

X線回折環のフーリエ解析によるアルミニウム合金の応力測定

嘉村 直哉*, 宮崎 利行**, 佐々木敏彦***

Stress Measurement of Aluminum Alloy Using Fourier Analysis of X-ray Diffraction Rings

Naoya KAMURA*, Toshiyuki MIYAZAKI** and Toshihiko SASAKI***

Abstract

In this study, X-ray stress measurement of aluminum alloy A2017 using the Fourier analysis proposed by Miyazaki et al. was carried out. The validity of measured stresses was verified by a four point bending test. Coarsening grains existed in the specimen and spotty diffraction rings were obtained, nevertheless the Fourier analysis is applicable for such material. The stresses measured by Fourier analysis were in good agreement with both mechanical ones and the value obtained by the $\cos\alpha$ method. For the single X-ray incident, the measured stress obtained from the 311 diffraction plane particularly showed such correspondence to applied stress as compared with the 222 diffraction plane. The reliability of stress measurement was improved by using the in-plane averaging, and it was effective for every diffraction plane. The effect of enlargement of the X-ray irradiation area saturates, thus the areas to average should be selected appropriately in order to measure the stresses efficiently.

Key Words

X-ray diffraction, Stress measurement, Fourier analysis method, Aluminum alloy, Coarse grained material

1. 緒言

X線応力測定法の1つである $\sin^2\psi$ 法は、測定対象が等方均質であること、平面応力状態であること、深さ方向に急激な応力勾配がないことを前提とした測定理論である¹⁾。鉄鋼製の機械部品のX線応力測定では、溶接部の測定などを除けば材料の等方均質性が問題となることは少ない。しかしながら、圧延等によって集合組織が発達しやすい材料や粗大結晶粒を形成しやすい材料は等方均質性を有しないことがあり、そもそも0次元や1次元検出器方式のX線応力測定装置では回折X線を得ること自体が困難な場合がある。一方、2次元検出器方式においては上記のような材料の場合でも、斑点状あるいは不均一な環状の回折X線が得られる。

2次元検出器方式のX線応力測定法には、平ら²⁾が提案し、その後イメージングプレートの適用³⁾⁻⁷⁾が図られてきた $\cos\alpha$ 法、Heら⁸⁾が提案した2D法がある。Miyazakiら^{9), 10)}は $\cos\alpha$ 法をフーリエ級数で表し、X線回折環(以下、回折環)が不完全な場合でも応力測定が可能となる解析法(以下、フーリエ解析法)を提案した。

宮崎らは鋼に対してフーリエ解析法を適用し、その有効性を確認しているが、本研究ではアルミニウム合金に対する適用可能性を検討した。アルミニウム合金は実用金属材料として広範囲に使用されており、新幹線車両や航空機などの大型構造物や、自動車ボディへの適用も進んでいる。これら構造物の強度評価をする際には使用時に作用する応力のほか、残

留応力も考慮に入れなければならない。X線応力測定法は非破壊・非接触で残留応力を測定できる手法だが、アルミニウム合金は粗大結晶粒や集合組織が発生しやすく、また構造物の狭隙部を測定する際には回折環全周が取得できないといった問題が発生し得る。本研究は、上記のような測定対象に対してフーリエ解析法を適用した場合に得られる応力値の妥当性を検証することを目的としている。本稿では、粗大結晶粒を有するアルミニウム合金の平板に対してフーリエ解析法を適用した結果を報告する。

2. 解析法

フーリエ解析法では、回折環から得られるひずみ ε_α と回折環の中心角 α の関係を式(1)のようなフーリエ級数で表したときのフーリエ係数(以下、係数)から応力 σ_x を計算する⁹⁾。

$$\varepsilon_\alpha = a_0 + \sum_{k=1}^{\infty} (a_k \cos k\alpha + b_k \sin k\alpha) \dots\dots\dots (1)$$

平面応力状態を仮定し、Fig.1のような座標系でX線を照射したときに発生する回折環のひずみは以下のように表すことができる。

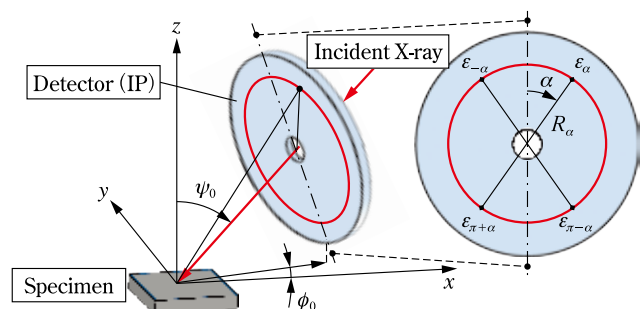


Fig.1 Determination of ε_α and definition of sample coordinate system

原稿受付：平成 29 年 2 月 23 日 掲載決定：平成 29 年 7 月 10 日

* NTN (株) 先端技術研究所 (三重県桑名市陽だまりの丘 5-105)
NTN Corporation Advanced Technology R&D Center
** アドバンスソフト (株) (東京都千代田区神田駿河台 4-3)
AdvanceSoft Corporation
*** 金沢大学 (石川県金沢市角間町)
Kanazawa University

$$\epsilon_\alpha = n_1^2 \epsilon_x + n_2^2 \epsilon_y + n_3^2 \epsilon_z + n_1 n_2 \gamma_{xy} \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 n_1, n_2, n_3 は ϵ_α の方向余弦であり、 η, ψ_0, α を用いると、

$$\begin{aligned} n_1 &= \cos\eta \sin\psi_0 - \sin\eta \cos\psi_0 \cos\alpha \\ n_2 &= \sin\eta \sin\alpha \quad \dots\dots\dots (3) \\ n_3 &= \cos\eta \cos\psi_0 + \sin\eta \sin\psi_0 \cos\alpha \end{aligned}$$

と表すことができる。ここで、 η はブラッグ角 θ の補角であり、 $\eta = 90 - \theta$ と表せる。また、 ψ_0 は X 線の入射角、 α は回折環の中心角で Fig.1 のように定義される。

式 (2), (3) およびフックの法則から、式 (1) 中の各係数 (a_0, a_k, b_k) は次式となる。なお、平面応力状態の場合、 $k \geq 3$ の係数は 0 となる。ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比であり、いずれも回折弾性定数¹¹⁾ である。

$$\begin{aligned} a_0 &= \frac{\sigma_x}{2E} \left[2\cos^2\eta \sin^2\psi_0 + \sin^2\eta \cos^2\psi_0 \right. \\ &\quad \left. - \nu \left\{ 2\cos^2\eta \cos^2\psi_0 + \sin^2(1 + \sin^2\psi) \right\} \right] \quad \dots\dots (4) \\ &\quad + \frac{\sigma_y}{4E} \left\{ (1 - \cos 2\eta) - \nu(3 + \cos 2\eta) \right\} \end{aligned}$$

$$a_1 = -\frac{1+\nu}{2E} \sin 2\eta \sin 2\psi_0 \cdot \sigma_x \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$b_1 = \frac{1+\nu}{E} \sin 2\eta \sin \psi_0 \cdot \tau_{xy} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$a_2 = \frac{1+\nu}{2E} \sin^2\eta \cos^2\psi_0 \cdot (\sigma_x - \sigma_y) \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$b_2 = -\frac{1+\nu}{E} \sin^2\eta \cos\psi_0 \cdot \tau_{xy} \quad \dots\dots\dots (8)$$

フーリエ解析法で σ_x を求める場合、式 (5) を用いる。すなわち、式 (5) より次式を得ることができる。

$$\sigma_x = -\frac{2E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} \cdot a_1 \quad \dots\dots\dots (9)$$

上式より、 E, ν, η, ψ_0 が既知であり、係数 a_1 を測定から決定できれば応力 σ_x が得られることになる。各係数の決定方法は文献^{9), 12)} で述べられているので本稿では割愛する。

一方、 $\cos\alpha$ 法では Fig.1 のように回折環上の 4 点のひずみを用いて応力を求める。回折環上のひずみから、

$$\epsilon_{\alpha 1} \equiv \frac{1}{2} \left[(\epsilon_\alpha - \epsilon_{\pi+\alpha}) + (\epsilon_{-\alpha} - \epsilon_{\pi-\alpha}) \right] \quad \dots\dots\dots (10)$$

と定義される左辺のパラメータ $\epsilon_{\alpha 1}$ を求めると、Fig.2 に示すように $\epsilon_{\alpha 1}$ と $\cos\alpha$ が線形になることを利用して σ_x を求める。すなわち、

$$\sigma_x = -\frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta} \frac{1}{\sin 2\psi_0} \left(\frac{\partial \epsilon_{\alpha 1}}{\partial \cos\alpha} \right) \quad \dots\dots\dots (11)$$

藤本ら¹²⁾ が述べている通り、平面応力状態ではフーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法は等価であることが式 (9) および式 (11) からわかるが、上述のとおり $\cos\alpha$ 法は回折環上の 4 点のひずみを用いて応力計算のためのパラメータを算出するため、回折環の一部が欠ける場合や斑点状になる場合では応力測定精度の低下が懸念される。本論文では、この点についても検証する。

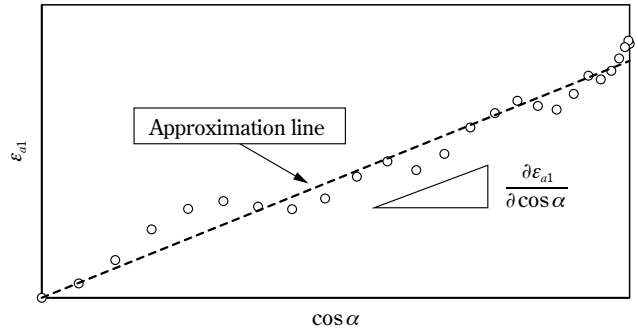


Fig.2 Schematic drawing of $\epsilon_{\alpha 1} - \cos\alpha$ diagram

3. 実験

3.1 試験片

フーリエ解析法で得られる応力値の妥当性を確かめるために四点曲げ試験を実施した。試験片は市販の圧延材から放電加工で $140 \times 20 \times 3\text{mm}$ の短冊形状に切り出した。試験片表面には放電加工によって熱影響層が生じるため、X線照射部(試験片の中央部)周囲の 8mm 四方には深さ $100\mu\text{m}$ の電解研磨を施し、その中央に X 線を照射した。さらに、X線照射部の裏側にひずみゲージを貼り付けてひずみ測定を行った。四点曲げ試験では試験片の表面と裏面に絶対値の等しい曲げ応力が作用するため、ひずみゲージで測定されるひずみとヤング率から求めた機械的応力と X 線測定で得られる応力値を比較することができる。

供試材にはアルミニウム合金 A2017P-F 材を使用した。A2017 は Cu を $3.5 \sim 4.5\%$ 、Mn を $0.4 \sim 1.0\%$ 、Mg を $0.4 \sim 0.8\%$ 含むアルミニウム合金であり、時効によって機械的性質を向上させることもできるが、今回は特に熱処理はせず、受入材で試験片を作製した。

試験片切り出し前の材料の組織写真を Fig.3 に示す。腐食はフッ化水素酸、塩酸、硝酸の混合水溶液で行った。Fig.3 より、結晶粒が細長く展伸されている様子が見てとれる。回折 X 線の検出に 2 次元検出器を用いる場合、X 線照射領域内に 250 個以上の結晶粒が存在すれば $\sin^2\psi$ 法による応力測定が可能である¹³⁾ とされており、後述する X 線測定条件から概算した $\sin^2\psi$ 法が適用可能な最大結晶粒径は約 $150\mu\text{m}$ となるが、本材料は結晶粒のサイズ(長手方向の長さ)は $200\mu\text{m}$ 程度となっていることがわかる。したがって、 $\sin^2\psi$ 法での応力測定は困難であることが推測できる。

3.2 X線測定条件

回折環の取得にはパルステック工業製の $\mu\text{-X360}$ を使用した。

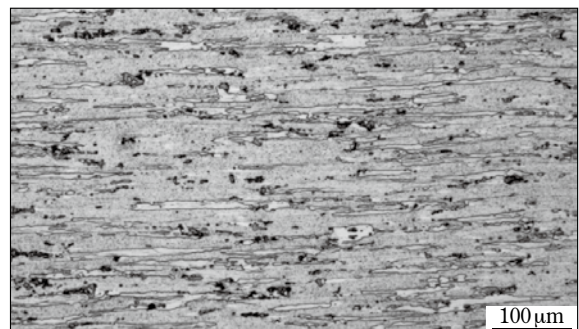


Fig.3 Microstructure of specimen etched with $\text{HF} + \text{HCl} + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}$

論文

本装置は2次元X線検出器の1つであるイメージングプレートを使用しており、回折環を全周にわたって取得することが可能である。詳細な測定条件を **Table 1** に示す。応力計算に使用するX線のヤング率 E は結晶学的に計算される値であり、後述する機械的なヤング率とは区別される。今回は Kröner モデル¹⁴⁾ から計算した値を用いた。X線のヤング率 $E_{(hkl)}$ 、ポアソン比 $\nu_{(hkl)}$ は回折面によって異なり、311回折では $E_{(311)} = 69.3 \text{ GPa}$ 、 $\nu_{(311)} = 0.348$ 、222回折では $E_{(222)} = 72.5 \text{ GPa}$ 、 $\nu_{(222)} = 0.341$ を用いた。なお、弾性定数の計算に使用した単結晶の弾性スティフネス¹⁵⁾ は **Table 2** に示す通りである。

Table 1 X-ray measurement condition

Characteristic X-ray	Cr K α
Diffraction line, hkl	Al, 311 & 222
Tube condition	30kV, 1mA
X-ray irradiation diameter, mm	2
Incident angle ψ_0 , deg.	35
Exposure time, s	40

Table 2 Stiffnesses of single crystal of Aluminum

c_{11}	c_{12}	c_{44}
106.78	60.74	28.21

(Unit: GPa)

3.3 四点曲げ試験

上述の試験片を四点曲げ用の治具に設置し、負荷を与えながらX線を照射した。治具の模式図を **Fig.4** に示す。外側スパンの間隔は120mm、内側スパンの間隔は60mmである。治具中央のねじを回転すると内側スパンが上昇し、試験片に曲げ負荷が加わる構造である。時効していないA2017の0.2%耐力は約70MPa¹⁶⁾ だが、70MPaの曲げ負荷を加えるとスパンの接触部で塑性変形が生じる可能性があるため、負荷は最大で45MPaとした。なお、応力計算時に用いた機械的ヤング率は71.6GPa¹⁶⁾ とした。

3.4 測定精度の改善

Miyazaki ら¹⁷⁾ によると、斑点状の回折環にフーリエ解析法を適用したときの応力測定精度は In-plane averaging によって改善可能である。In-plane averaging とは、X線の照射位置を移動して都度測定し、情報を得る領域を拡大することで応力測定精度を向上させる手法で、アルミ合金にも有効であるかを確認した。試料は上述の四点曲げ試験と同じものを使用した。In-plane averaging を適用する際のX線照射位置番号を

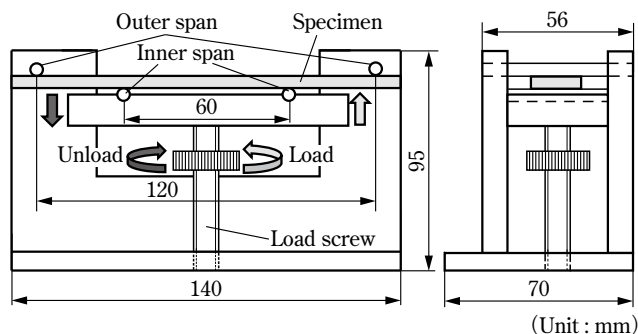


Fig.4 Schematic drawing of four point bending

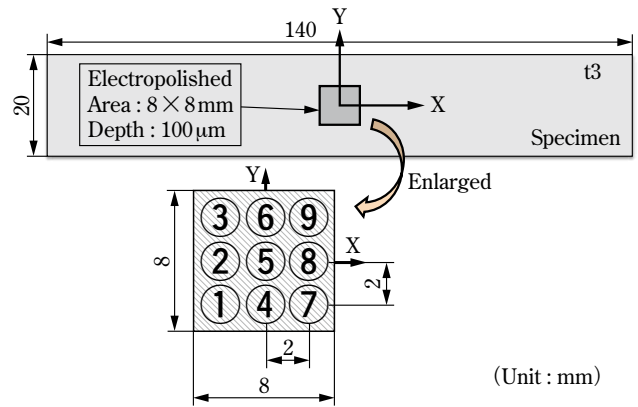


Fig.5 Measurement points for in-plane averaging

Fig.5 に示す。試料表面の8×8mmの電解研磨面を2mm間隔で9点測定し、前節までと同じ手順でフーリエ解析法による応力計算を行った。

4. 実験結果および考察

4.1 回折環

Fig.6 に無負荷時の回折環を示す。また、**Fig.7** に回折環の中心角 α に対する回折強度の変化（回折強度分布）を示す。**Fig.6** において、内側の回折環は222回折、外側の回折環は311回折のものである。**Fig.6** および **Fig.7** から、222回折の回折環は $\alpha = 30^\circ, 340^\circ$ 付近にのみ回折斑点が確認できる。それに対して311回折の回折環は $\alpha = 0^\circ, 130^\circ, 230^\circ$ 付近に回折斑点があるほか、環状の回折線も確認できる。しかし、いずれ

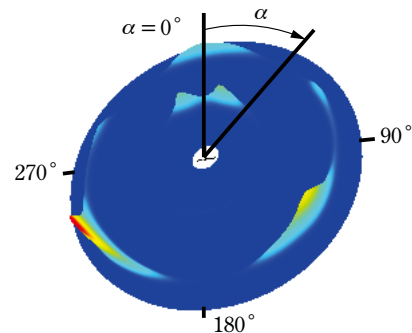


Fig.6 Diffraction rings of unloaded specimen
Inner ring is 222 diffraction and outer one is 311 diffraction

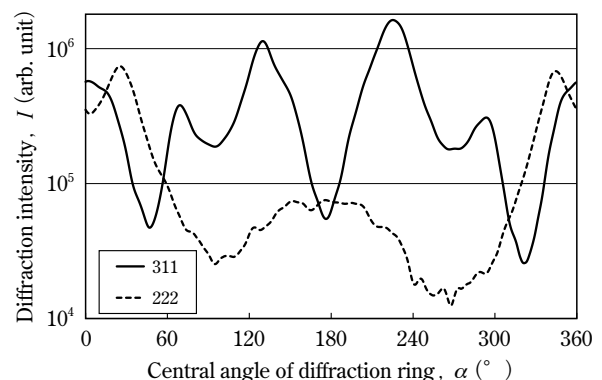


Fig.7 Diffraction intensity I distributions with respect to central angle of diffraction ring α

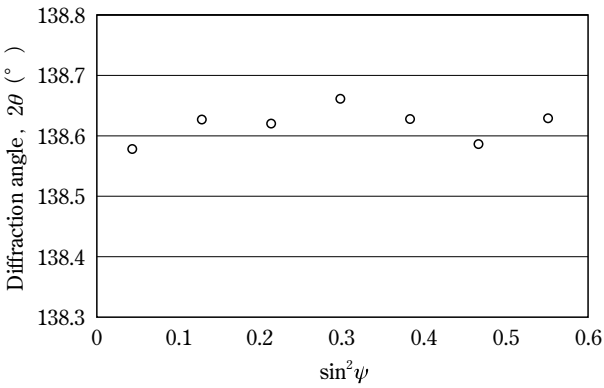


Fig. 8 Example of $2\theta - \sin^2\psi$ diagram while $\sigma_{app.} = 45$ MPa

の回折環も回折強度の変動が大きく、 $\sin^2\psi$ 法による応力測定が適さない結晶粒の状態となっていることがわかる。参考として45MPa負荷時 ($\sigma_{app.} = 45$ MPa) の $\sin^2\psi$ 法での測定例を Fig. 8 に示す。応力計算に使用する $2\theta - \sin^2\psi$ 線図が波打っているため、正確な応力値が得られないことがわかる。

4.2 四点曲げ試験

Fig. 9 に四点曲げ試験の最大負荷時 ($\sigma_{app.} = 45$ MPa) の $\epsilon_{\alpha 1} - \cos\alpha$ 線図を示す。X線の照射位置は Fig. 5 中の⑤の位置である。回折環の斑点化の影響で線図の直線性が悪化しており、特に222回折で顕著である。

次に、種々の負荷応力を与えたときの負荷応力とX線応力の関係を Fig. 10 に示す。エラーバーは $\cos\alpha$ 法で得られた応力値に対するものである。Fig. 10 (a) は311回折を用いた結果、Fig. 10 (b) は222回折を用いた結果である。得られた応力値は311回折、222回折ともに $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法でほぼ等しくなり、フーリエ解析法で得られた値と負荷応力の決定係数 (R^2 値) は311回折で0.964、222回折で0.905であった。以上より、フーリエ解析法は粗大結晶を有する本アルミ合金に対しても適用可能で、 $\cos\alpha$ 法とほぼ同じ応力値が得られることがわかった。

4.3 In-plane averaging による測定精度の改善

Fig. 11 はフーリエ解析法で応力計算を行い、かつ In-plane averaging を適用した四点曲げ試験結果である。相関係数は311回折で0.998、222回折で0.992となり、より相関性の良好な値が得られることがわかる。311回折と222回折で約10MPaの差があるのは、結晶の弾性異方性¹⁸⁾によって圧延時の残留応力に異方性が生じたためであると考えられ、無負荷時に測定された応力値を各負荷での応力値から差し引けば

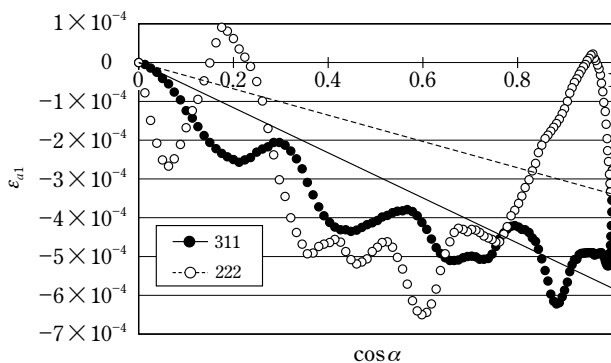
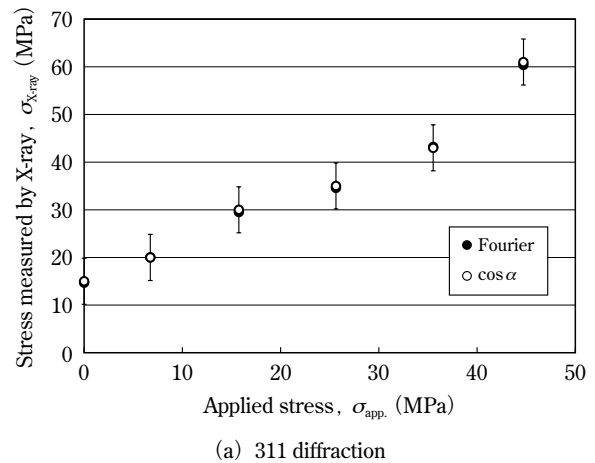
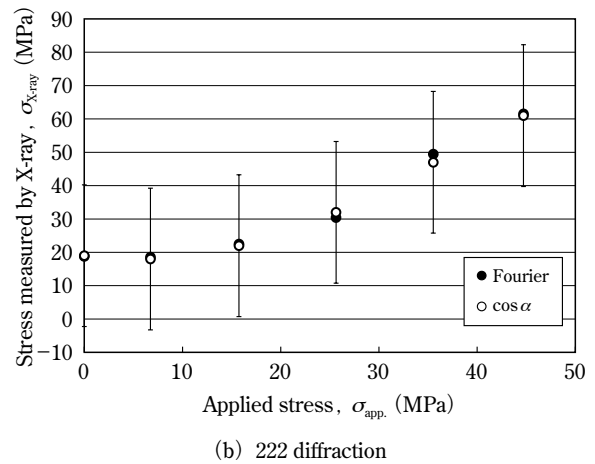


Fig. 9 $\epsilon_{\alpha 1} - \cos\alpha$ diagrams and approximation lines while $\sigma_{app.} = 45$ MPa



(a) 311 diffraction



(b) 222 diffraction

Fig. 10 Relationship between stress applied by four point bending ($\sigma_{app.}$) and stress measured by X-ray (σ_{X-ray}) at irradiation point "⑤" on Fig. 5

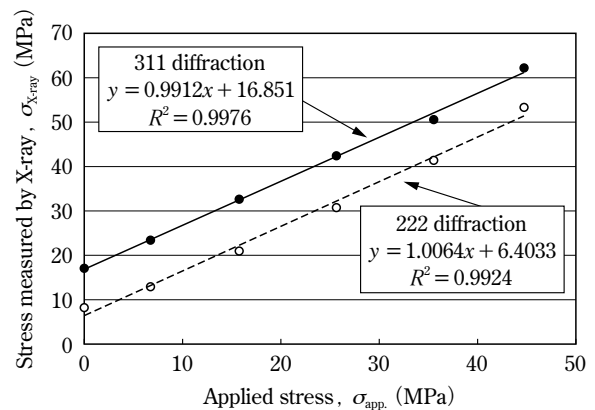


Fig. 11 Relationship between stress applied by four point bending ($\sigma_{app.}$) and stress measured by X-ray (σ_{X-ray}) using in-plane averaging

両者はほぼ一致する。

X線応力測定では回折面のひずみ感度が応力の測定精度に影響し¹⁹⁾、回折角が180°に近いほど測定精度は良くなる。Fig. 11で222回折の直線性が311回折に比べて悪いのはこの影響によるものと考えられる。

Fig. 5のそれぞれの測定点で得られた応力値は測定位置によってばらつきがあり、無負荷時と最大負荷時には Fig. 12のような値が各測定位置で得られた。アルミニウム合金を圧延加工すると、圧延表面から内部にかけて加工硬化の度合いに

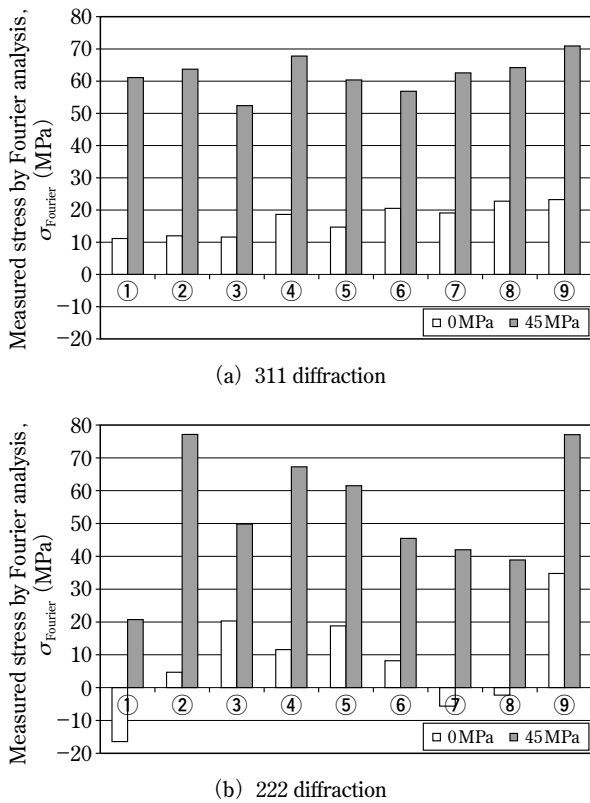


Fig.12 Measured stresses of each X-ray incident area used for in-plane averaging (σ_{Fourier}) where the horizontal axis is the number of X-ray irradiation point on Fig.5

差が生じること²⁰⁾が報告されており、これが局所的な応力値のばらつきの原因の1つであると考えられる。

Fig.13はIn-plane averagingで用いる測定点数と、負荷応力(σ_{app})とフーリエ解析法で得られた応力(σ_{Fourier})の相関係数の関係である。Fig.13より、311回折の場合は測定点数を5点以上、222回折の場合は9点以上とすれば十分な信頼性向上効果が得られることがわかる。したがって、効率良く高精度に応力を測定するためには適切な測定点数を選択する必要があると言える。また、平均化の範囲を十分に大きく取れば311回折と222回折から得られる応力値の信頼性は同等になることがわかる。このことは、X線照射径の拡大や入射X線の揺動、試料の回転揺動のような手段をとらずに、X線の照射位置を平面移動し測定点数を多くすることで粗大結晶粒を

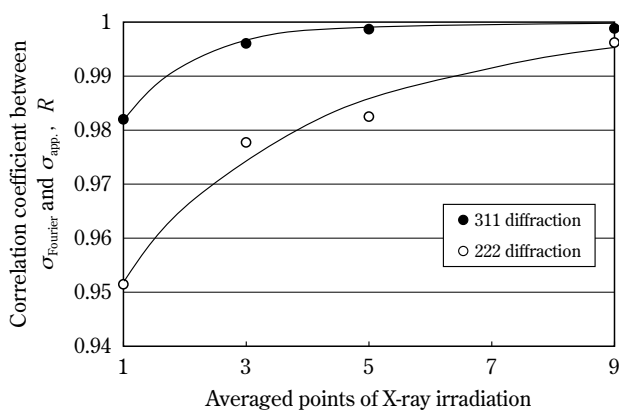


Fig.13 Relationship between correlation coefficient R (σ_{Fourier} vs. σ_{app}) and averaged data points

有する材料の巨視的な応力が測定可能であることを示唆している。ただし、X線照射領域内に存在する結晶粒の数によって平均化に必要な測定点数は変化するため、熱処理や製造方法が異なる材料に対して本方法を適用する場合には、その都度、結晶粒径と応力測定精度の関係を把握しておかなければならない。今後、回折強度分布の不均一さと結晶粒径の関係から最適なX線照射領域を推定する手法を検討する。

5. 結言

アルミニウム合金A2017から作製した試験片を四点曲げ試験に供し、フーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法で応力測定を行い、それぞれの方法で得られる応力値の妥当性を検討した結果、以下の知見が得られた。

- (1) 粗大結晶粒を有するアルミニウム合金に対してもフーリエ解析法は $\cos\alpha$ 法とほぼ等しい応力値が得られる。
- (2) 応力解析に使用する回折面によってIn-plane averagingによる応力測定精度の向上効果が異なる。

今後、回折強度分布と結晶粒径および配向の関係を定量的に把握して測定点数を最適化する手法を検討する。また、チタン合金やマグネシウム合金など、工業的に利用される他の非鉄金属に対しても同様の検討を行い、フーリエ解析法の適用可能性を確認する。

参考文献

- 1) I. C. Noyan and J. B. Cohen: Residual stress -Measurement by Diffraction and Interpretation-, Springer-Verlag New York, (1987)
- 2) 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, 27(294), pp.251-256, (1978)
- 3) 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, 39(8), pp.666-671, (1990)
- 4) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄: 2次元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, 44(504), pp.1138-1143, (1995)
- 5) 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), 61(590), pp.180-187, (1995)
- 6) 丸山洋一, 宮崎利行, 佐々木敏彦: イメージングプレートを用いた $\cos\alpha$ 法に適したX線応力測定装置の開発と検証, 材料, 64(7), pp.560-566, (2015)
- 7) 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), 63(607), pp.533-541, (1997)
- 8) B. B. He, U. Preckwinkel and K. L. Smith: Advantages of using 2D detectors for residual stress measurements, Advances in X-ray analysis, 42, pp.429-438, (1998)
- 9) T. Miyazaki and T. Sasaki: X-ray stress measurement with two-dimensional detector based on Fourier analysis, International Journal of Materials Research (formerly Zeitschrift fuer Metallkunde), 105(9), pp.922-927, (2015)
- 10) T. Miyazaki and T. Sasaki: X-ray stress measurement from an imperfect Debye-Scherrer ring, International Journal of Materials Research (formerly Zeitschrift fuer Metallkunde), 106(3), pp.237-241, (2015)
- 11) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明: 残留応力のX線評価—基礎

- と応用一, 養賢堂, p.103, (2006)
- 12) 藤本洋平, 宮崎利行, 佐々木敏彦: デバイリングのフーリエ解析による鉄鋼材料のX線応力測定, 材料, 64(7), pp.567-572, (2015)
 - 13) 富永 真, 秋庭義明: 2次元X線検出器による応力測定精度に及ぼす測定条件の影響, 材料, 63(7), pp.521-526, (2014)
 - 14) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明: 残留応力のX線評価—基礎と応用一, 養賢堂, pp.282-285, (2006)
 - 15) G. N. Kamm and G. A. Alers: Low-Temperature Elastic Moduli of Aluminum, Journal of Applied Physics, 35(327), pp.327-330, (1964)
 - 16) 日本アルミニウム協会: アルミニウムハンドブック 第7版, 日本アルミニウム協会, p.43, (2007)
 - 17) T. Miyazaki, Y. Fujimoto and T. Sasaki: Improvement in X-ray stress measurement using Debye-Scherrer rings by in-plane averaging, Journal of Applied Crystallography, 49, pp.241-249, (2016)
 - 18) 本間和男, 細川智生, 有間淳一, 常永寿伸: X線応力測定法に関する二, 三の問題 (I), 材料, 18(195), pp.1053-1059, (1969)
 - 19) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明: 残留応力のX線評価—基礎と応用一, 養賢堂, pp.99-100, (2006)
 - 20) 中山栄浩, 鷹合徹也: 5083アルミニウム合金における冷間圧延時の残留応力と低温衝撃吸収エネルギー, 軽金属, 40(8), pp.599-605, (1990)