

# 学 位 論 文 要 旨

二次元検出器方式 X 線応力測定法による  
粗大結晶粒材料の測定精度向上に関する研究  
A Study on Improvement of Measurement Accuracy of  
Coarse Grained Materials by X-ray Stress Measurement Method  
Using Two-Dimensional Detector

金沢大学大学院自然科学研究科

機械科学専攻

藤本 洋平

## Abstract

In this study, the applicability of the  $\cos\alpha$  method and the Fourier analysis method was investigated about ferritic steels and austenitic stainless steels. For the specimen, S45C, has mean grain size about  $30\mu\text{m}$ , and SUS304, has mean grain size about  $50\mu\text{m}$ , were used. In order to clarify the applicability of the  $\cos\alpha$  method and the Fourier analysis method, a four-point bending test was conducted. X-ray stress measured based on the  $\cos\alpha$  method and Fourier analysis method, and applied stress measured by a strain gauge were compared. To improve the effect of measurement accuracy deterioration due to coarse grains, the in-plane averaging and the plane oscillation were conducted. In the plane oscillation, sufficient measurement accuracy was obtained by setting the X-ray irradiation area to  $6 \times 6 \text{ mm}^2$ . In the in-plane averaging, similar measurement accuracy as the plane oscillation was obtained by controlling the misalignment of the measurement position. Furthermore, it was shown that the number of measurement points required for In-plane averaging can be determined by observing the convergence of the power spectrum of strains obtained by X-ray measurement. By applying results of this study, the applicability of the  $\cos\alpha$  method and the Fourier analysis method for ferritic steels and austenitic stainless steels was clarified.

## 1. 緒言

機械構造物の設計では、部材内に作用する応力を検討することが重要である。また、部材の残留応力状態を監視することが、製品の品質管理の観点から重要である。また、実機を破壊することなく非破壊で、かつ、現場で残留応力を測定できることが必要である。

残留応力の測定では、X線応力測定法が最も広く用いられる。X線応力測定法の特徴は、残留応力が非破壊、非接触、局部的に測定可能であることである。また、X線回折現象を利用して結晶格子の間隔を通してひずみを求める方法であるため、測定原理が比較的明確である点も特徴の一つである。

X線応力測定法の新しい技術の一つである  $\cos\alpha$ 法は、2次元検出器により得られたデバイリングから応力を求める手法である。2次元X線検出器を利用することで、装置の大きさや重量を従来の1/10以下に小型・軽量化可能にし、可搬性を向上させた。また、測定時間も従来と比べほぼ1/10に短縮した。

一方、 $\cos\alpha$ 法と同じく2次元X線検出器を用いるフーリエ解析法は、デバイリングより得られるひずみの周期性に着目し、ひずみをフーリエ解析して応力を決定する手法である。 $\cos\alpha$ 法をフーリエ級数で表すことで一般化したものであり、平面応力状態では、フーリエ解析法は $\cos\alpha$ 法と等価である。 $\cos\alpha$ 法は応力の算出にデバイリング上の4種類のひずみデータを必要とするのに対し、フーリエ解析法は1種類のひずみデータのみから応力算出が可能である特徴を持つ。したがって、デバイリング全周の回折強度の変動が大きい場合や歯車の歯元などの狭隘部の測定でデバイリング上の一部のひずみデータが取得できない場合の応力測定に対して有利な測定方法であると考えられる。なお、フーリエ解析法の測定装置は、

$\cos\alpha$ 法と同様の装置が利用可能である。

以上より、 $\cos\alpha$ 法およびフーリエ解析法が、現場適用性が高く、現場での応力測定に期待が持てる手法であると考えられる。しかし、両方法の検討の多くはフェライト系鉄鋼材料に関するものである。Miyazaki らは結晶粒径が十分に微細な炭素工具鋼についてフーリエ解析法の有効性を報告しているが、工業的な利用価値を高めるためにはその他の材料についても適用性を明らかにする必要がある。また、 $\cos\alpha$ 法およびフーリエ解析法は、光学系にピンホールスリットを使用するため、X線照射面積が比較的狭くなり、粗大結晶粒材料の測定ではデバイリングがスポッティになりやすく測定精度が悪化しやすい。工業材料には種々の結晶粒径を有するものがあるので、上記の点は  $\cos\alpha$ 法およびフーリエ解析法の実用上の大きな課題であり、検討を要する。したがって、本研究では、より一般的で、工業的な利用価値が高く、比較的粗大な結晶粒径を有する、機械構造用炭素鋼 S45C およびオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 に対し、 $\cos\alpha$ 法およびフーリエ解析法の適用可否を検討した。

## 2. $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の測定精度の検証

### 2.1 試験片

試験片には、形状が 130 mm × 20 mm × 3 mm の市販の機械構造用炭素鋼 S45C の受入材を用いた。試験片表面中央の 10 mm × 10 mm の領域には、加工変質層の影響を取り除くため約 150  $\mu\text{m}$  電解研磨を施し、その領域内で X 線測定を行った。試験片断面の顕微鏡組織写真を図 1 に示す。

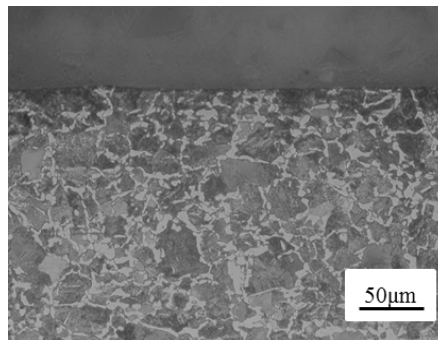


図 1 S45C の顕微鏡組織写真

### 2.2 実験条件

フーリエ解析法と  $\cos\alpha$ 法で四点曲げ試験を実施し、両者の結果を比較した。四点曲げ治具により段階的に負荷を行い、X線回折により測定した応力と X 線照射面の裏面に貼り付けたひずみゲージから換算された負荷応力を比較した。X 線測定にはパルステック工業社製の  $\mu\text{-X360}$  を使用し、Cr-K $\alpha$ 特性 X 線の 211 回折を利用して応力を測定した。また、無負荷時の回折角  $2\theta$  および X 線の弾性定数は、 $\sin^2\psi$ 法により別途測定した値 ( $2\theta=157.0^\circ$ ,  $E/(1+\nu)=238\text{ GPa}$ ) を用いた。

## 2.3 実験結果

図2および図3に、測定により得られたデバイリングおよび  $a_1\text{-cos}\alpha$  線図を示す。これらより、均一なデバイリングが得られており、 $a_1\text{-cos}\alpha$  線図も線形であることがわかる。そのため、X線応力測定に十分な回折データが得られていると思われる。また、 $\text{cos}\alpha$ 法とフーリエ解析法の  $a_1\text{-cos}\alpha$  線図の近似直線がほぼ一致していることがわかる。そのため、 $\text{cos}\alpha$ 法とフーリエ解析法の測定精度は同程度であると言える。

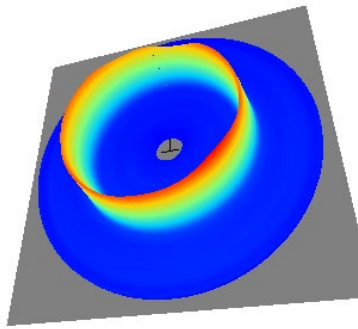


図2 デバイリング

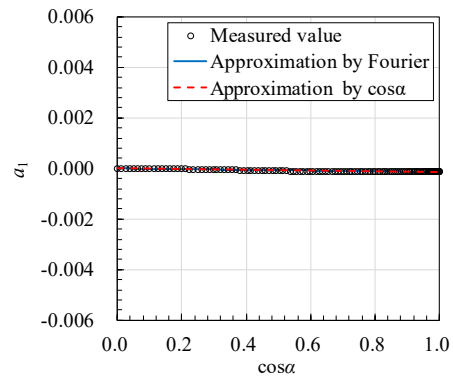


図3  $a_1\text{-cos}\alpha$ 線図

図5に、四点曲げ試験結果を示す。四点曲げ負荷試験時のX線応力測定により、フーリエ解析法と  $\text{cos}\alpha$ 法の結果が傾きで100%、切片で98%一致した。以上のことから、S45C材でも、フーリエ解析法の測定精度は  $\text{cos}\alpha$ 法と同程度であることが判明した。

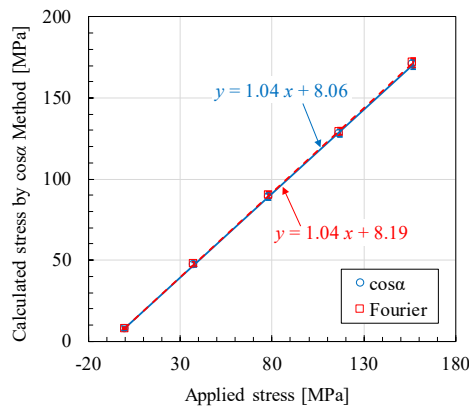


図5 四点曲げ試験結果

## 3. 粗大結晶粒材料の応力測定精度向上に関する検討とデバイリングの spotty さの評価方法の提案

### 3.1 試験片

SUS304 に対する  $\text{cos}\alpha$ 法およびフーリエ解析法の有効性を確認するため、四点曲げ試験を

実施した。試験片は受け入れままの状態であり、 $140\text{ mm} \times 20\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ の短冊形状に切り出して使用した。加工の影響を除去するため、試験片中央部表面の $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ の範囲に深さ約 $150\text{ }\mu\text{m}$ の電解研磨を施し、その領域内でX線応力測定を実施した。X線照射面の裏面にはひずみゲージを貼付け、得られたひずみ値に機械的弾性定数 $193\text{ GPa}$ を乗じることで負荷応力に換算した。図6に、本研究の試験片と同材の顕微鏡組織写真を示す。同図より、平均結晶粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 程度であることがわかる。日本材料学会のX線応力測定法標準では、 $14\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ のX線照射領域に対して $30\text{ }\mu\text{m}$ 以上の結晶粒径において粗大結晶粒の影響により測定精度が悪化するとされており、本測定（X線照射領域は約 $3\text{ mm}^2$ ）ではその影響が懸念される。

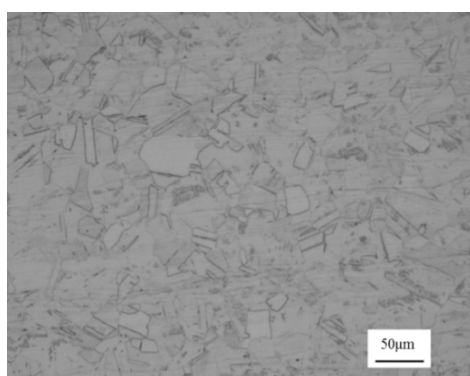


図6 SUS304の顕微鏡組織写真

### 3.2 実験条件

X線源としてCr管球およびMn管球を使用し、標準条件であるCr-K $\beta$ 特性X線の311回折（回折角 $2\theta_0=148.5^\circ$ ）とMn-K $\alpha$ 特性X線の311回折（回折角 $2\theta_0=152.3^\circ$ ）を利用して応力を測定する場合について検討した。なお、X線の弾性定数は、日本材料学会の標準値（ $E/(1+\nu)=149\text{ GPa}$ ）を用いた。X線応力測定装置には、パルステック工業社製 $\mu$ -X360を用いた。

また、粗大結晶粒の影響による測定精度悪化の影響を低減するため、In-plane averagingと試料平面揺動法を実施した。In-plane averagingとは、隣接する複数の測定点に対する測定結果を平均化することで、測定精度を確保する手法である。一方、試料平面揺動法は、 $\cos\alpha$ 法が単一X線入射で応力測定可能という特性を活かし、X線照射中に試料または装置を平行に往復移動させることでX線照射領域を拡大し、回折に寄与する結晶数を増加させる手法である。本研究では、四点曲げ治具をX-Yステージ上に取り付け、自動マッピング測定および平面揺動測定を可能にし、In-plane averagingと試料平面揺動法がSUS304にも有効であるか確認した。図7に、In-plane averagingと試料平面揺動法の測定領域を示す。電解研磨した面内の $6\text{ mm} \times 6\text{ mm}$ の領域を、In-plan averagingでは $2\text{ mm}$ 間隔で基盤の目状に合計9点測定し、試料平面揺動法では1回のX線照射中（X線照射時間 $60\text{ s}$ ）に試料をX線装置に

対して平行移動させながら一度に X 線測定し、1 個のデバイリングを得て応力解析を行った。

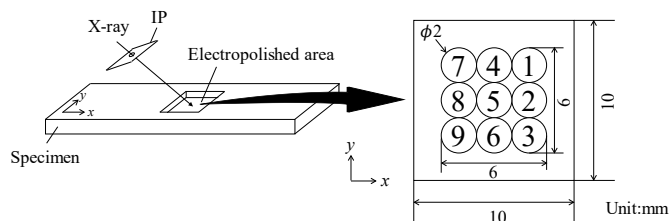


図 7 In-plane averaging の測定点と試料平面揺動法の測定範囲

図 8 および図 9 は、測定点 1 点のみの場合と試料平面揺動法の場合に得られるデバイリングおよび  $a_1$ - $\cos\alpha$  線図の比較である。測定点 1 点のみの場合では、各測定点の X 線照射領域が結晶粒径に対して小さいため、spotty なデバイリングと非線形な  $a_1$ - $\cos\alpha$  線図が得られたことがわかる。一方、試料平面揺動法では、X 線照射領域が 1 点のみの測定よりも大きくなるため、完全に均一までではないものの、デバイリングの spotty さの低減が見られており、 $a_1$ - $\cos\alpha$  線図の線形性も改善している。

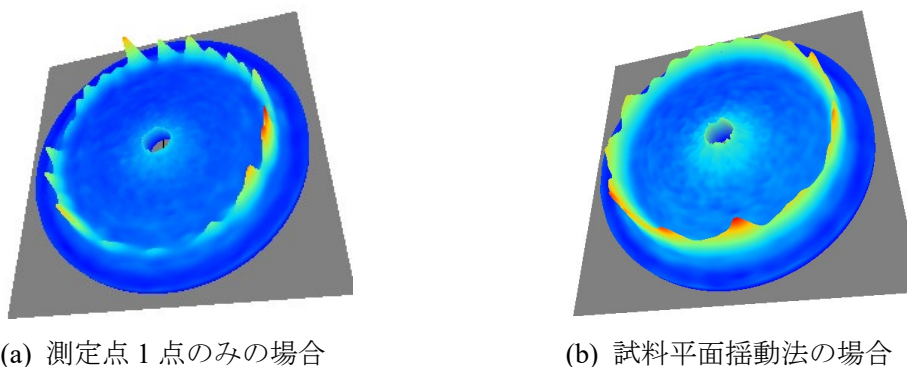


図 8 デバイリングの測定例

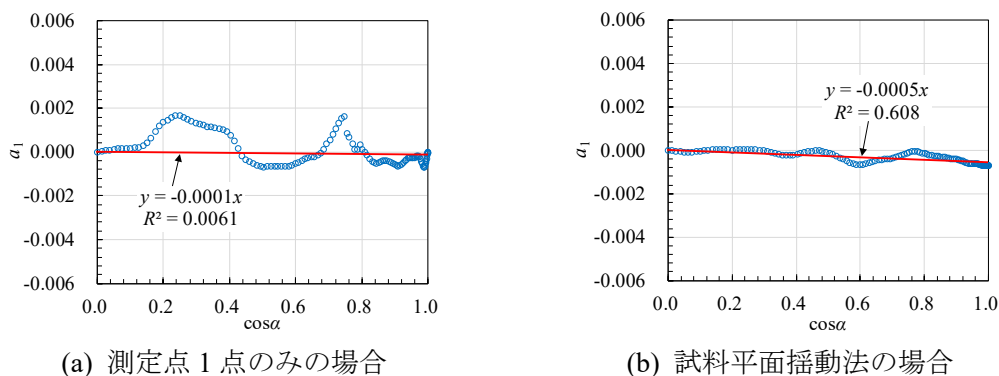


図 9  $a_1$ - $\cos\alpha$  線図の測定例

### 3.3 実験結果

#### 3.3.1 $\cos\alpha$ 法の実験結果

図 10 に、Cr-K $\beta$ 特性 X 線を利用した場合と Mn-K $\alpha$ 特性 X 線を利用した場合に得られるデバイリングの比較を示す。Mn-K $\alpha$ 特性 X 線で得られるデバイリングの方が、Cr-K $\beta$ 特性 X 線で得られるデバイリングよりもバックグラウンドノイズが小さいことがわかる。これは、Mn-K $\alpha$ 特性 X 線による測定では K $\beta$ 線カットフィルタを用いて X 線を単色化し連続 X 線や回折に寄与しない特性 X 線によるバックグラウンドを低減しているのに対し、Cr-K $\beta$ 特性 X 線による測定では K $\beta$ 線を利用して応力を測定するため K $\beta$ 線カットフィルタを外して測定しなければならず連続 X 線や回折に寄与しない特性 X 線の影響を受けるためである。

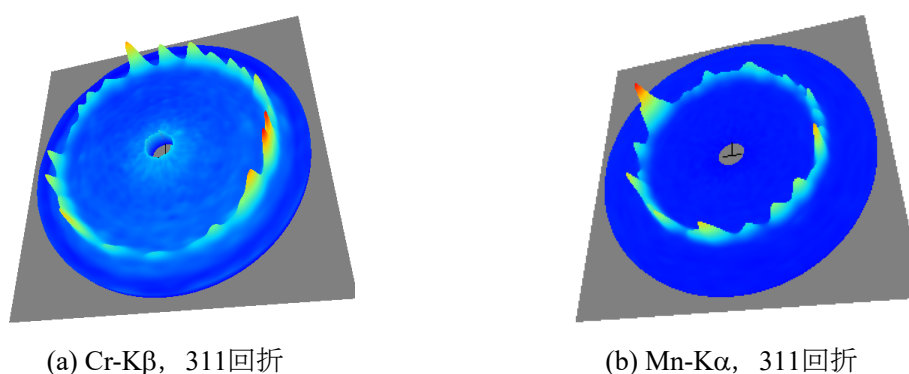


図 10 デバイリングの測定例

図 11 に、Cr-K $\beta$ 特性 X 線を利用した場合の四点曲げ試験結果を示す。同図中には In-plane averaging と試料平面揺動法の結果をそれぞれ●、■のプロットで示した。なお、▲については後述する。その結果、負荷応力と算出応力の傾きは、In-plane averaging では 1.27、試料平面揺動法では 0.95 であった。試料平面揺動法では傾き 1 に近い関係が得られたが、In-plane averaging では傾き 1 の関係からやや外れる結果となった。

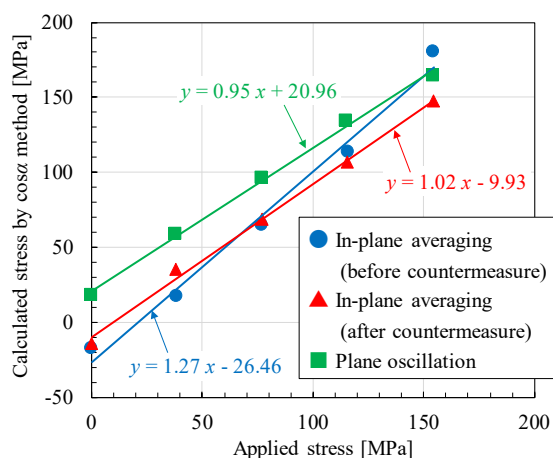


図 11 Cr-K $\beta$ 特性 X 線を利用した場合の四点曲げ試験結果

図 12 は、各負荷レベル間における回折強度の不一致度について、パラメータ  $S_{\mu\epsilon}$  を用いて表したものである。ここで、 $S_{\mu\epsilon}$  は、負荷ひずみを与えた時の回折 X 線の強度から無負荷時の回折 X 線の強度を引いた値の絶対値をデバイリング全周分積算した値とし、式 (1) により定義した。

$$S_{\mu\epsilon} = \sum_{i=1}^n |I_{\alpha i(\mu\epsilon)} - I_{\alpha i(0\mu\epsilon)}| \quad (1)$$

ここで、 $I_{\alpha i(\mu\epsilon)}$  は負荷ひずみを与えた時の中心角  $\alpha$  上の回折 X 線の強度、 $I_{\alpha i(0\mu\epsilon)}$  は無負荷時の中心角  $\alpha$  上の回折 X 線の強度である。なお、 $n$  はデバイリングの分割数であり、本研究ではデバイリングを 500 分割している ( $n=500$ )。

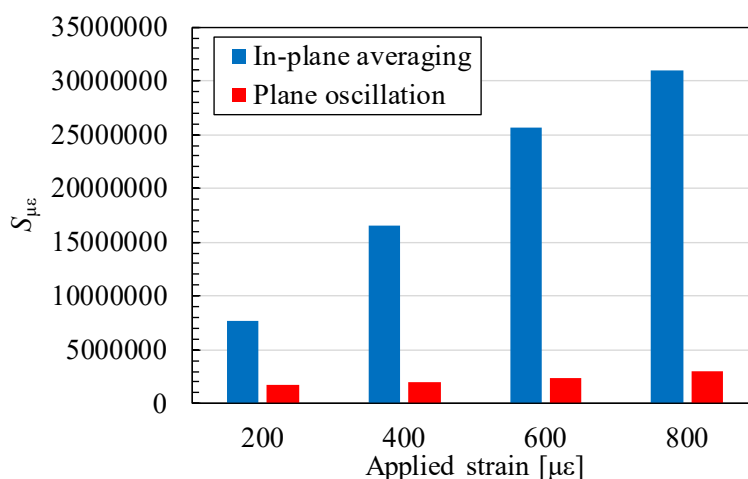


図 12 In-plane averaging と試料平面揺動法の  $S_{\mu\epsilon}$  の比較

図 12 より、試料平面揺動法では各負荷レベルにおいて回折 X 線強度分布のパターンが概ね一致しているが、In-plane averaging の測定結果では不一致が見られる。各負荷レベルで同じ測定点の位置を測定している場合は、デバイリング全周の回折 X 線強度分布のパターンの差異は少ないと考えられるので、In-plane averaging では四点曲げ負荷による試験片のたわみの影響等により X 線照射位置のずれが生じたと考えられる。そのため、本研究では、四点曲げ負荷でたわんだ量の影響を都度調節することで、各負荷で同一の測定点を測定できるよう試みた。この時、同一の測定点を測定できているかどうかの確認方法として、負荷レベルごとに都度式 (1) の  $S_{\mu\epsilon}$  を算出し、本研究では  $S_{\mu\epsilon} = 500000$  以下となるように調整した。図 13 に、位置ずれ対策前後の  $S_{\mu\epsilon}$  の結果を示す。位置ずれ対策後は  $S_{\mu\epsilon}$  が大きく低減していることがわかる。また、本対策前においては、負荷レベルに伴って  $S_{\mu\epsilon}$  の値が徐々に増大していることもわかる。



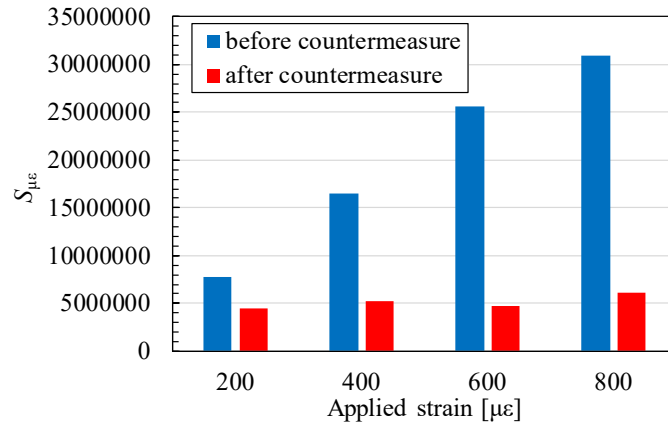


図 13 位置ずれ対策前後の  $S_{\mu\epsilon}$  の比較

位置ずれ対策後の In-plane averaging の結果を、図 8 に▲で示した。その結果、本位置ずれ対策により In-plane averaging の応力が負荷応力に対して実用上十分な範囲で傾き 1 に近づく (=1.02) ことがわかる。すなわち、 $S_{\mu\epsilon}$ を用いる本手法は、粗大結晶粒材料の四点曲げ試験の傾きの改善に有効であるといえる。

上記と同様の方法で Mn-K $\alpha$  特性 X 線を用いて四点曲げ試験を行った結果を図 14 に示す。同図中には In-plane averaging と試料平面揺動法の結果をそれぞれ●、■のプロットで示した。なお、比較のため、Cr-K $\beta$ 特性 X 線の In-plane averaging と試料平面揺動法の結果も▲と◆のプロットでそれぞれ示した。その結果、負荷応力と算出応力の傾きは、In-plane averaging では 0.98、試料平面揺動法では 1.00 でありほぼ傾き 1 の関係が得られた。また、Mn-K $\alpha$  特性 X 線と Cr-K $\beta$ 特性 X 線で同等の結果が得られた。

以上より、本 In-plane averaging または試料平面揺動法を用いることにより  $\cos\alpha$ 法で平均結晶粒径 50  $\mu\text{m}$  程度の SUS304 の応力測定が可能であることが判明した。

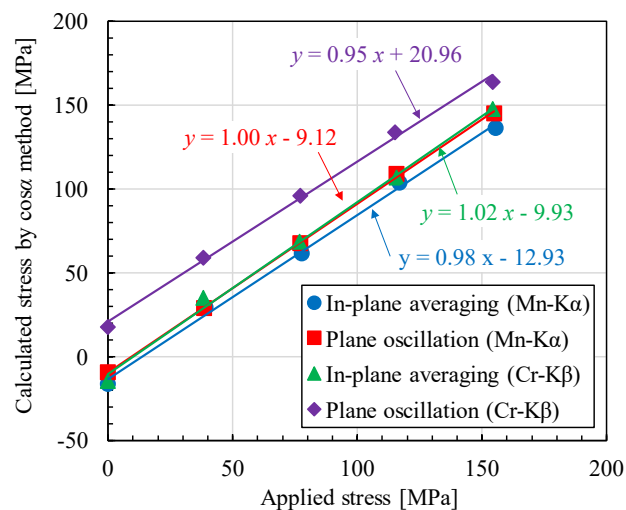


図 14 Mn-K $\alpha$ 特性 X 線を利用した場合の四点曲げ試験結果

### 3.3.2 フーリエ解析法の実験結果

フーリエ解析法で四点曲げ試験を実施し、Cr-K $\beta$ 特性 X 線の 311 回折を利用して応力を測定した。なお、粗大結晶粒の影響を低減するため、ここでは、In-plane averaging を実施した。図 15 に、フーリエ解析法による四点曲げ試験結果を示す。同図より、フーリエ解析法と  $\cos\alpha$  法の結果がほぼ一致していることがわかる。したがって、SUS304 についても、フーリエ解析法は  $\cos\alpha$ 法と同等の精度で応力測定可能であることが判明した。

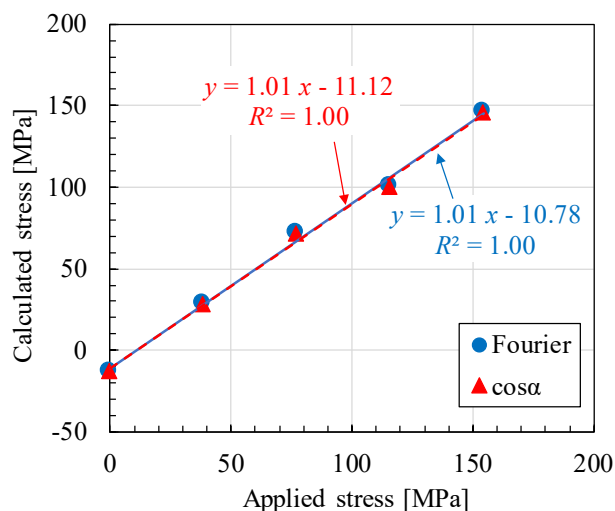


図 15 フーリエ解析法の四点曲げ試験結果

本研究の In-plane averaging の測定点数が十分であるかどうか確かめるため、測定されたひずみをフーリエ解析した時のパワースペクトルに着目した。図 16 に、実際に測定されたひずみのパワースペクトルを示す。同図には、測定点 1 点のみの場合（測定点 5）のパワースペクトルと In-plane averaging を行った場合のパワースペクトルをそれぞれプロットした。

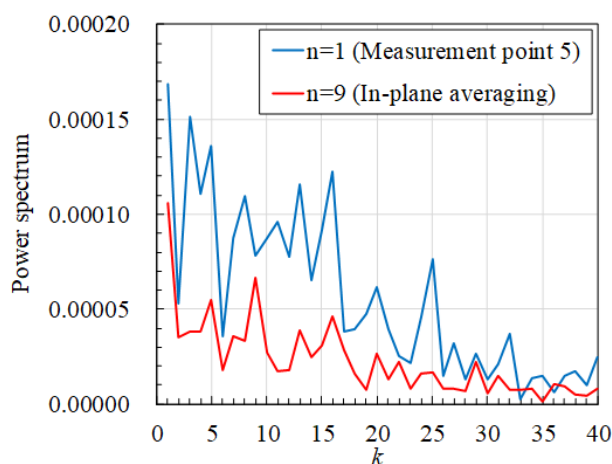


図 16 測定されたひずみのパワースペクトル

図 16 の横軸の  $k=1, 2$  の成分は平面応力成分で、理想的な平面応力状態では、 $k \geq 3$  の成分は平面応力成分よりも十分小さくなるはずである。しかし、 $n=1$  の場合は、 $k \geq 3$  の成分が平面応力成分に近い大きさを持っており、平面応力成分よりも小さな値に収束するのは  $k \geq 26$  である。したがって、 $n=1$  の測定では、高次の項を含んでおり、測定精度が悪いと考えられる。一方、 $n=9$  の測定では、平面応力成分よりも小さな値となっている。したがって、 $n=1$  の場合よりも測定精度が向上していると考えられる。

この効果をさらに明瞭に示したのが図 17 である。同図より、 $n$  を増加させるにしたがってパワースペクトルの和が減少し、 $n=5$  でほぼ横ばいになることがわかる。また、試料に加える負荷を変化させても、 $k \geq 3$  のパワースペクトル和の収束の傾向に大きな違いは見られない。

以上より、本研究の In-plane averaging の測定点数の数は十分であり、また、平均結晶粒径  $50\mu\text{m}$  の場合は  $n \geq 5$  で十分な測定精度が得られることが判明した。

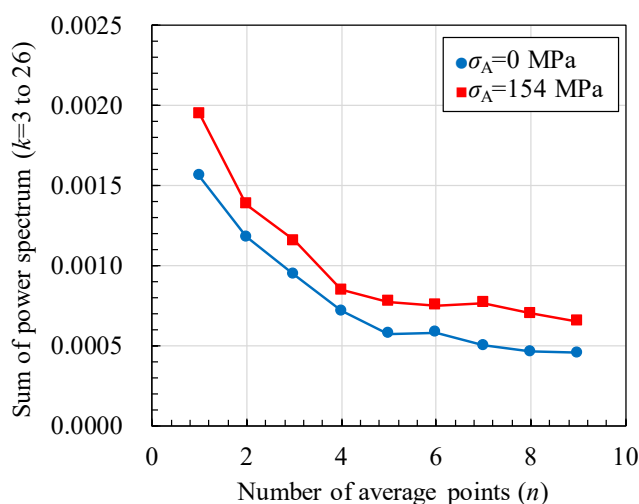


図 17 ひずみのパワースペクトルの  $k=3 \sim 26$  の項の和

#### 4. 結言

本研究では、フェライト系鉄鋼材料とオーステナイト系ステンレス鋼について  $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法を適用し、その適用性を明らかにした。また、粗大結晶粒材料の四点曲げ試験において X 線回折強度分布の一致性に着目した調整法を提案し、それにより四点曲げ試験の傾きを改善できることを示した。さらに、X 線測定で得られるひずみのパワースペクトルの収束性を観察することで In-plane averaging に必要な測定点数を求めることができることを示した。本研究により、フェライト系鉄鋼材料とオーステナイト系ステンレス鋼に対する  $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の応力測定値の妥当性が確認され、両手法の工業的利用価値を高めることができた。

## 学位論文審査報告書（甲）

1. 学位論文題目（外国語の場合は和訳を付けること。）

二次元検出器方式 X 線応力測定法による粗大結晶粒材料の測定精度向上に関する研究

2. 論文提出者 (1) 所 属 機械科学 専攻

(2) 氏 名 ふじもと ようへい  
藤本 洋平

3. 審査結果の要旨（600～650 字）

当該学位論文に関し、令和3年7月30日に第1回学位論文審査委員会を開催し、提出された学位論文および関連資料について詳細に検討した。同日の口頭発表後、第2回学位論文審査会を開催し、慎重に協議の結果、以下の通り判定した。

申請者は本学位論文において、オーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) を対象とし、強度保障のための残留応力評価技術に対し、測定効率が良い新しい X 線応力測定技術を導入するための重要課題の解決に取り組んでいる。すなわち、本研究では現在の世界標準法である  $\sin^2\psi$  法に代わり近年実用化された  $\cos\alpha$  法に着目し、まず SUS304 鋼に対し  $\cos\alpha$  法の測定精度について検討した。その結果、本材料では結晶粒径がやや粗大であることで X 線照射部から発生する回折環に異常が現れ、いわゆるスポッティな状態になり、測定精度に悪影響を及ぼすことが判明した。そこで本研究では、回折環全体の回折強度分布状態を利用した測定精度の改善方法を提案し、その有効性を確認した。本提案法は、スポッティな回折環が得られる他の材料に対しても高精度な応力評価を可能にするものであり、 $\cos\alpha$  法による X 線応力測定法の適用範囲の拡大に有効となる。

以上のように、本研究は X 線による応力評価技術の普及に貢献するものであり、工業的価値が高く、博士（工学）の学位に値すると判定した。

4. 審査結果 (1) 判 定 (いずれかに○印) 合 格 ・ 不合格

(2) 授与学位 博 士 ( 工 学 )