

イメージングプレートを用い

cos α 法に適した X 線応力測定装置の開発と検証†

丸山 洋一* 宮崎 利行** 佐々木 敏彦***

Development and Validation of an X-Ray Stress Measurement Device Using an Image Plate Suitable for the cos α Method

by

Yoichi MARUYAMA*, Toshiyuki MIYAZAKI** and Toshihiko SASAKI***

We have developed a novel residual stress measurement instrument based on the X-ray diffraction technique. An image plate was used as the detector to sample the full diffraction ring. The image plate and the scanning unit were built into the one system. Compared with the traditional X-ray stress measurement systems, the physical size and weight of the instrument were significantly reduced. The instrument also has the capability to measure the distance from the specimen to the image plate. This capability contributes to improve the accuracy and simplicity of the stress measurement. The developed instrument was focused on measuring a ferrite sample and the acquired diffraction ring was analyzed using the cos α method. In the present work, we evaluated the accuracy of the measurement data from the instrument using a ferrite powder compared with strain gauge results obtained from four-point bending measurements.

Key words:

Residual stress, X-ray, Image plate, cos α method.

1 緒 言

X 線応力測定法は、X 線回折により金属などの材料の結晶格子面間隔の変化から、ひずみを測定する方法である。とくに sin² ψ 法(代表的な文献としては 1)~3) などが標準的な方法として広く用いられている。通常 sin² ψ 法は、シンチレーションカウンタなどの 0 次元検出器、PSPC などの 1 次元検出器、半導体などの 2 次元検出器等の様々な検出器が用いられるが、いずれも X 線の受光範囲が狭く、応力の測定には X 線発生装置と共に X 線検出器を精密に移動させるか、検出器を複数個配置する必要がある。そのため装置がやや大掛かりになる傾向から、屋外の現場等の測定には必ずしも適さず、かつ装置が高価になるなどの問題点がある。一方、平らの提案した cos α 法⁴⁾は、単一方向からの X 線照射にて得られた回折環から、応力が測定できる方法であるが、広い X 線の受光範囲が必要である。吉岡ら⁵⁾は X 線撮像素子として、高解像度で大面積化が比較的容易なイメージングプレート(以下 IP⁶⁾とする)が活用され、その後、佐々木らによる改良⁷⁾を経て、幅広い適用の可能性が指摘されてきた。しかし従来の cos α 法では、X 線回折環の撮像のたびに、IP を交換する必要があり、また回折環の中心位置決定のため、粉末などの無応力材料を用いて多重露光する必要があった。

そのため、単一の X 線照射で測定が可能という簡便さを活かし切れず、普及の足かせとなっていた(例えば文献 8)など)。そこで我々は、cos α 法の簡便さを最大限に活用する専用の測定装置を開発し、検証を行った結果、sin² ψ 法に匹敵する測定精度が得られたので報告する。

2 研究の背景

2.1 cos α 法

cos α 法について簡単に紹介する。Fig.1にcos α 法による回折環測定のX線光学系を示す。

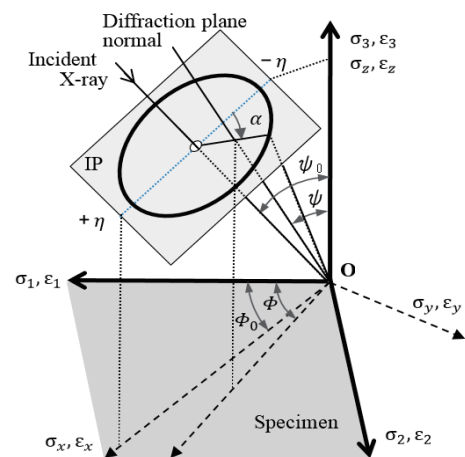


Fig. 1 Definition of X-ray optics and symbols used the text.

† 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.

主軸から ϕ_0 および ψ_0 で示される方向から原点 O へ、IP の中心にあけた穴を通して測定試料に X 線を照射し、試料から発生する回折環を IP に撮像したとする。X 線入射方向から見て、 $-\eta$ 方向から時計回りに、 α の角度方向の回折 X 線に対応するひずみを ε_α で表すと、試料のひずみによる回折環の変化は、粉末のそれと比較すると Fig.2 のようなイメージとなる。

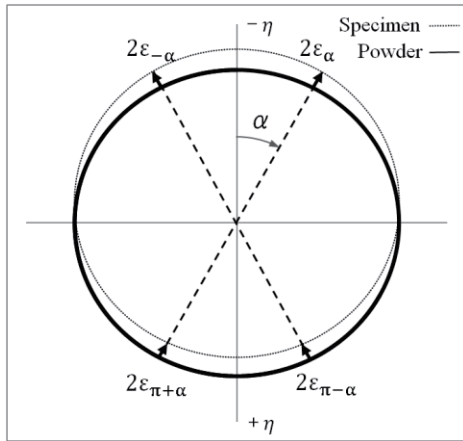


Fig. 2 Appearance of the diffraction ring change when the stress is applied.

回折環上の各中心角におけるひずみは、ブラッグ角 θ を用いて

$$\varepsilon_\alpha = -\frac{1}{\tan\theta} \Delta\theta \quad (0 \leq \alpha \leq 2\pi) \quad (1)$$

と表わされる。ただし、 $\Delta\theta$ は試料のひずみによって引き起こされた回折角の変化である。また、鉄鋼などの金属材料では、X 線の侵入深さが数 μm と浅いので、多くの場合平面応力状態が仮定できる。その場合、式 (1) で求められる ε_α から

$$\alpha_1 \equiv \frac{1}{2} \{ (\varepsilon_\alpha - \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha}) \} \quad (2)$$

$$(0 \leq \alpha \leq \frac{\pi}{2})$$

なる量を定義すると

$$\alpha_1 = -\frac{(1+\nu)}{E} \sin 2\eta \sin 2\psi_0 \cos \alpha \cdot \sigma_x \quad (3)$$

という関係が成り立つ。ただし E, ν は試料の X 線的なヤング率およびポアソン比 (具体的な数値については、例えば ²⁾ など)、 η は Bragg 角の余角、 σ_x は X 線照射点の x 軸方向の垂直応力である。式 (3) より、 $\cos \alpha$ を横軸に取り α_1 を縦軸にプロットすると直線関係が成り立つ。その直線の傾き $\partial \alpha_1 / \partial \cos \alpha$ を用いると、式 (3) から

$$\sigma_x = -\frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} \left[\frac{\partial \alpha_1}{\partial \cos \alpha} \right] \quad (4)$$

となり、 σ_x を求めることができる。以上が $\cos \alpha$ 法の基礎式である。同様にせん断応力 τ_{xy} や σ_y を求めたり、一般的な三軸応力の場合も取り扱うことができるが⁹⁾、本報では最も基本的な σ_x の測定のみを取り扱う。

2.2 従来の $\cos \alpha$ 法の問題点

以上のように、 $\cos \alpha$ 法では平面応力状態にある試料の場合、単一の X 線照射で応力を測定できる。これはゴニオメータで X 線管と検出器を走査しながら、複数回の測定を行う $\sin^2 \psi$ 法と比較すると大きな利点である。しかし、これまで $\cos \alpha$ 法の普及を妨げていた要因として、いくつかの問題点が挙げられる。それらを列挙すると

- (i). 測定のたびに IP を取り外す必要があった。
- (ii). 得られた回折環の中心決定のために、粉末等の回折環を多重露光する必要があった。
- (iii). 回折環は極座標での読み出しが自然であるが、直交座標系で読み出されていた。

である。ここでは以上の問題点について説明する。

(i) については、一般的な IP の読み出し装置 (以下 IP リーダとする) は、ドラムスキャナと同様、ドラムに IP を巻きつけ、レーザを照射して読み出しを行う。そのため、露光を行った IP は測定のたびに、X 線の照射装置から取り外して IP リーダで読み出しを行うか、測定回数分の IP をあらかじめ用意しておき、回折環の撮像を行い、後でまとめて IP リーダで読み出しを行う必要があった。いずれにしても、測定のたびに IP の交換が必要で、それにより光学的な配置がずれると、応力によるずれとの識別が困難になる。そのため従来は IP を交換するたびに、回折環が真円となる粉末試料で一度露光した後、測定したい試料に X 線を照射するという多重露光を行なうか、試験片に薄く粉末試料を塗布して、多重露光を行っていた (ii)。解析時には、粉末試料の回折環から中心を求め、それをもとに試料のひずみ ε_α を決定していた。このように常に多重露光が必要になると、単一の X 線照射で測定が可能という $\cos \alpha$ 法の利点が大きく損なわれることになる。また測定ごとに IP を交換するという手間も含めると、 $\sin^2 \psi$ 法と比較した場合、測定時間の優位性も大きく損なわれる。一方、 $\sin^2 \psi$ 法の場合は X 線管と検出器の移動という操作は自動化されており、また測定精度に関しても長年の蓄積で信頼性があるため、研究者レベルではともかく、あえて (i)、(ii) のような手間のかかる $\cos \alpha$ 法は、工業的に普及が進んでいない。

(iii) の問題は (i)、(ii) ほど深刻ではないが、従来の IP リーダは、環状に記録される回折環を直交座標系で読み出すため、解析に必要な極座標系への変換の際に、誤差が生じ、それが $\cos \alpha$ 法の測定精度への信頼性を落とす懸念があった。

3 小型 X 線応力測定装置の開発

前述のような問題を克服して、X 線による応力測定を簡便化するため、我々は新たに $\cos \alpha$ 法に特化した X 線応力測定装置を開発した。以下ではその概要を示す。

3-1 開発する装置の目標

装置の開発に当たり, 以下のような目標を設定した.

- (a). X線管, IP, IPリーダを一体化しX線の照射後, すぐに回折環画像をデータ化できるようにする.
- (b). IPを極座標で読み出し, 回折環から応力を高精度で求める.
- (c). IPと, X線射出位置であるコリメータとの, 取り付け精度を高め, メカトロニクス制御によって, 測定ごとの回折環の中心決定を不要にする.
- (d). σ_x の測定誤差は, $\pm 25\text{MPa}$ 以内とする.

(a)では, IPの読み出し, データ消去を何度でも繰り返せるという性質を活かして, 装置内に小型のIPリーダを組み込む. これにより繰り返し測定を容易にする. ただしIPの位置を固定したままX線回折像を撮像すること, そのデータを読み出すことは困難なため, 装置内でIPを移動させ, 回折環画像のデータ化を行うことにする.

(b)では, IPの中心に取り付けたコリメータを軸としてIPを回転させ, かつリニアステージと連携動作させることで, 光ディスク(CD)のように螺旋状に読み出しを行う(Fig.3-1,2).

(c)では, IPの回転中心とコリメータの中心位置が等しくなるように精密な調整を行い, かつIPを移動させるためのリニアステージを, 高精度のものを用いて, メカトロニクス制御を用いることで実現する.

(d)では, $\sin^2\psi$ 法に基づくX線応力測定法標準²⁾が確立している, フェライト系(α 鉄)の鉄鋼材料の測定に重点を置き, かつJIS-B2711(2013JB6)に記載の「無ひずみ状態の鉄又は銀の粉末について応力測定を行い, $\pm 25\text{MPa}$ 以下であることを確認する」を目標とする.

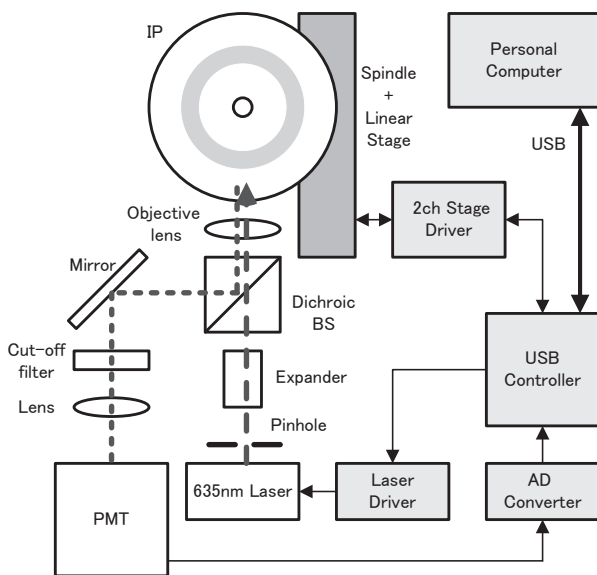
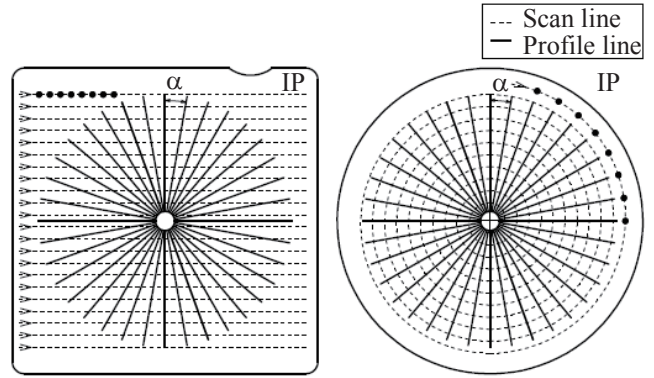


Fig. 3-1 Optical block diagram of IP reader.



(a)XY-line scan. (b)Spiral scan.
(conventional) (present study)

Fig. 3-2 Comparison of scanning method.

X線管には Table 1 のものを使用し, 一般的な Cr-K α 線(5.4keV)と $\alpha\text{Fe}(211)$ による回折を使用することにした.

Table 1 Specification of X-ray tube.

Characteristic X-ray	Cr
Maximum power (W)	50
Cooling method	Air
Collimator (mm)	$\varnothing 1$
Size (mm)	$\varnothing 40 \times 200$
Weight (Kg)	1.0

IPには, 富士フイルム製HR-Vを用い, 直径60mmにカットし, 中心に穴を明け, 内径1.0mmに照射範囲を制限する目的のコリメータを設置した. コリメータを通してCrターゲットからの特性X線を試料に照射し, $\alpha\text{Fe}(211)$ からの回折環をIPに撮像する. Cr-K α 線による回折は, $2\theta_0 = 156.4^\circ$ 付近に生ずるため, IPの使用可能範囲の真ん中の直径34mmに回折環が得られるよう, 試料からIPまでの距離(以下, 試料距離Dとする)を $D = 39\text{mm}$ とし, X線照射角を $\psi_0 = 30^\circ$ と設定した. 光学系をFig.4に示す.

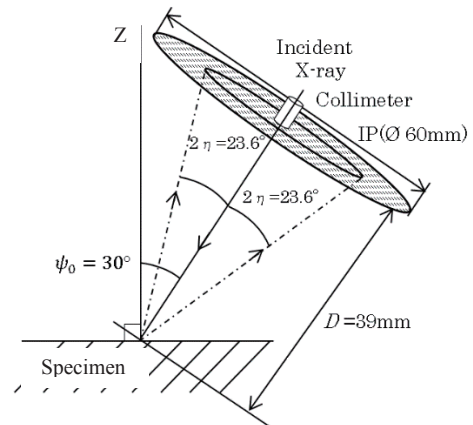


Fig. 4 Experimental arrangement for the X-ray stress measurement using the IP.

式(1)の回折角 θ は、物質ごとに決まった値を取るが、 $\Delta\theta$ を決定するには試料距離 D を精密に求める必要がある。そのため X 線用のコリメータを通して LED 光を照射し、内蔵のカメラを用い Fig.5 に示すように三角測量を行って精密な試料距離を測定することとした。

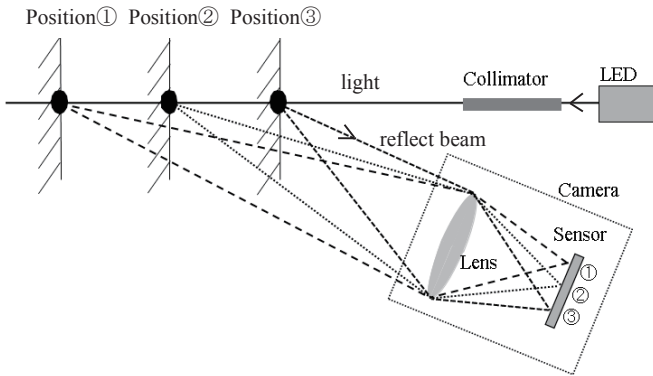
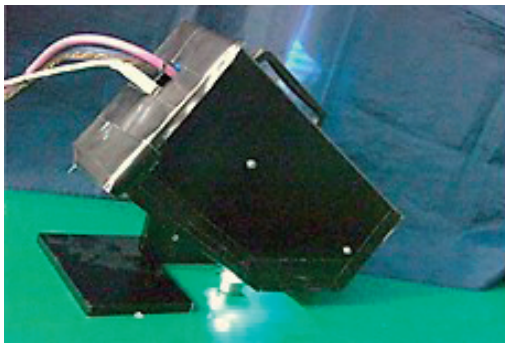


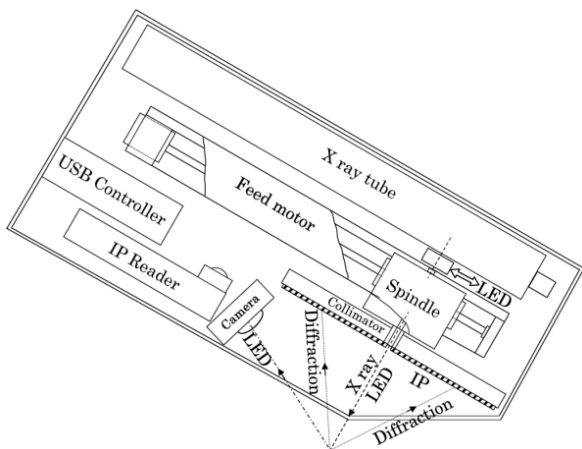
Fig. 5 Principle of triangulation for determining "sample distance".

3.2 本研究で開発した装置

以上の設計に基づき、試作した装置のセンサ部を、Fig.6 に示す。センサ部の大きさは $36\text{cm} \times 16\text{cm} \times 10\text{cm}$ で重量 4.3kg、測定時の消費電力は 85W であった。



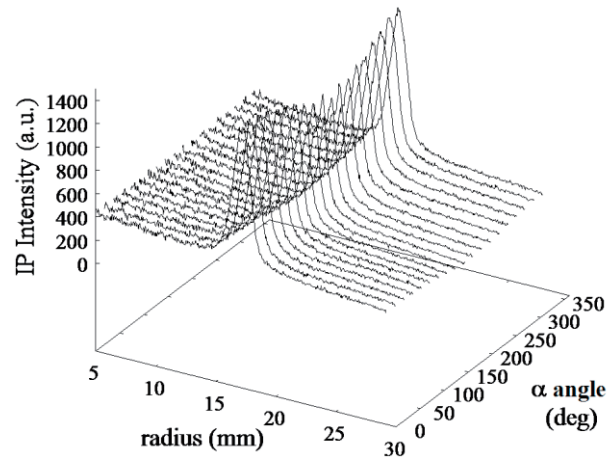
(b) Appearance of the equipment.



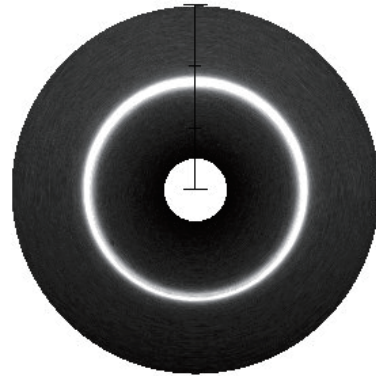
(a) Block diagram of the device.

Fig. 6 Device for the X-ray stress measurement using the IP developed in this study.

典型的な回折環の撮像時間は 30 秒で、IP の読み出しも含めて、一回の応力測定に要する時間は 75 秒程度である。Fig.4 の光学系により、試作した装置で撮像した回折環の例を Fig.7(a)に示す。



(b) Diffraction intensity curves.



(a) Captured image.

Fig. 7 Diffraction ring from α -Fe powder recorded with an IP.

4 検証実験

4.1 供試材と測定条件

試作した装置の動作検証を行うに際し、鉄の粉末材として、 α -Fe:99%、結晶粒径 $5 \sim 10\mu\text{m}$ の粉末(高純度化学研究所製)を用いた。

応力の測定条件は Table 2 に示すとおりである。

Table 2 Measurement conditions.

Tube voltage (kV)	30
Tube current (mA)	1.0
Exposure time (s)	30
ψ_0 (deg)	30
Collimator (mm)	$\varnothing 1.0$
X-ray elastic constant $E/(1+\nu)$ (MPa)	1.75×10^5
Determination method of peak angle	Half-value breadth method
Sample distance D (mm)	39.0
$2\theta_0$ (deg)	156.4
Stress calculation method	$\cos \alpha$ method

なお結晶のひずみから応力に換算する X 線の弾性定

数と、半価幅中点法によるピーク位置検出方法は X 線応力測定法標準²⁾に記載のものを用いた。

4.2 試料距離の測定精度

応力を求める前に、試作機の動作検証として、試料距離 D の三角測量による測定精度について検証した。サンプルステージ上に試料を置き、あらかじめ $D = 39.000 \text{ mm}$ となるように調整した後、サンプルステージを 0.01mm 刻みで上下させた。そのとき三角測量で測定した D を、ステージの移動量 d に対してプロットした結果、Fig.8 を得た。

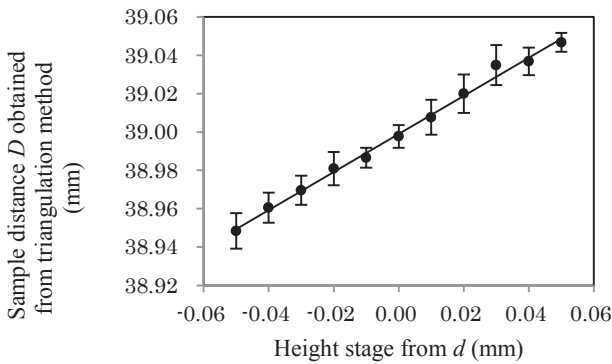


Fig. 8 Measurement accuracy of the triangulation.

このとき D と d の関係は

$$D = 0.993 d + 38.999 \quad (5)$$

であった。また測定範囲内で、測定値 D の最大測定誤差 Δd は 0.015mm となり、平ら³⁾の式(14)から ϵ_α と試料距離 D は比例関係にあるため、 $D = 39.00 \text{ mm}$ において応力誤差 0.038% となり、実用上十分な精度が得られた。

4.3 IP の中心位置の決定精度

次に、IP の中心位置の決定精度について、鉄の粉末材を用い IP の回転中心を 0 とした回折環の中心位置測定を、100 回繰り返した結果を Fig.9 に示す。また、その時の X,Y 座標のヒストグラムを Fig.10 に示す。

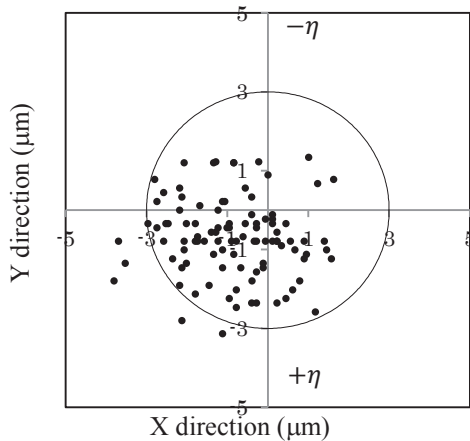


Fig. 9 Center position accuracy of the diffraction rings from the α -Fe powder.

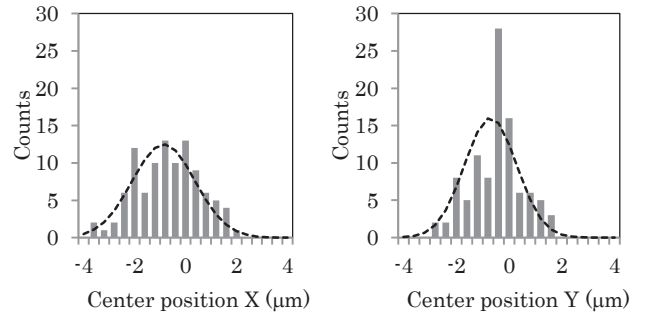


Fig. 10 Histogram of X, Y direction from α -Fe powder.

X,Y 方向の相関は見受けられず、95%の測定点が IP の回転中心から $3\mu\text{m}$ 以内となった。また X,Y 方向でヒストグラムを正規分布で近似すると

X 方向：平均値 $\mu_x = -0.86 \mu\text{m}$ 標準偏差 $s_x = 1.23$

Y 方向：平均値 $\mu_y = -0.70 \mu\text{m}$ 標準偏差 $s_y = 0.99$

となり、中心位置が $0.8\mu\text{m}$ 程度オフセットしているが、式(4)と Table 2 の条件から応力値を求めると

平均応力値 $\text{Ave}\sigma_x = 1.6\text{MPa}$ 標準偏差 $s_\sigma = 2.2\text{MPa}$ という結果となり、著者らの目標の $\pm 25\text{MPa}$ 以内を十分に満たしている結果を得た。

4.4 四点曲げ負荷試験による検証

次に、四点曲げ負荷試験による検証を行った。検証方法として、あらかじめ X 線応力測定法標準に記載されている、試料の四点曲げ負荷試験を $\sin^2\psi$ 法(リガク社製応力測定機 MSF-3M)で行い、ひずみゲージとの相関から X 線的弾性定数を求め、その値を用い試作した装置にて四点曲げ負荷試験を行い、ひずみゲージと比較して精度検証を行った。

供試材として、機械構造用の炭素鋼鋼材として一般的に広く使われている S45C(JISG4501)を用い、検証を行った。なお、ひずみゲージの値から応力に換算するヤング率は、鉄鋼材料の代表値である 206GPa を用いた。まず $\sin^2\psi$ 法で X 線的弾性定数を求めた結果

$$\frac{E}{1+\nu} = 1.98 \times 10^5 \text{ (MPa)} \quad (6)$$

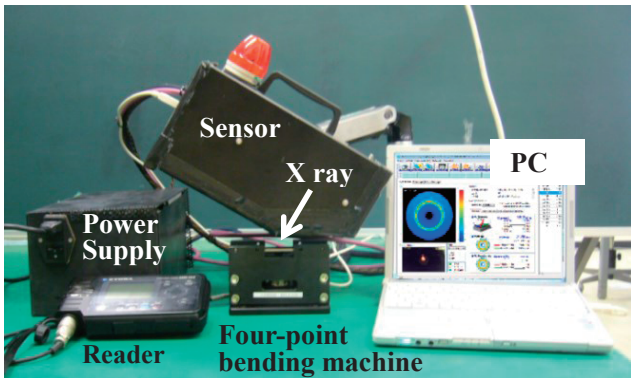
となり、この値を使用して Fig.11 により四点曲げ負荷試験を行った結果が Fig.12 となる。

Fig.12 の横軸がひずみゲージで測定した応力値 (σ_s) を、縦軸が開発した装置で各 10 回繰り返して測定を行った平均応力値 (σ_{cos}) を示している。得られた測定結果より、 σ_s と σ_{cos} の関係を求めたところ

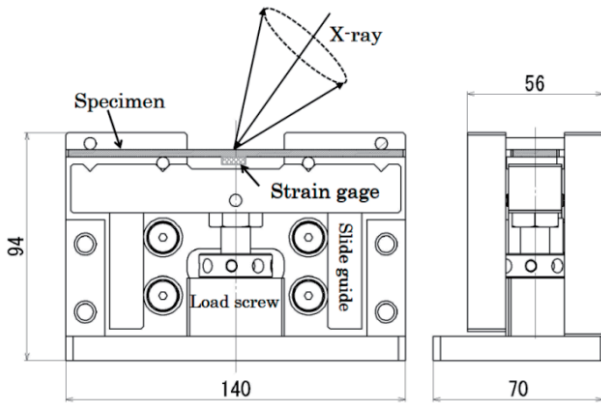
$$\sigma_s = -1.01 \sigma_{\text{cos}} - 282 \text{ (MPa)} \quad (7)$$

となった。傾きの符号が反転しているのは、ひずみゲージと X 線応力の測定面が鋼材の裏表反対であることに起因し、オフセットは鋼材の初期残留応力値と考えられ、 $\sin^2\psi$ 法の場合 -283MPa であったので、方式による差ではない。以上の結果、ひずみゲージと開発

した装置で測定した応力値の傾きが、99%以上で一致することが分かった。また σ_s と σ_{\cos} の誤差の標準偏差は、5.6MPa であり、高い精度が得られていることが分かった。



(a) Experimental set-up using the four-point bending machine.



(b) Structure of the four-point bending machine.

Fig. 11 The appearance of the experiment to compare with the strain gauge technique.

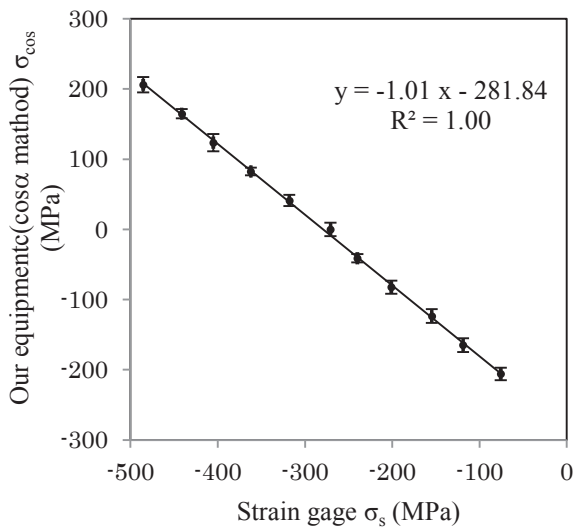


Fig. 12 Relationship between X-ray stress measurement using $\cos \alpha$ method and the strain gauge measurement results.

5 結 言

$\cos \alpha$ 法に基づく X 線応力測定機の開発と、その性能試験を行った結果、開発した装置は、X 線露光装置に IP リーダを内蔵することで、 $\cos \alpha$ 法による単一の X 線照射で、応力測定ができる利点を効率よく活用することが可能となった。そのため従来の $\sin^2 \psi$ 法に基づいた測定システムとは異なり、重量も 4.3kg と軽量で、容易に持ち運びが可能である。また管電圧 30kV、管電流 1mA、露光時間 30 秒と比較的低線量で測定時間も 75 秒と比較的高速に測定可能である。さらに精密なメカトロニクスを活用した IP の中心位置制御、LED による三角測量を利用した試料距離の決定などの技術を盛り込むことにより、使用者にとって簡便かつ十分な測定精度が得られることが判明した。

試作機の精度検証を行った結果、応力の測定精度は JIS-B2701 規格を十分満たす精度を有することが明らかとなり、実際の鋼材を利用した四点曲げ負荷試験による応力測定の検証では、 $\sin^2 \psi$ 法を用いた装置と同等の精度が得られた。

以上の結果、開発した装置は少なくとも鋼材に関しては、 $\sin^2 \psi$ と同等の測定精度が得られると期待されるが、今後の普及のためには、さらなる測定精度の検証が必要である。また本研究の装置を用いた新測定法¹⁰⁾が提案されており、今後新方式に関しても精度の検証を行っていく予定である。

参 考 文 献

- 1) I. C. Noyan and J. B. Cohen, "Residual stress - measurement by diffraction and interpretation", (1987) Springer-verlag.
- 2) JSMS-SD-5-02, "Standard for X-ray stress measurement (2002) - iron and steel -", (2002) Journal of the Society of Materials Science, Japan.
- 3) K. Tanaka, K. Suzuki and Y. Akiniwa, "Evaluation of residual stresses by X-ray diffraction", (2006) Yokeido Ltd. Tokyo, Japan.
- 4) S. Taira, K. Tanaka and T. Yamasaki, "A method of X-ray microbeam measurement of local stress and its application to fatigue crack growth problems", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.27, p.251 (1978).
- 5) Y. Yoshioka, S. Otani and A. Shinkai, "Application of imaging plate to micro-beam X-ray diffraction", The Japanese Society for Non-Destructive Inspection, Vol.39, No.8, p.667 (1990).
- 6) Y. Amemiya, N. Kamiya and J. Miyahara, "Application of photostimulable phosphor film to X-ray diffraction studies", The Japan Society of Allied Physics, Vol.55, No.10, p.957 (1986).

- 7) 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).
- 8) Y. Wang, S. Okido, H. Hato, T. kikuchi and A.Chiba, "Development of non-destructive stress measurement technique with X-ray diffraction method for weld metal" *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.63, No.5, pp.409-416 (2014).
- 9) T. Sasaki and Y. Hirose, "X-ray triaxial stress analysis using whole diffraction ring detected with imaging plate", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.61, No.590, p.2288 (1995).
- 10) T. Miyazakia and T. Sasaki, "X-ray stress measurement with two-dimensional detector based on fourier analysis", *Journal of Materials Research*, Vol.105, pp.922-927 (2014).