X-ray Stress Measurement of Ferritic Steel Using Fourier Analysis of Debye-Scherrer Ring

by

Yohei FUJIMOTO*, Toshiyuki MIYAZAKI** and Toshihiko SASAKI***

In this study, X-ray stress measurements of ferritic steel based on Fourier analysis are conducted. Taira et al. developed the $\cos \alpha$ method for X-ray stress measurements using a two-dimensional X-ray detector. Miyazaki et al. reported that the $\cos \alpha$ method can be described more concisely by developing the Fourier series (the Fourier analysis method). The Fourier analysis method is expected to yield the stress measurement with an imperfect Debye–Scherrer ring and there is a possibility that the materials evaluation is different compared with the conventional method, that is, the $\sin^2 \psi$ method. In the Fourier analysis method, the strain measured by X-rays is developed as a Fourier series, and all the plane-stress components can be calculated from the Fourier series. In this study, the normal stress calculation was confirmed. In addition, the Fourier-analysis and $\cos \alpha$ methods were used for X-ray stress measurements during a four-point bending test on a S45C test piece, and the effectiveness of the Fourier analysis method was confirmed. It was found that the experimental results from the Fourier analysis and $\cos \alpha$ methods were nearly identical. In addition, the measurement accuracies of both the methods were equivalent.

Key words: X-ray stress measurement, Debye-Scherrer ring, Fourier analysis, ferritic steel, Residual stress

1 緒 言

2 次元検出器方式による X 線応力測定法である cosa 法 は,最初,平らによって提案された¹⁾. その後,吉岡らに よるイメージングプレートの適用²⁾,佐々木らによる理論 の拡張^{3),4)}を経て基礎的な検討が進められた.一方,宮崎 らは cosa 法のフーリエ級数による記述を提案している⁵⁾. cosa 法をフーリエ級数により記述することで,従来と異 なる観点からの材料評価や,デバイリングが不完全な場 合でも応力測定が可能となることが期待される. 著者の 一人らは,炭素量約0.70%の焼入れ焼き戻し組織を有する SK65 で,フーリエ解析法による X 線応力測定を検証して いるが⁵⁾,本研究ではその一般性を確かめるため,炭素量 約0.48%のフェライト・パーライト混合組織を有する S45C についてフーリエ解析法と cosa 法を用いて四点曲 げ負荷試験時の X 線応力測定を行うことで,フーリエ解 析法の有効性を検証した.

2 デバイリングのフーリエ解析による応力測定

2·1 基礎理論

以下ではフーリエ解析法について簡単にまとめる⁵⁾. 平面応力状態を仮定し, Fig.1 に示すように,入射 X 線ビームの方向が ψ_0 より定まる場合について,この入 射 X 線により試料から発生するデバイリングについて 考える.デバイリングの中心角 α 方向から得られるひず み ε_α は,

$$\varepsilon_{\alpha} = n_1^2 \varepsilon_x + n_2^2 \varepsilon_y + n_3^2 \varepsilon_z + n_1 n_2 \gamma_{xy}$$
(1)

で表される. ただし, n_1 , n_2 , n_3 は ε_a 方向の方向余弦 であり, それぞれ,

$$n_{1} = \cos \eta \sin \psi_{0} - \sin \eta \cos \psi_{0} \cos \alpha$$

$$n_{2} = \sin \eta \sin \alpha$$

$$n_{3} = \cos \eta \cos \psi_{0} + \sin \eta \sin \psi_{0} \cos \alpha$$
(2)

である.また,等方性材料を仮定できるとき,試料座標 系における応力成分とひずみ成分の関係は,フックの法 則より,

$$\varepsilon_{x} = \frac{1}{E} (\sigma_{x} - \nu \sigma_{y})$$

$$\varepsilon_{y} = \frac{1}{E} (\sigma_{y} - \nu \sigma_{x})$$

$$\varepsilon_{z} = -\frac{\nu}{E} (\sigma_{x} + \sigma_{y})$$

$$\gamma_{xy} = \frac{2(1+\nu)}{E} \tau_{xy}$$
(3)

と表される. ここで, *E*と*v*は, それぞれ, ヤング率およびポアソン比である.

一方, $\varepsilon_{\alpha} \ge \alpha$ の関係をフーリエ級数で表すと,

$$\varepsilon_{\alpha} = a_0 + \sum_{k=1}^{\infty} (a_k \cos k\alpha + b_k \sin k\alpha)$$
 (4)
となる.式(2),(3)を式(1)に代入し,式(4)と係数を比較

[†] 原稿受理 平成26年12月15日 Received Dec.15, 2014 ©2015 The Society of Materials Science, Japan

^{*} 金沢大学大学院自然科学研究科 〒920-1192 金沢市角間町

^{*} Graduate School of Natural Science & Technology, Kanazawa University, Kakuma-machi, Kanazawa, 920-1192.

^{**} 金沢大学人間社会学域 〒920-1192 金沢市角間町

^{**} College of Human and Social Science, Kanazawa University, Kakuma-machi, Kanazawa, 920-1192.

^{***} 正 会 員 金沢大学大学院自然科学研究科 〒920-1192 金沢市角間町

^{***} Graduate School of Natural Science & Technology, Kanazawa University, Kakuma-machi, Kanazawa, 920-1192.





$$a_{0} = \frac{\sigma_{x}}{2E} \Big[2\cos^{2}\eta \sin^{2}\psi_{0} + \sin^{2}\eta \cos^{2}\psi_{0} \\ -\nu \Big\{ 2\cos^{2}\eta \cos^{2}\psi_{0} + \sin^{2}(1 + \sin^{2}\psi_{0}) \Big\} \Big]$$
(5)
$$+ \frac{\sigma_{y}}{4E} \Big\{ (1 - \cos 2\eta) - \nu (3 + \cos 2\eta) \Big\}$$

$$a_1 = -\frac{1+\nu}{2E}\sin 2\eta \sin 2\psi_0 \cdot \sigma_x \tag{6}$$

$$b_1 = \frac{1+\nu}{E} \sin 2\eta \sin \psi_0 \cdot \tau_{xy} \tag{7}$$

$$a_2 = \frac{1+\nu}{2E} \sin^2 \eta \cos^2 \psi_0 \cdot \left(\sigma_x - \sigma_y\right)$$
(8)

$$b_2 = -\frac{1+\nu}{E}\sin^2\eta\cos\psi_0\cdot\tau_{xy} \tag{9}$$

$$a_k = 0 \ \left(k \ge 3\right) \tag{10}$$

$$b_k = 0 \ \left(k \ge 3\right) \tag{11}$$

が得られる.平面応力状態の仮定から,式(10)および(11) のように k≥3の係数はすべて0になる.

実際に測定された ε_{α} をフーリエ級数展開し,その係数 を式(6)~(9)と比較することで試料の全平面応力成分を求 めることができる.例えば σ_x は式(6)から求まり以下の ように表される.

$$\sigma_x = -\frac{2E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} \cdot a_1 \tag{12}$$

式(8)および(12)より o_vが

$$\sigma_y = \sigma_x \cos^2 \psi_0 - \frac{2E}{1+\nu} \frac{a_2}{\sin^2 \eta}$$
(13)

のように求まる.また、式(7)および(9)から τ_{xy} が、

$$\tau_{xy} = \frac{E}{1+\nu} \frac{b_1}{\sin 2\eta \sin \psi_0} \tag{14}$$

$$\tau_{xy} = -\frac{E}{1+\nu} \frac{b_2}{\sin^2 \eta \cos \psi_0} \tag{15}$$

のようにそれぞれ求まる.式(14)および(15)で、 b_1 および b_2 の誤差が等しい場合、 $\sin^2 \eta$ の方が $\sin 2\eta$ よりも小さいため式(15)の方が式(14)よりも誤差が大きくなる.そのため、式(15)は式(14)に比べ計算精度が悪く、通常は使用しない.本研究では、主に σ_x の算出法について検証する.

2·2 cosa法との比較

続いて、フーリエ解析法と cosa 法の関係について述 べる.

cosa 法の基礎式を以下に示す.

$$\varepsilon_{a_{1}}(\alpha) \equiv \frac{1}{2} \Big[\big(\varepsilon_{\alpha} - \varepsilon_{\pi+\alpha} \big) + \big(\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha} \big) \Big]$$
(16)

$$\varepsilon_{b_{1}}(\alpha) \equiv \frac{1}{2} \Big[\big(\varepsilon_{\alpha} - \varepsilon_{\pi+\alpha} \big) - \big(\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha} \big) \Big]$$
(17)

$$\varepsilon_{a_2}(\alpha) \equiv \frac{1}{2} \Big[\big(\varepsilon_{\alpha} + \varepsilon_{\pi+\alpha} \big) + \big(\varepsilon_{-\alpha} + \varepsilon_{\pi-\alpha} \big) \Big]$$
(18)

$$\varepsilon_{b2}(\alpha) \equiv \frac{1}{2} \Big[\left(\varepsilon_{\alpha} + \varepsilon_{\pi+\alpha} \right) - \left(\varepsilon_{-\alpha} + \varepsilon_{\pi-\alpha} \right) \Big]$$
(19)

ここで、 ε_{α} 、 $\varepsilon_{\pi+\alpha}$ 、 $\varepsilon_{-\alpha}$ 、 $\varepsilon_{\pi-\alpha}$ は、Fig.1に示すように、 それぞれ回折角の中心角 α 、 $\pi+\alpha$ 、 $-\alpha$ 、 $\pi-\alpha$ におけ る ε_{α} の値である.また、フーリエ解析法との対応をわか りやすくするため、佐々木らによる名称³⁾ ε_{α} 、 $\tilde{\varepsilon}_{\alpha}$ 、 E_{1} 、 $E_{2}をそれぞれ<math>\varepsilon_{a_{1}}(\alpha)$ 、 $\varepsilon_{b_{1}}(\alpha)$ 、 $\varepsilon_{a_{2}}(\alpha)$ 、 $\varepsilon_{b_{2}}(\alpha)$ と置き 換えた.式(16)~(19)の各式に、平面応力状態の場合の ε_{α} のフーリエ級数展開

$$\varepsilon_{\alpha} = a_0 + a_1 \cos \alpha + b_1 \sin \alpha + a_2 \cos 2\alpha + b_2 \sin 2\alpha \qquad (20)$$

$\varepsilon_{a_1}(\alpha) = 2a_1 \cos \alpha$	(21)
$\varepsilon_{b_1}(\alpha) = 2b_1 \sin \alpha$	(22)
$\varepsilon_{a_2}(\alpha) = a_0 + 2a_2\cos 2\alpha$	(23)
$\varepsilon_{b_2}(\alpha) = 2b_2\sin 2\alpha$	(24)

が得られる.式(21)から、cosa法で $\varepsilon_{a_1}(\alpha)$ のcosaに対す る傾きを求める過程は式(20)のフーリエ係数 a_1 を求める ことと等しいことがわかる.同様に $\varepsilon_{b_1}(\alpha)$, $\varepsilon_{b_2}(\alpha)$ とsina, sin2aを比較することは式(20)の b_1 , b_2 を求めることと等 価である.また,式(23)については、 $\varepsilon_{a_2}(\alpha)$ をcos2aにつ いて直線近似したときの切片および傾きが、それぞれ a_0 , a_2 に相当することを示している.以上より、式(21)~(24) の各式について直線関係を調べることは式(20)の係数を 求めることと等しく、平面応力状態ではフーリエ解析法 はcosa法と同等であると言える.ただし、cosa法ではデ バイリング上の4種類のデータを必要とするのに対して、 フーリエ解析法では1点ずつでよいため、不均一なデバ イリングに対しては実用的な利点があると考えられる.

3 実 験 方 法

3·1 試験片

本研究で用いた試験片は形状が 130×20×3mm の市販 の一般構造用炭素鋼(S45C)の受入材である. なお, 試験 片表面には加工変質層の影響を取り除くため約 150µm



(a) S45C



(b) SK65⁴⁾



電解研磨を施した.無負荷時での残留応力値は 0MPa で あった.試験片断面の顕微鏡組織写真を Fig.2(a)に示す. また,比較のため, Fig.2(b)に宮崎らの実験で用いられた SK65 の顕微鏡組織写真を示す⁵⁾.両者の結晶粒径を比較 すると,S45C の結晶粒径が約 30~40µm 程度であるのに 対し,SK65 の結晶粒径は 10µm 以下であり,S45C の結 晶粒径が SK65 に比べ約 3~4 倍大きいことがわかる. Table 1 に S45C および SK65 の化学成分を示す.通常, 鋼材では炭素量が 0.77%で組織がパーライトのみの共析 鋼となるが,SK65 の炭素量は 0.70%であるため,SK65 の方が S45C よりもパーライトを多く有すると推察され る.

3·2 X線応力測定条件

本研究では、X線的弾性定数($E/(1+\nu)$)を $\sin^2 \psi$ 法に 基づいて四点曲げ負荷試験を行うことにより求めた、X 線測定にはリガク社製のMSF-2Mを用いた、X線的弾性

Table 1 Chemical composition (mass%).

	С	Si	Mn	Р	S
S45C	0.42~0.48	0.15~0.35	0.60~0.90	≤ 0.030	≤ 0.035
SK65	0.60~0.70	0.10~0.35	0.10~0.50	≤ 0.030	≤ 0.035

Table 2	Measurement	conditions	of $sin^2\psi$	method.

Characteristic X-ray	CrKa	
Diffraction line (hkl)	211	
Tube voltage (kV)	30	
Tube current (mA)	6	
Irradiation area (mm ²)	2×6	





Characteristic X-ray	CrKa
Diffraction line (hkl)	211
Tube voltage (kV)	20
Tube current (mA)	1
X-ray incident angle, ψ_0 (deg)	35
X-ray elastic constant, $E/(1+\nu)$ (GPa)	238
Diffraction angle, $2\theta_0$ (deg)	157.0
Irradiated area (mm ²)	3
Irradiated time (sec)	30

Table 3 Measurement condition of cosa method.

定数の決定に使用した X 線応力測定条件を Table 2 に示 す.測定により得られた各負荷応力での 20 - $\sin^2 \psi$ 線図 を Fig.3 に示す. X 線的弾性定数は、 20 - $\sin^2 \psi$ 線図の傾 き M の負荷応力 σ_A に対する変化率より次式で求められ る.

$$\frac{1+\nu}{E} = -\frac{1}{2}\cot\theta_0 \left(\frac{\partial M}{\partial\sigma_A}\right) \frac{\pi}{180}$$
(25)

ここで、Mの単位は度(deg)であり、E および σ_x は GPa または MPa とする.以上の測定により得られた X 線的 弾性定数は、

$$\frac{E}{1+\nu} = 238 \left(\text{GPa} \right) \tag{26}$$

である.また,無負荷時の回折角 2 θ_0 は測定された無負荷時の 2 θ より求め,

$$2\theta_0 = 157.0 \,(\text{deg})$$
 (27)

である.本研究では上記のX線的弾性定数および回折角 をcosa法の測定で用いた.本研究で用いたcosa法のX線 応力測定条件をTable 3に示す.測定にはパルステック工 業社製のμ-X360を使用した.測定はX線照射時間30秒で 各負荷につき5回ずつ行い,平均値と標準偏差を求めた.

4 実験結果および考察

Fig.4およびFig.5に、測定により得られたデバイリング 画像およびデバイリング上の4種類の中心角($\alpha=0^{\circ}$, 90°, 180°, 270°)に対する回折プロファイルの一例をそれぞれ 示す. これらより、均一なデバイリングが得られている 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.測定により得られる ε_{α} からのcosa法による応力決定は平らの報告¹⁾の通りで ある. すなわち、無応力状態の時、デバイリングは真円 になる. ε_{α} は、測定されたデバイリングの真円からの差 により決定される. Table 4にFig.4のデバイリングから求 められた ε_{α} を、高速フーリエ変換(FFT)して得られた式 (4)の $k \leq 4$ の場合の係数を示す. また、Fig.6にcosa法お よびフーリエ解析法から得られたcosa線図、cos2a線図、 sina線図およびsin2α線図を示す. 各図中の破線は, cosa 法より得られた値の近似直線である. cosa法より得られ た値の近似直線とフーリエ解析法による近似値は, ほぼ 完全に一致した. そのため, cosa法とフーリエ解析法の 測定精度は同程度であると思われる.

Fig.7(a)に、測定により得られた ε_{α} および ε_{α} のフーリ エ級数展開による近似値を示す.近似には Table 4 の $k \leq 2$ の係数を用いた.測定された $\varepsilon_{\alpha} \geq \varepsilon_{\alpha}$ のフーリエ級



Fig.4 A Debye-Scherrer ring obtained from the specimen (applied stress: 117MPa).



Fig.5 Diffraction profile (applied stress: 117MPa).

Table 4 Coefficients of the Fourier series of the measured ε_{α} (applied stress: 117MPa).

k	Coefficient of cos		Coefficient of sin	
0	a ₀	1.671×10 ⁻⁷		
1	a_1	-5.020×10^{-5}	b_1	-2.443×10^{-5}
2	a ₂	7.639×10 ⁻⁵	b ₂	-1.197×10^{-5}
3	a ₃	6.331×10 ⁻⁵	b ₃	-7.044×10^{-5}
4	a 4	-8.772×10^{-5}	b ₄	-5.650×10^{-5}



Fig.6 cos α diagram and sin α diagram (applied stress: 117 MPa).



Fig.7 Results of Fourier approximation (applied stress: 117 MPa).



Fig.8 Results of a four-point bending test.

数展開による近似値は概ね同様の傾向を示した.しかし、完全には一致せず、Fig.7(b)に示すように大きな誤差も見られた. 宮崎らによる実験⁵⁾では測定された ε_a と ε_a のフーリエ級数展開による近似値がほぼ完全に一致している.第3章で述べたように、本研究で用いたS45Cの結晶粒径は、宮崎らによる実験⁵⁾で用いられたSK65の結晶粒径よりも約3~4倍大きい.一方、本実験でのX線照射面積は約3mm²であり、X線照射面積に対し試験片の結晶粒径が比較的大きいため、本実験の測定結果はその影響を受けていると思われる.そのため、測定された ε_a と ε_a のフーリエ級数展開による近似値が完全に一致しなかったと考えられる.なお、結晶粒の大きさや炭素量が測定に与える影響については今後系統的な検討が必要と思われる.

Fig.8に四点曲げ負荷試験時のX線応力測定の結果を示 す. 横軸がひずみゲージ法により得られた負荷応力, 縦軸がX線応力測定による応力である. ひずみゲージ法 での機械的弾性定数はJISより205GPaを用いた. 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 cosa法の結果が傾きで100%,切片で98%一致した. す なわち, S45C材についても宮崎らによる実験⁵⁾と同様の 結果が得られた. 以上のことから,S45C材でも,フー リエ解析法の測定精度はcosa法と同程度であることが 判明した.

また、Fig.7に示したように、種々の材料ごとに測定 された ε_{α} と ε_{α} のフーリエ級数展開による近似値の誤 差を求めることで、これまでデバイリング全体の2次元 画像をもとに見た目で判断してきた集合組織やスポッ ティといった測定精度に関わる要素を、定量的に評価 できる可能性がる.このように、フーリエ解析法では、 従来と異なる観点からの材料評価が可能となることが 期待され、今後検討が必要であると思われる.

5 結 言

ー般構造用炭素鋼(S45C)について四点曲げ試験を行うことで、ひずみゲージ法との比較およびフーリエ解 析法と cosa 法を用いてフーリエ解析法の有効性につい て検証した.その結果以下のことがわかった.

- (1) 測定された ε_{α} とフーリエ級数展開による $k \leq 2$ までの係数を用いた近似値は同様の傾向を示した.
- (2) フーリエ解析法とcosa法の四点曲げ試験の結果は 傾きで100%,切片で98%一致した.
- (3) フーリエ解析法の測定精度はcosa法と実用上同程 度である.

また,フーリエ解析法を用いることで,不均一また は不完全なデバイリングの場合でも応力を測定するこ とが可能となり,その方法については宮崎らにより既 に報告されている^の.

参考文献

- S. Taira, K. Tanaka and T. Yamasaki, "A methos of X-ray microbeam measurement of local stress and its application to fatigue crack growth probems", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.27, No.294, pp.251-256(1978).
- Y. Yoshioka, S. Ohya and T. Shinkai, "Application of imaging plate to micro-beam X-ray diffraction", Journal of the Japanese Society for Non-Destructive Inspection, Vol.39, No.8, pp.666-671 (1990).
- 3) T. Sasaki and Y. Hirose, "Single incidence X-ray stress measurement for all plane stress components using imaging plate of two-dimensional X-ray Detector", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.44, No.504, pp.1138-1143 (1995).
- T. Sasaki and Y. Hirose, "X-ray triaxial stress analysis using whole diffraction ring detector with imaging plate", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.61, No.590, pp.180-187 (1995).
- 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), Vol.105, No.9, pp.922-927(2014).
- T. Miyazaki and T. Sasaki , "X-ray stress measurement from an imperfect Debye-Scherrer ring" International Journal of Materials Research (formerly Zeitschrift fuer Metallkunde), Vol.106, No.3, pp.237-241(2015).