

## 内部応力の解析用スリット技術の開発

Development of slit-technique for internal stress analysis

鈴木 賢治<sup>1)</sup>

菖蒲敬久<sup>2)</sup>

Kenji SUZUKI

Takahisa SHOBU

城 鮎美<sup>3)</sup>

藤城智之<sup>2)</sup>

Ayumi SHIRO

Tomoyuki FUJISHIRO

<sup>1)</sup>新潟大学

<sup>2)</sup>原子力機構

<sup>3)</sup>徳島大学

(概要) 2次元スリットおよびPILATUS検出器を組合せて粗大粒内部の応力分布を評価した。回折スポットの回折角度および回折強度のスキヤニングに伴う変化挙動を捉えて応力を評価する方法として、回折スポット追跡法を提案した。本方法により、回折スポットを一定数確保できるならば、応力分布を得ることが実証できた。

**キーワード**：残留応力，粗大粒，シンクロトロン放射光，2次元検出器，2次元スリット

### 1. 目的

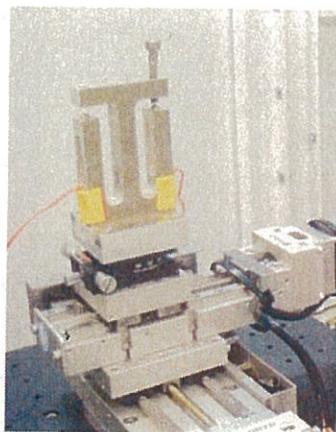
これまでは、空間分解能を実現するためには、回折計のスリット、アナライザーを利用してきたが、粗大粒に対しては、0次元検出器を適用できない。その解決に、2次元検出器による回折の測定が不可欠である。

本研究では、材料内部のひずみを評価するために空間分解能を向上させるための新しいスリットシステムを開発する。具体的には、二次元スリットシステムとしてインボリュートおよびスパイラルスリット試作し、その有効性および課題を整理する。また、2次元検出器としてPILATUSを用いて回折スポット追跡法により、応力評価を試みる。本システムが構築できることにより、材料内部の粗大粒組織の効率的応力評価が可能となる。

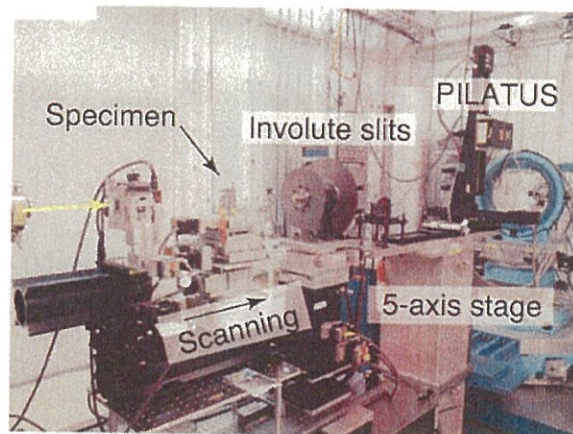
### 2. 方法

#### 2.1 試験片

図1に試験片および実験装置の外観を示す。図(a)に示すようにアルミニウムの曲げ試験片を用



(a) 試験片



(b) 実験の外観

図1. 2次元スリットを用いた応力評価の実験装置

意した。材質は、アルミニウム合金(A5052)である。はりの板厚は 10mm であり、BL22XU の 30keV X線 で十分透過できる。ボルトの締め付けにより中心のはりが曲げと軸力を受けて、既知の負荷応力を与えることができる。与えた曲げ応力分布は、はりの両端に貼ったひずみゲージにより実測できる。ボルトの軸力を受ける柱は、両側とも入射ビームと回折を遮らないように、長円の穴を設けてある。

## 2・2 2次元検出器

図 1 (b)に外観を示すように  $0.2 \times 0.2 \text{mm}^2$  のビームが試験片を透過した回折スポットは、2次元スリット(インボリュートスリット)により制限され、2枚のスリットを通過したX線のみが検出器に到達する。この2枚の相似形のスリットは、その焦点が回折中心と一致することでゲージ体積をつくる。本実験では、インボリュートスリットおよびスパイラルスリットの2種類について実験することにした。

PILATUS 検出器はパルス計数型X線画像検出器であり[1-3]、1)ノイズが存在しない、2)エネルギー弁別能を有する、3)高計数能力を有する、4)同期させ動的測定可能、などの特徴を有しており、IPのように読み取りや取り外しが不要なので、ひずみ測定においては、高精度の測定が期待できる。つまり、本実験では回折スポット追跡法を実施するために、スキヤニングをしながら回折強度最大点を測定する。ゆえに、回折点を効率よくその場観察ができる検出器が必要であり、PILATUS 検出器はそれに適している。

## 2・3 回折スポット追跡法

スキヤニングによりゲージ体積中を結晶が移動するとき、回折中心とゲージ体積中心が異なるために、みかけの回折角  $2\theta$  が変化する。真の回折角度は、ゲージ体積の中心と結晶の回折中心が一致した位置の回折角度である。真の回折角度の位置では、結晶粒がゲージ中心に位置するので、回折強度が最大を示すと仮定できる。本実験では、その  $x$  位置での  $2\theta$  を回折角と決定する。ゆえに、スキヤニングで得られたゲージ体積の中心に相当する位置の回折角  $2\theta$  の値を決定する必要がある。そこで、以下の方法を新たに提案する。

1. 区間を決めてスキヤニングしたスポットの強度変化を放物近似する。
  2. 放物近似の頂点位置  $x$  の  $2\theta$  値をゲージ体積の中心に相当する位置の回折角とする。
- 本実験では、このような手法で回折角を決定する方法を回折スポット追跡法(DST 法: diffraction spot trace method)と呼ぶ。

## 3. 研究成果

### 3・1 インボリュートスリットによる測定

インボリュートスリットを用いて測定した回折像の例を図 2 に示す。図は無負荷の時の回折像である。図のように回折スポットが測定され、試験片は粗大粒であることがわかる。スキヤニングに伴うスポットの変化を逐次測定した。本実験では、0.2mm ピッチで  $x=-7\text{mm}$  から  $7\text{mm}$  まで計 71 点について 2次元像を撮影し、その動画を観察した。これらのスポットの中心における回折角  $2\theta$  と回折強度の変化を計測した。

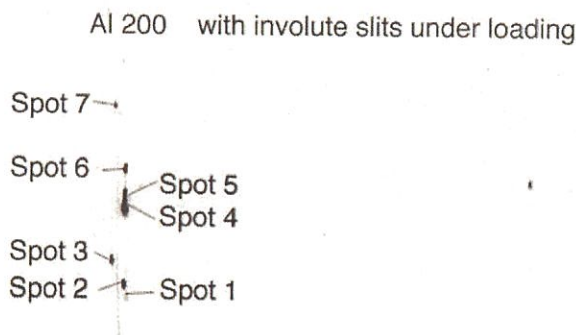


図 2. インボリュートを用いて測定した回折スポット像

スキャンニングに伴う各画像から回折強度高さと同折角の変化を図 3 (a)に示す. また, その結果から回折強度の頂点を放物近似した例を図 3 (b)に示す. 概ね放物近似は可能であるが, 回折の点数も少なく, 応力分布を得る範囲にわたる十分な回折データが得られていない.

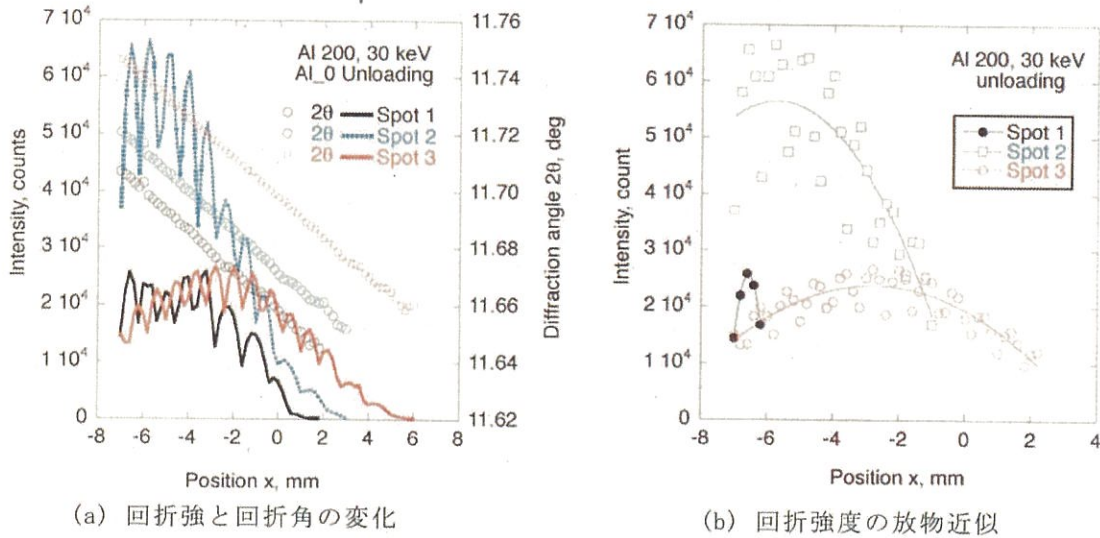


図 3. インボリュートスリットを用いたときのスキャンニングに伴う回折強度角度

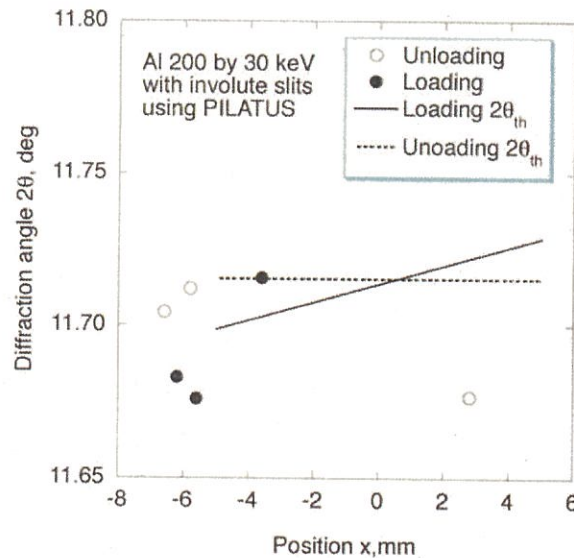


図 4. インボリュートスリットを用いたひずみスキャンニング

曲げ負荷を与えた試験片についても前述の無負荷の場合と同様に処理して回折角とゲージ位置を決定した. その結果を図 4 に示す. 回折スポット数が少ないために応力分布の評価が困難である. また, 応力分布測定に適した範囲でデータが得られなかった. 2次元スリットを用いたひずみスキャンニングで応力評価をするためには, 回折スポット数が多いことが肝要である.

### 3・2 スパイラルスリットによる測定

スパイラルスリットについてもインボリュートスリットと同様の手法により, PILATUS による回折像の測定, DST 法による回折位置と同折角の決定を行った. 図 5 に負荷したときのスパイラルスリットで測定した回折像を示す. なお, スパイラルスリットもインボリュート同様に 2重回折環がみられる. 本実験では, アルミナ粉末サンプルの回折像を測定したところ, 理想的な回折環が得ら

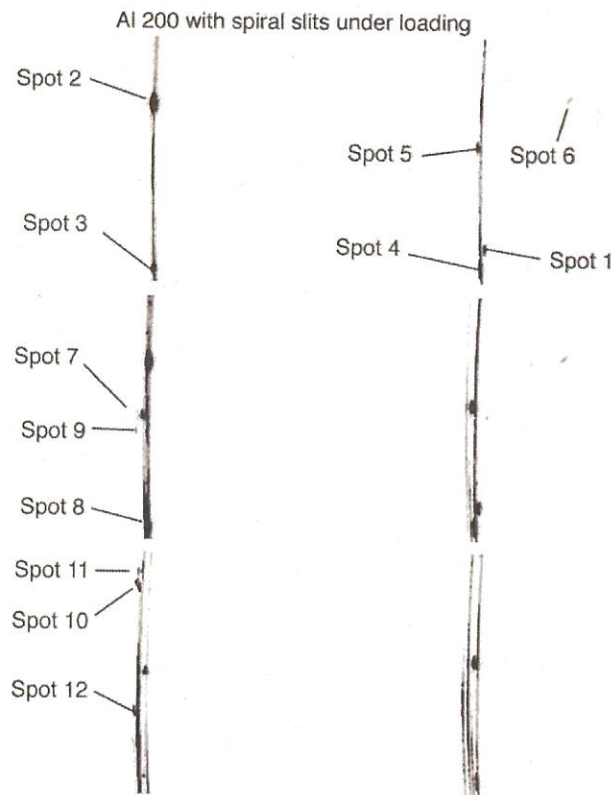


図 5. スパイラルスリットを用いて撮影した曲げ負荷した試験片の回折像

れたことから、2重回折環の原因はアルミニウム試験片の集合組織によるものと判断した。図 5 からわかるように、回折点の数もスキニング範囲にわたり回折スポットの測定ができています。このことから、DST 法により応力を評価するには適した測定例であると判断できる。ただし、無負荷の時の回折点は 4 点のみで少なかったため、無ひずみの回折角  $2\theta_0$  を 4 点の平均から計算した。その  $2\theta_0 = 11.6824 \text{deg}$  を利用して、負荷試験片のひずみ  $\epsilon$  を求めた。応力評価に用いる Al の 200 回折の X 線的弾性定数  $E_{200}$  は、単結晶のスティフネス  $c_{ij}$  [4] を用いてクレーナモデル [5] により 66.6 GPa を得た。

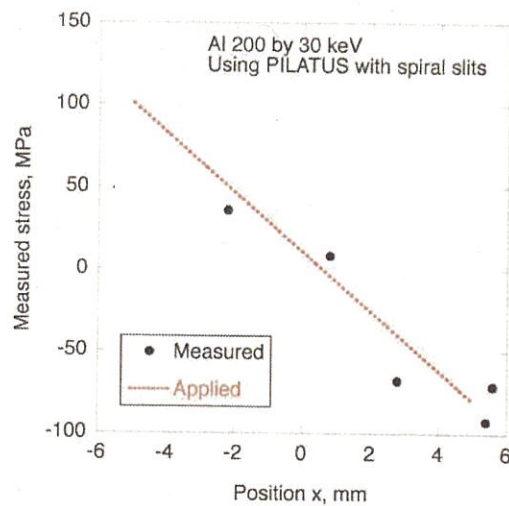


図 6. スパイラルスリットを利用したひずみスキニングの結果

スパイラルスリットを利用したひずみスキヤニングの測定結果を図6に示す。回折スポット数が5点で少ないが、スキヤニング範囲内の応力分布を示している。図中には破線で負荷した曲げ応力の分布を合わせて示した。図中の破線と測定結果はよく一致している。この結果から、スパイラルスリットを用いて2次元検出器PILATUSで粗大粒の応力分布が測定できることが実証できた。

#### 4. 結論・考察

前述の結果から2次元検出器PILATUSを用いてDST法により粗大粒を持つ材料の内部応力分布を測定できることが実証された。

粗大粒の応力測定には、多数の回折スポットを得ることが必要であり、2次元検出器は有力な手段となる。また、内部応力を測定するためには、回折中心に焦点を持つ2次元スリットを開発する必要があった。これまで、2次元スリットの設計と製作、イメージングプレートIPを利用した測定精度などの基礎的実験を積み重ねてきた。2009A, 2009B期において内部応力の実測を試みた研究で、スキヤニングに伴い回折角が移動する現象が見られた。この現象は、粗大粒とゲージ体積との相互干渉により回折中心が移動すること起因することを突き止めた。

それを解決すべくDST法のアイデアを実現するには、測定データの多さからIPによる検出では相当な困難が予想された。その応用に注目されているPILATUS検出器を用いることで、DST法の有効性を検証することができた。インポリュートスリットおよびスパイラルスリットの本実験を通して、粗大粒を持つ材料の単色X線による応力評価においては、スキヤニング範囲で応力分布に適した多数のスポットを得ることが非常に重要であることを改めて認識した。今回の結果では、試験片が粗大粒の集合組織を持つために、インポリュートスリットおよびスパイラルスリットの性能や優劣をつけることができなかった。

今後は、理想的な均質等多結晶の試験片を模擬したS45Cの試験片を用意し、高エネルギー放射光により同様の実験を行い、スパイラルスリットの性能をより正確に調査することが必要である。2次元スリットによる内部の応力評価が確立した暁には、2次元スリットの設計・製作技術が新たな課題となり、さらに解析方法についての議論を期待する。

最後に、PILATUS検出器においては、JASRIの豊川秀訓氏の協力を得た。また、膨大な画像データの整理を新潟大学教育学部の北嶋進也君、木村光彦君および山岸葵君にお願いした。以上、心より感謝申し上げます。

#### 5. 引用(参照)文献等

- [1] 豊川秀訓, 兵藤一行, 放射光, Vol. 22, No. 5, pp. 256-263 (2009).
- [2] 豊川秀訓, 高垣昌史, 宇留賀朋哉, 谷田肇, 寺田靖子, 篠田弘造, 放射線, Vol. 34, No. 4, pp. 246-253 (2009).
- [3] 豊川秀訓, 金属, Vol.80, No.2, pp.127-132 (2010).
- [4] G.N. Kamm and G.A. Alers, J. Appl. Phys., Vol. 35, pp. 327-330 (1964).
- [5] E. Kröner, Zeitschrift Physik, Vol. 151, pp. 504-518 (1958).