 $2\theta_a$ の単位は deg である.なお、 $< R_a >$  に対応する材料の回折位置は中性子侵入深さを考慮して決められるべきであるが、ここでは簡単のため材料表面とした.続いて、次式からひずみ  $\epsilon_a$  が求められる.

$$\varepsilon_{\alpha} = \frac{1}{2} (2\theta_0 - 2\theta_{\alpha}) \cot \theta_0$$
 .....(11)

このようにして1個の回折環から中心角 a ごとのひ ずみ  $\varepsilon_a$  が得られる. 続いて次式の  $a_1$ を求める.

 $a_1 = \frac{1}{2} [(\varepsilon_{\alpha} - \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha})] \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots (12)$ 

なお、 $\varepsilon_{\pi+\alpha}$ 、 $\varepsilon_{-\alpha}$ 、 $\varepsilon_{\pi-\alpha}$ は図3に示すように、回折環上 の中心角がそれぞれ  $\pi+\alpha$ ,  $-\alpha$ 、 $\pi-\alpha$ の場合のひず みである。続いて、 $a_1 \ge \cos \alpha \ge$ の回帰直線の傾きを 求めると、 $\cos \alpha$ 法理論に基づいて応力  $\sigma_{11}$ が次式よ り計算できる<sup>(3)(4)</sup>.

$$\sigma_{11} = -\frac{E}{(1+\nu)} \frac{1}{\sin 2\eta} \frac{1}{\sin 2\psi_0} \left(\frac{\partial a_1}{\partial \cos \alpha}\right)$$

.....(13)

cos α 法は, X 線回折データから σ<sub>11</sub> または σ<sub>12</sub> を決 定することを目的として考案された方法であり, 平面 応力状態および等方弾性体であること, 深さ方向の応 力こう配がないこと, また, 侵入深さが浅いことを前 提としている. このため, 三軸応力状態の場合や中性 子回折データには厳密な解析が困難となると予想され る.

### 3. シミュレーションの結果と考察

3・1 回折プロフィル 図4(a)に、中性子回折環 の測定例<sup>(5)</sup>(S 50 C の  $\alpha$  Fe 211 回折、板厚 5 mm)と $\alpha$ 方向の定義を示す。また、図4(b)、(c)に本シミュ レーションにより得られた2種類の $\alpha$ に対する回折 プロフィル(実線)を実験<sup>(5)</sup>結果(+印、縦軸の強度は シミュレーションに合わせて調整した)と比較して示 す。いずれの場合も負荷応力は零である。シミュレー ション条件は TNUM=50, h=3.5 mm であり、これ 以外は実験と同様とした(2・1 節参照)。その結果、 $\alpha$ =0° では両者はよく一致し、 $\alpha$ =180° では $\alpha$ =0° に比 べて若干差があるものの全体的には類似している。他 の測定結果もおおむね同様な傾向が得られており、本 シミュレーションによって実験の回折プロフィルが再 現可能であると判断できる.

次に、図4の回折プロフィルをαに関して比較する と、両者には半価幅やプロフィルの右側部分において 明確な差異が見られる.図4(b)、(c)中の破線は、 材料のそれぞれ異なる深さで回折した素プロフィルを 表している。図中の左から表面、材料中央、裏面から の素プロフィルである。図4(b)、(c)より材料表面 からの素プロフィルである。図4(b)、(c)より材料表面 からの素プロフィルになによらず同様であるものの、 材料の内部からのものはαによる差が現れており、α =180°のほうが低強度である。その結果、α=180°で は合成プロフィルの右側部分の形状が落ち込み、半価 幅の低下、および、ピーク位置の左側へのシフトをも たらしている。これに対し、合成プロフィルの左側で は、αによる差は見られない。この部分はαによる強 度差が生じない材料表面の回折ビームによって形成さ れるためである。図中には、材料表面からの素プロフ



 (a) Example of neutron Debye Scherrer rings obtained from steel, and definition of angle a



(b) Diffraction profiles for  $\alpha = 0^{\circ}$ 



(c) Diffraction profiles for  $\alpha = 180^{\circ}$ 

Fig. 4 Comparison of diffraction profiles between experiment and simulation

ィルのピーク位置(記号 a)と合成プロフィルのもの (記号 b)が示されており,  $a=0^{\circ}$ の方のシフト量( $\Delta R$ ) が大きい.

以上のように、中性子回折環では無応力状態におい てもピーク位置が一定とはならず、 $\alpha$ ごとに変化する ことが理解できる。また、この変化は板厚、侵入深さ が大きいほど増大すると推定される。一方、侵入深さ が数 10  $\mu$ m 程度の X 線回折ではこのような影響は無 視できる程度に小さい。

3·2 回折環半径 図5は半価幅中点法を用いて 合成プロフィルのピーク位置を求め, それと回折環中 心点との距離, すなわち, 回折環半径を回折環全周に ついて求めた結果である(○:実験(5),破線:シミュ レーション)。図中には重心法による結果も併記した (+:実験<sup>(5)</sup>、実線:シミュレーション).その結果、 いずれの場合も中央部が凹んだ分布を呈している。こ のように、中性子回折環の半径分布は無応力において もαに対して一定とはならず凹みを生じる. このよ うな凹みの原因は、3•1節(図4)で述べた α ごとの回 折プロフィル形状の変化によっている. なお, ピーク 位置決定法による違いは回折プロフィルの左右非対称 性によるものであり、回折環外周側(図4の右側)に長 い裾野を有する中性子回折の特徴により, 重心法の方 が回折環半径が増加する傾向がある。a<60°および



Fig. 5 Comparison of radius of diffraction ring obtained from experiment and simulation. Results of both half value breadth method and centroid method are shown



Fig. 6 Results of application of  $\cos \alpha$  method and correction method to stress determination, and comparison between experiment and simulation. The half value breadth method was used

a>300°の範囲における半価幅中点法の実験結果の傾 向の相違は、回折環撮影時や回折強度の読取り時の誤 差、ベント形モノクロメータに起因した中性子ビーム 波長の広がり、集光によるビーム方向の変化、画像解 析条件(平滑化条件)などが影響しているものと考えら れる。

3·3 cos α 法による応力 図5の回折環半径に 対して cos α 法を適用して応力を求めた結果を図 6 に 示す(+:実験<sup>(5)</sup>, ○:シミュレーション, ●と×は後 述する補正結果).図6より、両者はいずれも圧縮応 力側に約 400 MPa のずれを生じ, また, 負荷応力に対 してほぼ傾き1の直線分布(破線)を示している。応力 値が圧縮側にずれる原因は、回折環半径の凹み(図5) に起因している。また、傾きが1となる原因は前報(5) で考察したように、材料内の応力が一定であるため各 深さの回折ビームの回析角がすべて等しくなる結果. それらの平均的挙動である合成プロフィルもまた同一 の挙動となるためであると考えられる。すなわち、応 力に対する合成プロフィルのピークシフト量(半径の 変化量)は、回折深さが異なる個々の回折ビームの挙 動, すなわち cos α 法の予測と非常に類似したものと なる.

3・4 補正法の適用結果  $\cos a$ 法の適用に当た って、事前に補正法<sup>(5)</sup>を適用した場合について検討す る.ここで、補正法<sup>(5)</sup>とは無応力状態の回折環半径を 基準として、被測定材料の回折環半径の変化量を求め、 これに対して  $\cos a$  法を適用する方法である.図5 に 示した回折環半径について、本補正処理した一例を図 7 にシミュレーション結果とともに示す.実験、シミ ュレーションのいずれも上に凸の分布を示し引張応力 形の分布となることがわかる.この補正後の回折環半 径に対して  $\cos a$  法による応力計算を行った結果を図 6 に併記した(X:実験、●:シミュレーションともに図の実線で示 される理論値とほぼ一致する応力が得られている.



Fig. 7 Distribution of radius of diffraction ring corrected by the present method, and comparison of experiment and simulation

図8は、応力が変化した際の回折環半径の変化および補正処理後の変化についてシミュレーションによる 結果を図示したものである。半価幅中点法と重心法の 結果を比較して示してある。いずれの場合も、補正前 では無応力において凹みを呈し、また引張応力の増加 によって凹みが減少すること、さらに、補正後では無 負荷において回折環半径が一定値を示し、また応力に



(d) Centroid method after correction

Fig. 8 Radius of diffraction ring due to applied stress for before-correction and after-correction. Half value breadth method and centroid method are used for peak determination

よって凸に成長することがわかる。また、詳細に見れ ば、補正前の凹みが半価幅法ではやや大きいが、補正 後では両者の差がほとんど見られなくなっている。こ のような補正後の分布は cos a 法の予測、すなわち、 X 線測定の挙動と極めて類似するものである。本補 正法は、a ごとに無応力状態の材料と被測定材料との 回折環半径を比較するものであり、標準法<sup>(1)(2)</sup>におい て d<sub>0</sub>を基準としてひずみを決定する方法と基本的に



(a) Resultant diffraction profiles on detector





(c) Radius of diffraction ring



 (d) Stress determination by both cos α method and present correction method

Fig. 9 Influence of *TNUM* on diffraction profiles, diffraction profiles normalized, radius of diffraction ring and stress determination by both cos a method and present correction method 類似するものである(da:無ひずみ時の格子面間隔). 標準法では、回折環の特定 a 方向(通常 a=180°)のみ を用いるのに対して、本方法では全 a 方向に対して a ごとに比較する特徴がある。a により吸収効果が異な っており、本補正法は測定データを用いた一種の吸収 補正処理法であるということができる。以上より、本



 (d) Stress determination by both cos a method and present correction method

Fig. 10 Influence of half value breadth (h) on diffraction profiles for individual beam, resultant diffraction profiles on detector, radius of diffraction ring, and stress determination by both  $\cos \alpha$  method and present correction method シミュレーション条件範囲において前報の実験結果が 再現性のあるものであると判断できる.

### 4. シミュレーション条件の影響

4・1 TNUM の影響 図9は、シミュレーショ ン計算を TNUM=1 から 100 の範囲で変えた場合の 結果である(半価幅中点法, h=3.5 mm 使用). その 結果、プロフィルの高さは TNUM に比例して増加す るが [図9(a)], おのおのの最大強度で規格化した形 状は TNUM=10 以上ではほぼ同一となる [図 9(b)].次に,回折環半径分布はTNUMの増加によ ってほぼ平行に増加し、その形状はおおむね等しいこ とがわかる [図9(c)]. また、*TNUM* が10以上で は収束し、TNUMによる差はわずかとなる。実際の 回折ビームは板厚方向に関して連続的に無数発生する が、TNUM=50程度でも十分それを近似可能である といえる。図9(d)は、 $\cos \alpha$ 法による応力計算を 種々の TNUM の場合について行ったときの結果であ る. cos α 法の与える応力は *TNUM*=1 では圧縮側 へのシフト量が他とやや異なるが、10以上では差がな くなり、また負荷応力に対する直線性および傾きが1 である点に関しては図6と同様である。さらに、補正 法の適用結果は TNUM によらずすべて負荷応力と一 致している.

4・2 hの影響 次に、半価幅 h の影響について 図 10 に計算結果を示す(TNUM=50). その結果, h の変化は TNUM のときとよく類似しており, hが大 きいほど回折環半径が増加し, また cos a 法の与える 応力のシフト量は減少する.また, 補正法では h によ らず負荷応力とよく一致している.これらは, いずれ の場合も実験と類似した傾向であるといえる.このよ うに, h の変化によらず本方法が有効であることは, 回折プロフィルのブロード化に影響を及ぼす材料の微 視的ひずみ状態が異なる場合にも本方法が有効である ことを示唆している.

**4.3 本方法の特長および適用限界** 本方法の主要な特長は、エリアディテクタにより単一入射によっ て一度に 360 個程度のひずみデータが測定できるため、現在の標準法に比べてはるかに大量のデータが容易に得られ、これをもとに測定精度の向上が期待できる点、また、 $\cos \alpha$ 法の適用によって応力は格子ひずみと $\cos \alpha$ との直線関係の傾き(相対的変化量)から算出できるため格子面間隔の精密な測定の必要性は大幅に緩和できる点である.すなわち、X 線  $\sin^2 \phi$ 法ライクな高精度な測定が可能となる.また、単一入射法の ため測定時間の短縮が図れることや、さらに、検出器 および入射角の走査機構が不要となるため測定装置が 極めてシンプルにできるといったメリットも有してい る.

一方, cos a 法の使用により平面応力状態の測定に は有効であるが三軸応力状態下では適用できなくなる ことが予想される。また,補正法に必要となる無応力 状態の試料を用意しなければならない点も,本方法の 適用上の制約となるものである。このうち,三軸応力 状態の測定に関しては,著者らが提案したエリアディ テクタ用の三軸応力測定法<sup>(4)</sup>の利用が考えられるの で今後の検討課題の一つとして検討していく予定であ る.

### 5. 結 言

本研究により,前報<sup>(5)</sup>で報告したエリアディテクタ による中性子応力測定実験結果とほぼ同様な傾向が, 本シミュレーションにおいて再現できた.すなわち, エリアディテクタ上の中性子回折環半径は無応力のと き回折環中心角αに関して凹みを呈し,一定とはなら ないこと,また, cos α法の適用による応力算出値は 圧縮応力側にずれること,さらに,無応力状態のとき の回折環半径を基準として補正した後に cos α法を適 用すると,実用上十分な精度で応力値が得られること, などがいずれも確認できた.

以上より,エリアディテクタと cos a 法をベースと した新しい高精度・高効率な中性子応力測定が可能で あると結論できる。

本研究の中性子回折実験は日本原子力研究所東海研 究所の実験研究炉 JRR-3 を利用して行ったものであ り,同研究所の森井幸生博士,皆川宣明サブリーダ, 盛合敦氏に感謝する.また,中性子イメージングプレ ートに関するご助言に対し新村信雄博士(茨城大学)に 感謝する.

### 文 献

- (1) 林真琴・石渡雅幸・皆川宣明・舩橋達・J.H.ルート、材
   料,44-504 (1995),1115-1120.
- (2) 秋庭義明・田中啓介・竹園拓也・林真琴・皆川宣明・森 井幸生,材料,47-7 (1998),755-761.
- (3) 平修二・田中啓介・山崎利春、材料、27-294 (1978), 251-256.
- (4) 佐々木敏彦・広瀬幸雄,機論。61-590、A (1995)、2288-2295.
- (5) 佐々木敏彦・皆川宣明・森井幸生・新村信雄・広瀬幸雄、 機論, 69-688, A (2003), 1711-1716.
- (6) Noyan, I. C. and Cohen, J. B., Residual Stress, Measurement by Diffraction and Interpretation, (1987), 166, Springer-Verlag.

— 90 —