

資 料

cos α 法による残留応力の測定方法と測定事例

名原 啓博*・廣江 拓也*・若槻 博美*・植田 優*

1. はじめに

固体であればどのような物にも大なり小なり内部に残留応力が存在し、その固体内で力がバランスした状態で形状が決まっている。この残留応力の状態は、加工や経年による寸法変化や、耐摩耗性や応力腐食割れなどにも大きな影響を及ぼすため、残留応力を測定することは不具合対策として非常に重要である。

材料内で残留応力が場所によって大きく変化する場合がある。例えば溶接、焼入れ焼戻し（特に高い硬さや強度が必要な場合に行う、焼戻し温度が100℃～200℃程度と低い条件）、鋳造、鍛造、圧延、転造、引き抜きや押し出しなどにより加工した部品が挙げられる¹⁾。これらの物を加工すると、加工した箇所で残留応力のバランスが変わることにより、その周辺の材料は元の形状から変形しようとする。加工と共に材料の変形が進む場合もあれば、加工中はバイスやマグネットチャックなどの把持力で変形が抑えられ、加工後に把持力を解放した時に変形する場合もあり、いずれにしても加工後の部品の寸法精度が不十分になることが生じ得る。超硬合金のように硬く脆い材料は、ほとんど変形せずに割れてしまうこともある。また、切断加工する場合、切断面同士の間隔を狭めるような変形が生じれば、切断工具の進行を妨げ（例えばワイヤー放電加工であればワイヤーの破断を誘発し）、材料の加工が困難になることもある。これらの対策として、溶接や鋳造や鍛造などの後に、切削や研削や放電加工などの前に、焼なましによる残留応力の低減が図られることがある^{2,3)}。ただ、硬さを低下させたくない場合、低融点の材料と複合している場合、熱処理コストをかけられない場合などにより、焼なまししないことも少なくなく、不具合の発生原因になることがある。

材料表面の応力状態が重要な場合もある。摩擦・摩耗、繰り返し負荷や腐食される環境下で使用される部品などが挙げられる。これらは表面に傷が発生した後、材料の継続使用と共に傷が拡大すると破損に至る。表面が圧縮応力状態の場合、傷を閉じる方向に作用するので、応力的には傷は拡大しづらい。表面が引張応力状態の場合、応力は傷を

表1 残留応力の測定方法と特徴

測定方法		特徴
ひずみゲージ法	切断法	破壊法
	穿孔法	準破壊法
	Ring Core 法	準破壊法
	Slitting 法	破壊法
DHD 法		準破壊法
Contour 法		破壊法
回折法	X 線回折	非破壊法
	放射光回折	非破壊法
	中性子回折	非破壊法
	収束電子線回折	非破壊法
反り変形法 (Stoney の方法)		非破壊法
超音波・音弾性法		非破壊法
磁気ひずみ・バルクハウゼン法		非破壊法
レーザーラマン分光法		非破壊法
光弾性法		非破壊法

広げる方向に作用するため、応力的には傷の拡大を助長してしまう。この対策の一つとして行われるショットピーニングやレーザーピーニングなどは材料表面に圧縮の残留応力と加工硬化を与え、摺動部品などの耐摩耗性を向上し、歯車や軸受やばねなどの使用応力範囲の拡大と疲労寿命を延ばし、溶接や塑性加工した材料などの応力腐食割れを防止する。浸炭や窒化は硬さの向上と共に圧縮応力を付与する効果もあり、ピーニングと併用されることもある。切削工具などは表面に TiN や TiAlN などセラミック系材料をはじめとする硬質膜を加えて耐摩耗性を向上させることが多く、その強度や密着性、機能性に大きく影響する因子の一つとして残留応力が測定されている^{1,4)}。

残留応力はものづくりにおいて重要な情報であり、その測定方法は表1に示すように様々ある¹⁾。古くから行われている方法として切断法がある。この方法は、ひずみを測定したい箇所にひずみゲージを貼り付けた後、その周囲を切断して残留応力を解放し、切断前にはどれだけのひずみ

*: 金属技術科

(弾性係数を用いて応力に換算する) が加わっていたかを推測する方法である。この方法では、確実に残留応力を解放させるため、試験体を十分小さく切断することが望ましい。切断しない方法としては穿孔法があり、ASTM (米国試験材料協会) で標準試験方法が規定されている⁵⁾。これは表面に直径数 mm の浅い穴 (底が平らな凹形状) を掘り、予め穴の周囲に張り付けていたひずみゲージにより、穴を掘ることで解放されたひずみを測定し、2次元弾性理論に基づいて残留応力を解析する。穴を深さ数十 μm 掘るごとにひずみを測定し、残留応力の深さ方向分布を解析できる。深さは数 mm まで測定できる。より深い領域まで測定する方法としては DHD (Deep Hole Drilling) 法がある⁶⁾。これは直径数 mm の穴 (参照孔) を開けた後、その周囲を直径 10 mm 程度、厚さ数 mm の円筒状にくり抜き加工 (トレパニングと言う) して残留応力を解放し、参照孔の直径の変化から Timoshenko の弾性理論に基づき残留応力の深さ方向分布を解析する方法である。この方法では深さ数百 mm まで測定できる。切断法は試料を切断するため破壊法と、穿孔法や DHD 法は切断しないため準破壊法と呼ばれる。

非破壊で残留応力を測定する方法 (非破壊法と呼ばれる) としては、ブラッグの条件式に基づいた回折を用いる方法があり¹⁾、一般に普及しているのは X 線回折法である。応力を受けると材料の結晶が僅かに変形し (引張応力を受けるとその方向に結晶が広がり、圧縮応力を受けるとその方向に結晶が縮む)、その変化を X 線回折でとらえ、ひずみから応力を計算する。この方法は、非破壊で測定できる大きな利点がある一方、結晶構造を持つ材料でなければ測定できず、非晶質のガラスやプラスチックは測定できない。また、入射した X 線が材料内に侵入し、回折して材料外に出て来た X 線を検出器でとらえて残留応力を解析するが、材料内部で入射 X 線も回折 X 線も大きく減衰するため、一般に普及している装置で測定できるのは材料表面近傍の浅い領域に限られる (具体例は後述参照)。より深い領域を測定するには、より高いエネルギーを持つ放射光や中性子を使う必要があり、SPring-8 や J-PARC といった加速器や、JRR-3M といった原子炉を用いて測定することになる^{1, 7)}。X 線回折を用いた残留応力の測定方法は様々あるが、比較的昔から広く用いられる方法として $\sin^2 \psi$ 法があり¹⁾、ASTM (米国試験材料協会) や SAE (自動車技術者協会) の規格の他、日本では (公社) 日本材料学会が規格を策定している^{8, 9)}。 $\sin^2 \psi$ 法による測定は、汎用の X 線回折 (XRD: X-Ray Diffraction) 装置 (例えば Rigaku 社の SmartLab など) や専用機 (例えば Rigaku 社の AutoMATE II や PROTO manufacturing 社の LXRD など) を用いて行われる。一方、比較的最近普及して来た測定方法として cos α 法がある。cos α 法は平、田中、山崎により 1978 年に提案され¹⁰⁾、当時は写真でデバイ・シェラー環 (単

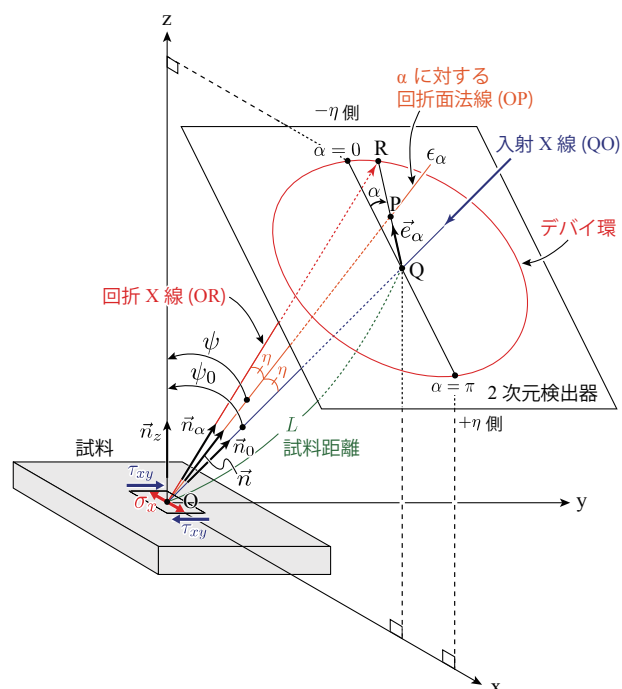


図1 試料に入射する X 線と回折 X 線によるデバイ環およびそれらの座標系と測定される残留応力

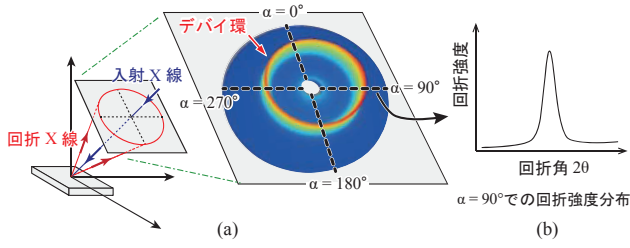
にデバイ環とも言う) を撮影していた。後に2次元検出器の進歩によってデバイ環を高精度にとらえることが比較的容易になり、2012年にパルステック工業社が測定装置の開発・販売を開始した。cos α 法による測定方法は、(公社) 日本材料学会や (一社) 非破壊検査協会がそれぞれ規格を策定している^{11, 12)}。 $\sin^2 \psi$ 法は高精度なゴニオメータを用い、複数の ψ 角で測定する必要があったが、cos α 法ではその必要が無いので、比較的容易に測定できる利点がある。

本報告では、パルステック工業社のポータブル型 X 線残留応力測定装置 μ -X360s を用いた cos α 法による残留応力の測定方法と測定事例を紹介する。

2. 測定について

2.1 cos α 法で測定される残留応力

cos α 法では、図1に示すように、試料表面法線 (z 軸) に対して角度 ψ_0 で X 線を入射し、戻って来る回折 X 線を2次元検出器でとらえ、その強度分布から残留応力を解析する。試料が多結晶体で、結晶粒が粗大でなく、強い配向性を持たない場合、回折 X 線の強度のピークは2次元検出器で円環状に観測され、これをデバイ・シェラー環または単にデバイ環と言う。デバイ環は例えば図2(a)のように観測される。この図は $\alpha = 0^\circ \sim 360^\circ$ の回折強度分布を色と高さにより3Dで表示している。例えば $\alpha = 90^\circ$ における回折強度分布を取り出すと図2(b)のような曲線となり、これは1次元検出器を持つ回折 X 線装置の測定結果でよく見られるものである。2次元検出器では、図2(b)の分布が入射 X 線の周りに $\alpha = 0^\circ$


 図2 デバイ環 (a) と $\alpha = 90^\circ$ での回折強度分布 (b)

$\sim 360^\circ$ の各 α において得られ、それを一周並べて面として示すと図2(a) のようになる。 μ -X360s では図2(b) のような回折強度分布が 0.72° 毎の α で得られ、それを500本並べて図2(a) のようなデバイ環を得ている。

図1のようにX線をzx平面内でz軸に対して角度 ψ_0 で試料に照射する場合、解析される残留応力は σ_x (x軸方向の垂直応力) と τ_{xy} (x軸に垂直な平面に対してy軸方向に加わる剪断応力) である。 σ_y (y軸方向の垂直応力) は数式上は計算できるが、一般に精度が低く、信頼性のある値は得られない。 σ_y を測定するには、試料または測定装置を 90° 回転し、X線をyz平面内でz軸に対して ψ_0 の角度で試料に照射して測定する必要がある。通常、 $\cos \alpha$ 法も $\sin^2 \psi$ 法も、試料の表面近くの残留応力を測定するため、表面の法線方向 (z方向) の拘束が無いので面外方向の応力成分はゼロとし、平面応力状態 ($\sigma_z = \tau_{zx} = \tau_{yz} = 0$) を仮定して解析する。3軸応力状態 ($\sigma_z, \tau_{zx}, \tau_{yz} \neq 0$) での解析方法も提案されており^{8, 11, 12)}、その方法ではX線照射方向を変えて複数回の測定を行い、それらのデータを纏めて解析する必要がある。

2.2 σ_x と τ_{xy} の計算方法

ここでは平面応力状態を仮定した諸式と、 σ_x および τ_{xy} の計算方法の概略を示す。式の導出方法など詳細は文献を参照されたい¹¹⁻¹⁵⁾。

2次元検出器で測定される回折強度分布から、回転角 α における回折ピーク $2\theta_\alpha$ を計算し、下式から α における格子ひずみ ϵ_α を計算できる。

$$\epsilon_\alpha = -(\theta_\alpha - \theta_0) \cot \theta_0 \quad (1)$$

ここで、 θ_0 は無ひずみ状態での回折ピーク $2\theta_0$ から与えられ、材種と回折面とX線波長により決まる。 θ_α は回折強度のQR方向分布 (QRは図1参照) から解析される回折ピーク $2\theta_\alpha$ から計算され、材料にひずみが加わると θ_α は θ_0 から離れて来る。式(1)から、 θ_0 が大きいほど $\cot \theta_0 = 1/\tan \theta_0$ は小さくなるため、回折角 $2\theta_0$ の大きな回折面の方が、同じひずみ ϵ_α に対する回折角の変化 $2\theta_\alpha - 2\theta_0$ は大きくなる。従って、残留応力測定では ϵ_α の測定精度を高めるために、 $2\theta_0$ の大きな回折面を測定することが多い。ただし、回折ピークを精度良く測定するには、ある程度の回折強度が必要だが、 $2\theta_0$ の大きな回折面からの

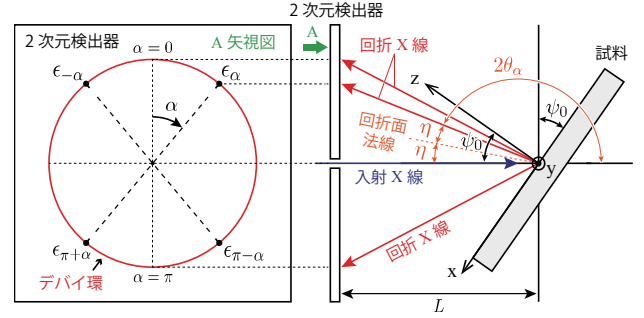


図3 デバイ環上で測定される格子ひずみ

回折強度は、 $2\theta_0$ の小さな回折面からの回折強度よりも低い傾向にある。従って $2\theta_0$ が大きく、かつ回折強度もある程度高い回折面が選ばれる。回折強度があまり高くない場合、時間をかけてデータを積算することになり、測定時間が長くなる。

ϵ_α は平面応力を仮定すると下式のようにも書かれる。

$$\begin{aligned} \epsilon_\alpha = & \frac{1 + \nu_X}{E_X} [(\cos \eta \sin \psi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \cos \alpha)^2 \sigma_x \\ & + \sin^2 \eta \sin^2 \alpha \sigma_y \\ & + 2 \sin \eta \sin \alpha (\cos \eta \sin \psi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \cos \alpha) \tau_{xy}] \\ & - \frac{\nu_X}{E_X} (\sigma_x + \sigma_y) \end{aligned} \quad (2)$$

ここで E_X をX線のヤング率、 ν_X をX線のポアソン比、 $E_X/(1+\nu_X)$ をX線の弾性係数と呼ぶ。 E_X と ν_X は機械的なヤング率 E とポアソン比 ν に概ね近い値であるが、 E_X と ν_X は測定する回折面によって値が異なる。また、 E と ν (主に E) が温度によって値が変わると同様に、 E_X と ν_X (主に E_X) も温度によって値が変わる。例えば耐熱合金の一種である Inconel-X の (311) 面の $E_X/(1+\nu_X)$ は、 27°C での 164 GPa から、 650°C での 116 GPa まで変化すると報告がある¹⁶⁾。なお、 E_X や ν_X は $\sin^2 \psi$ 法でも用いられ、試料の材種と測定回折面が同じであれば、 $\cos \alpha$ 法も $\sin^2 \psi$ 法も同じ E_X と ν_X の値が用いられる。

回折強度分布から計算される θ_α を式(1)に代入して ϵ_α を計算することはできるが、式(2)には σ_x と σ_y と τ_{xy} があるため、式(1)と式(2)から各応力値を簡単には計算できない。そこで、下記のパラメータ $\epsilon_{\alpha l}$ を導入する。

$$\epsilon_{\alpha l} = \frac{(\epsilon_\alpha - \epsilon_{\pi+\alpha}) + (\epsilon_{-\alpha} - \epsilon_{\pi-\alpha})}{2} \quad (3)$$

この式の ϵ_α 、 $\epsilon_{\pi+\alpha}$ 、 $\epsilon_{-\alpha}$ 、 $\epsilon_{\pi-\alpha}$ は図3に示す位置関係にあり、 $\epsilon_{\alpha l}$ はこれら4点を用いて計算される。従って、 ϵ_α 、 $\epsilon_{\pi+\alpha}$ 、 $\epsilon_{-\alpha}$ 、 $\epsilon_{\pi-\alpha}$ の内どれか1つでも測定できない点があれば、そこでの $\epsilon_{\alpha l}$ は計算できない。 ϵ_α は式(1)を用いて $0 \leq \alpha \leq 2\pi$ の範囲で計算でき、これを用いて $\epsilon_{\alpha l}$ は $0 \leq \alpha \leq \pi/2$ の範囲で計算できる。また、式(3)に式(2)を代入すると、

$$\epsilon_{\alpha l} = -\frac{1 + \nu_X}{E_X} \sin 2\eta \sin 2\psi_0 \cos \alpha \cdot \sigma_x \quad (4)$$

となり、 σ_y と τ_{xy} の項は無くなって σ_x だけが残る。式(4)

の両辺を $\cos \alpha$ で偏微分することで

$$\sigma_x = -\frac{E_X}{1+\nu_X} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} \cdot \frac{\partial \epsilon_{\alpha 1}}{\partial \cos \alpha} \quad (5)$$

が得られる。測定データから横軸 $\cos \alpha$ 、縦軸 $\epsilon_{\alpha 1}$ のグラフ（cos α線図と言う）を描くことができ、この勾配が式(5)の $\partial \epsilon_{\alpha 1} / \partial \cos \alpha$ を与え、 σ_x を計算できる。なお、 $\alpha = \pi/2$ のとき $\cos \alpha = 0$ で、また $\epsilon_{\alpha} = \epsilon_{\pi-\alpha}$ 、 $\epsilon_{\pi+\alpha} = \epsilon_{-\alpha}$ なので $\epsilon_{\alpha 1} = 0$ であることから、cos α線図は数式的に必ず原点を通る。また、測定した σ_x のデータに対し、 E_X や ν_X の値を変更して σ_x を計算し直したい場合、式(5)において $E_X/(1+\nu_X)$ は単なる比例係数であるから、 $E_X/(1+\nu_X)$ の値を変更すれば、その値での σ_x を容易に計算できる。

次に、 $\epsilon_{\alpha 1}$ と同様に、下記のパラメータ $\epsilon_{\alpha 2}$ を導入する。

$$\epsilon_{\alpha 2} = \frac{(\epsilon_{\alpha} - \epsilon_{\pi+\alpha}) - (\epsilon_{-\alpha} - \epsilon_{\pi-\alpha})}{2} \quad (6)$$

ϵ_{α} は式(1)を用いて $0 \leq \alpha \leq 2\pi$ の範囲で計算でき、これを用いて $\epsilon_{\alpha 2}$ は $0 \leq \alpha \leq \pi/2$ の範囲で計算できる。また、式(6)に式(2)を代入すると、

$$\epsilon_{\alpha 2} = \frac{2(1+\nu_X)}{E_X} \sin 2\eta \sin \psi_0 \sin \alpha \cdot \tau_{xy} \quad (7)$$

となり、 σ_x と σ_y の項は無くなって τ_{xy} だけが残る。式(7)の両辺を $\sin \alpha$ で偏微分することで

$$\tau_{xy} = \frac{E_X}{2(1+\nu_X)} \frac{1}{\sin 2\eta \sin \psi_0} \cdot \frac{\partial \epsilon_{\alpha 2}}{\partial \sin \alpha} \quad (8)$$

が得られる。測定データから横軸 $\sin \alpha$ 、縦軸 $\epsilon_{\alpha 2}$ のグラフ（sin α線図と言う）を描くことができ、この勾配が式(8)の $\partial \epsilon_{\alpha 2} / \partial \sin \alpha$ を与える。なお、 $\alpha = 0$ のとき $\sin \alpha = 0$ であり、また $\epsilon_{\alpha} = \epsilon_{-\alpha}$ 、 $\epsilon_{\pi+\alpha} = \epsilon_{\pi-\alpha}$ なので $\epsilon_{\alpha 2} = 0$ であることから、sin α線図も数式的に必ず原点を通る。

図4(a)に cos α線図、同図(b)に sin α線図の一例を示す。測定データから計算される $\epsilon_{\alpha 1}$ および $\epsilon_{\alpha 2}$ は丸印のようにプロットされ、これらを直線近似して実線のようになり、それぞれの勾配が $\partial \epsilon_{\alpha 1} / \partial \cos \alpha$ および $\partial \epsilon_{\alpha 2} / \partial \sin \alpha$ を与える。この例では、式(5)、(8)より $\sigma_x = -821$ MPa、 $\tau_{xy} = 19$ MPa と計算される。図4の(a)と(b)を比べると、(b)の sin α線図の方が変動が大きいのに見えるが、(a)は縦軸のスケールが大きく、実際は cos α線図にも同程度の変動がある。 $\epsilon_{\alpha 1}$ および $\epsilon_{\alpha 2}$ からそれぞれ近似直線を差し引いた $\Delta \epsilon_{\alpha 1}$ および $\Delta \epsilon_{\alpha 2}$ を図5(a)、(b)にそれぞれ示す。この図から、 $\epsilon_{\alpha 1}$ にも $\epsilon_{\alpha 2}$ と同程度の変動があることがわかる。

残留応力を測定する上で、cos α法や $\sin^2 \psi$ 法には有利な点がある。もし式(5)や式(8)を用いず、式(1)のままで残留応力を計算する場合、無ひずみ状態の回折ピーク $2\theta_0$ は既知の値を使うとしても、ひずみ（残留応力）のある試料の回折ピーク $2\theta_{\alpha}$ を絶対値としてかなり高精度に測定する必要がある。一般に、回折ピークの解析方法としては半価幅中点法や関数近似法などがあり、関数近似法に用いるフィッティング関数は Gaussian, Lorentz (Cauchy と

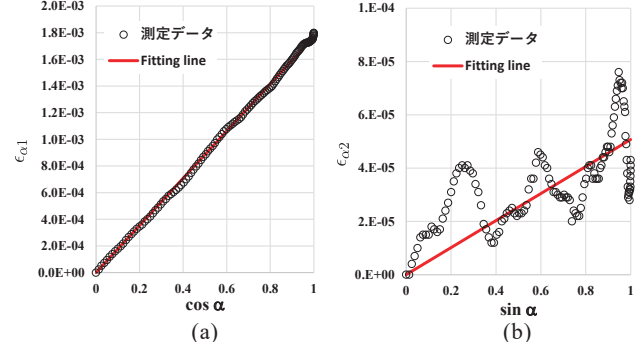


図4 cos α線図 (a) と sin α線図 (b) の例

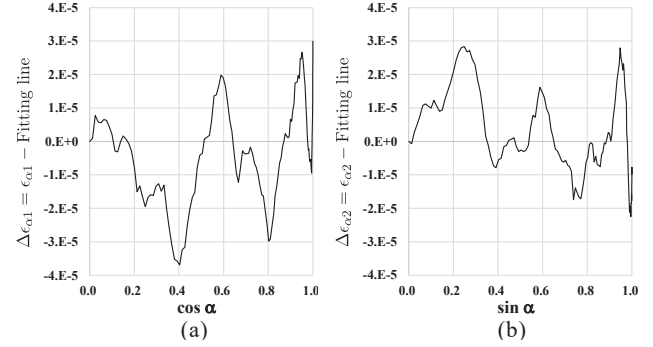


図5 cos αに対する $\Delta \epsilon_{\alpha 1}$ (a) と sin αに対する $\Delta \epsilon_{\alpha 2}$ (b) の例

も言う)、Pseudo Voigt, Pearson VII, 分割型 Pseudo Voigt, 分割型 Pearson VII などがよく用いられる。ただ、ひずみのある試料は回折ピークの形状に広がりや変形が見られるため、回折ピークの解析方法に依存して $2\theta_{\alpha}$ の値が若干高めになったり若干低めになったりといった傾向が見られる。また、試料距離（図1、図3の L ）の設定誤差も $2\theta_{\alpha}$ の誤差に繋がり、回折 X 線のノイズは $2\theta_{\alpha}$ の測定精度を低下させることから、 $2\theta_{\alpha}$ を絶対値として高精度に測定することは簡単ではない。一方、cos α法では $\epsilon_{\alpha 1}$ と $\epsilon_{\alpha 2}$ を用いて残留応力を解析するが、式(3)および式(6)に式(1)をそれぞれ代入すると、

$$\epsilon_{\alpha 1} = -\frac{(\theta_{\alpha} - \theta_{\pi+\alpha}) + (\theta_{-\alpha} - \theta_{\pi-\alpha})}{2} \cot \theta_0 \quad (9)$$

$$\epsilon_{\alpha 2} = -\frac{(\theta_{\alpha} - \theta_{\pi+\alpha}) - (\theta_{-\alpha} - \theta_{\pi-\alpha})}{2} \cot \theta_0 \quad (10)$$

となり、 $2\theta_{\alpha}$ の相対値で残留応力を解析することになる。回折ピークの解析方法に依存した $2\theta_{\alpha}$ 値の高低の傾向はどの α においても同様に現れ、試料距離 L の誤差はどの α においても同様に作用し、回折 X 線のノイズはどこかの α に偏重する理由もないことから、式(9)、(10)のように $2\theta_{\alpha}$ の相対値で残留応力を解析すれば、 $2\theta_{\alpha}$ の絶対値としての要求精度が緩和されて測定が容易になる。なお、 $\sin^2 \psi$ 法も回折ピークの相対値で残留応力を評価するので同様である。

2.3 測定領域

測定では、入射 X 線が試料内に侵入し、回折して試料外に出て来た X 線を検出器でとらえて解析し、残留応力

を計算する。試料内部で入射 X 線も回折 X 線も大きく減衰するため、測定できる試料中の深さには限度がある。この深さを表す指標を X 線有効侵入深さと呼び、式(11)で表される。

$$T = \frac{1}{\mu} \left[\frac{1}{\cos \psi_0} + \frac{1}{\sin 2\theta \sin \psi_0 \cos \alpha - \cos 2\theta \cos \psi_0} \right]^{-1} \quad (11)$$

μ は線吸収係数である。例えば X 線が Cr 管球の K α 線で、試料が α -Fe である場合、 $\mu = 0.089 \mu\text{m}^{-1}$ である^{8, 11)}。 α -Fe の (211) 面 (回折角 $2\theta = 156.4^\circ$) を測定する場合、 α に対する T は図 6(a) のようになり、 ψ_0 と α によって T の値が変わる。 ψ_0 が 0° 、すなわち試料面に垂直に X 線を入射する場合、 α によらず $T = 5.37 \mu\text{m}$ である。 $\psi_0 > 0$ の場合、 $\alpha = 0^\circ$ で T は最大、 $\alpha = 180^\circ$ で T は最小となる。これは、同じ入射 X 線の侵入深さに対して、回折 X 線が試料中を通る距離が、 $\alpha = 0^\circ$ で最小、 $\alpha = 180^\circ$ で最大になるためである。また、 ψ_0 が大きいほど全体的に T は小さくなる。これは、同じ入射 X 線の侵入深さに対して、 ψ_0 が大きいほど入射 X 線も回折 X 線も試料中を通る距離が長くなるためである。 α -Fe の残留応力は $\psi_0 = 35^\circ$ で測定することが多く、この場合、 $T = 3.58 \mu\text{m} \sim 5.01 \mu\text{m}$ (平均 $4.35 \mu\text{m}$) である。別の例として、試料が α -Al $_2$ O $_3$ 、X 線が Cr 管球の K α 線の場合、 $\mu = 0.0383 \mu\text{m}^{-1}$ である⁹⁾。(220) 面 ($2\theta = 148.73^\circ$) を測定する場合、 α に対する T は図 6(b) のようになり、 α -Fe に比べると μ が小さいので T は大きい。また、試料が β -Si $_3$ N $_4$ 、X 線が Cu 管球の K α 線で (323) 面 ($2\theta = 141.73^\circ$) を測定する場合と、V 管球の K α 線で (411) 面 ($2\theta = 152.87^\circ$) を測定する場合、前者は $\mu = 0.0127 \mu\text{m}^{-1}$ であるのに対し、後者は $\mu = 0.0613 \mu\text{m}^{-1}$ と大きく異なる⁹⁾。従って、図 6(c) に $\psi_0 = 25^\circ$ の時の結果を示すように、 T も大きく異なる。なお、 T よりも深い領域を測定したい場合や、残留応力の深さ方向分布を調べたい場合 (例えばショットピーニングの効果の調査など) もある。その場合、試料の測定したい位置で、直径数 mm、表面からある程度の深さ (数 $\mu\text{m} \sim 1 \text{ mm}$ など) の領域を電解研磨により除去した後、その深さでの残留応力を測定する方法がある。電解研磨と残留応力測定を繰り返し行えば、残留応力の深さ方向の分布を知ることができる。ただし、試料の一部を除去加工するので非破壊ではなくなる。完全に非破壊での測定が必要な場合、X 線よりも深い位置まで測定できる放射光回折や中性子回折を要する。

試料の測定したい領域 (面積) が小さい場合、孔直径が小さなコリメータを装置に取り付け、試料に照射する入射 X 線の面積を小さくする。島根県産業技術センターが所有しているコリメータの最小直径は 0.3 mm で、試料距離 50 mm のとき照射直径は約 0.8 mm である。なお、入射する X 線量はコリメータの孔面積に比例して減少するため、回折する X 線量も減少する。残留応力を解析するためには、ある程度の回折強度を得る必

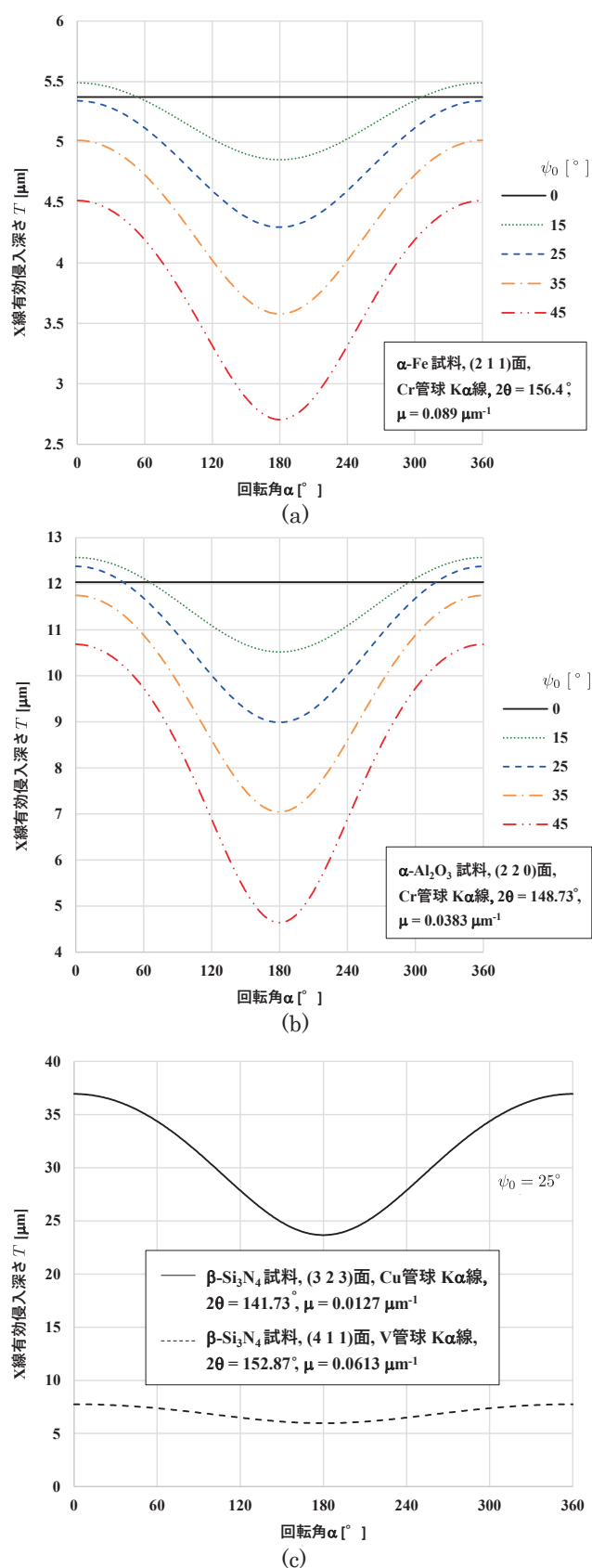


図6 α -Fe試料 (a), α -Al $_2$ O $_3$ 試料 (b), β -Si $_3$ N $_4$ 試料 (c) の回転角 α に対する X 線有効侵入深さ T

要があるため、回折 X 線量が減少する分、時間をかけてデータを積算することになり、測定時間が長くなる。

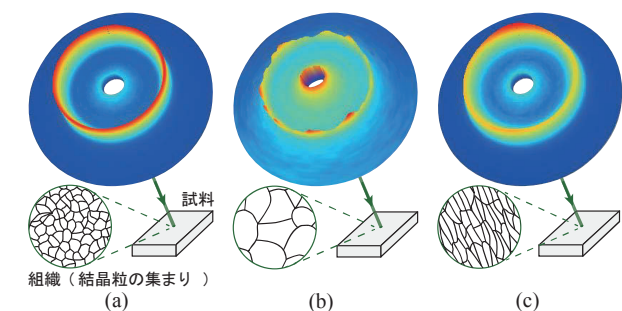


図7 等方性多結晶の試料 (a), 粗大な結晶粒の試料 (b), 結晶群が配向した試料 (c) のデバイ環

2.4 測定試料の結晶状態

試料の結晶状態により、得られるデバイ環の外観が変わる。図7に結晶粒の方向がランダムな多結晶（等方性多結晶と言う）の試料(a), 粗大な結晶粒の試料(b), 結晶群が配向（優先方位を持った状態）した試料(c)のデバイ環の例と組織（結晶粒の集まり）の模式図を示す。結晶粒の方向がランダムであれば、入射X線に対してブラッグの条件式を満たす回折X線の方向はどの α 位置に対しても一様の強度となるため、デバイ環は図7(a)のようになる。この時の結晶粒のサイズは概ね10 μm と言われている¹⁷⁾。結晶粒が粗大になると、結晶粒の方向に偏りがあるため、図7(b)のように α 位置によって回折強度に高低が見られる。結晶に配向性がある場合、回折X線は特定の方向に強くなり、図7(c)のようになる。結晶粒のサイズが大きくなり、図7(b)のように回折強度の α 方向分布に変動が現れると、一般にcos α 線図は直線的でなくなり、測定精度が低下する。図7(c)の場合も、図7(b)ほどではないが、cos α 線図が直線的でなくなる傾向がある。この場合、測定中に入射X線の角度 ψ_0 を10°程度動かす（揺動と言う）ことで、回折に寄与する結晶粒の数を増やし、図7(a)のようなデバイ環にある程度近づけることができる。なお、cos α 線図は式(9), (10)のように回折ピーク値を用いて描かれるので、回折強度が図7(b), (c)のように変動していたとしても、必ずしもcos α 線図が直線的でなくなるとは限らず、図7(a)と同程度の直線を得られることもある。ただ、その測定精度には注意すべきである。なお、1次元検出器では図2(b)のような回折強度分布を得られるが、それだけでは図7(a)～(c)のどの状態での測定結果かは判断できない。図7(b)のようなデバイ環の試料を1次元検出器で測定すると、回折強度の低い α 位置であれば、回折ピークがほとんど見えなくなる可能性もある。2次元検出器は、デバイ環の姿から試料の結晶状態を大まかに推測できる点でも優れている。

また、X線回折の原理で解析するため、非晶質の材料、例えばプラスチックやアモルファス合金などは測定できない。ただ、近年のプラスチックの構造材料への適用拡大に伴い、その応力測定の実用性が増え、非晶質の材料で

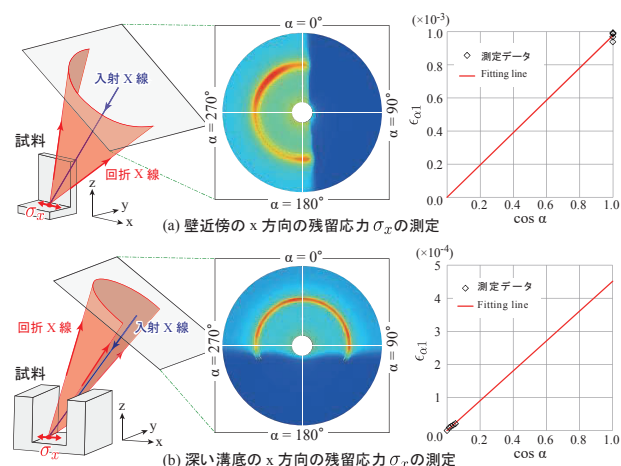


図8 壁近傍のx方向の残留応力 σ_x の測定 (a), 深い溝底のx方向の残留応力 σ_x の測定 (b)

も一部が結晶質であれば、その部分をとりえて残留応力を測定する研究がなされており¹⁸⁾、今後の進展が期待される。

2.5 測定試料の形状

試料の幾何学的要因が測定を難しくする場合がある。例えば測定箇所の近くに回折X線の一部を遮る障害物があると、デバイ環の一部が欠けることになる。cos α 線図の一部が欠けても、ある程度プロットできれば良いが、欠けた α 領域によっては大部分プロットできないこともあり得る。例として、図8(a)のような壁に近い位置の残留応力を測定する場合を考える。y軸方向の残留応力の測定では壁は問題にならないが、図のようにx軸方向の残留応力を測定する際に問題が生じ得る。右側の壁の高さが低ければ回折X線を遮らないが、壁が高いと $\alpha = 0^\circ \sim 180^\circ$ の大部分の回折X線が壁に遮られてデバイ環が欠けてしまい、ほとんどcos α 線図を描けない。 $\alpha = 0^\circ$ 近傍と $\alpha = 180^\circ$ 近傍のデータからcos $\alpha = 1$ 近傍だけ ϵ_{al} をプロットできるので、原点からの直線を引いて（上述のように原点は必ず通る）残留応力を計算することはできるが、その測定精度には注意すべきである。測定できた $\alpha = 180^\circ \sim 360^\circ$ のデバイ環が図7(a)のようであれば、cos α 線図は直線に近いと推測され、cos $\alpha = 1$ 近傍のデータだけでも測定精度は低いことが期待される。しかし図7(b)のようであれば、cos $\alpha = 1$ 近傍のデータだけでは不十分と考えるべきである。この対処法の一つとして、測定できたデバイ環の円環状のピークを元に、全周を楕円や円で近似して ϵ_a を計算する方法もあるが、その良否はケースバイケースだと思われる。測定精度を高めたい場合は、デバイ環が壁に遮られない程度に壁から離れた位置を測定すべきである。もしくは、試料をx軸回りに少し回転（図8(a)の場合は時計回り方向）することで、壁が遮るデバイ環の α 領域を減らす方法も考えられる。ただしこの場合、試料と装置の位置関

係が図1とは異なって来るので、測定結果には検証を要する。なお、 $\sin^2\psi$ 法による測定では、 σ_x は並傾法で、 σ_y は側傾法で行えば^{1,8,9)}、壁が測定を阻害することはない。

次に、図8(b)のように深い溝底の残留応力を測定する場合を考える。図のようにx軸方向の残留応力を測定する際、溝底が浅ければ回折X線を遮らないが、溝底が深いと $\alpha = 90^\circ \sim 270^\circ$ の大部分の回折X線が壁に遮られてデバイ環が欠けてしまい、ほとんど $\cos\alpha$ 線図を描けない。 $\alpha = 90^\circ$ 近傍と $\alpha = 270^\circ$ 近傍のデータから $\cos\alpha = 0$ 近傍だけ $\epsilon_{\alpha l}$ をプロットできるので、原点からの直線はほとんど外挿になり、残留応力を計算することはできるが、その測定精度には注意すべきである。対処法として、X線入射角 ψ_0 を小さくすることで、できるだけデバイ環の遮られる α 領域を減らす方法や、上述と同様に測定できたデバイ環の円環状のピークを元に、全周を楕円や円で近似して ϵ_α を計算する方法がある。また、y軸方向の残留応力を測定する場合、壁の間隔が狭いと、得られるデバイ環は $\alpha = 0^\circ$ 近傍と $\alpha = 180^\circ$ 近傍のみとなり、 $\cos\alpha$ 線図は図8(a)と同様になる。なお、 $\sin^2\psi$ 法による測定では、 σ_x は($\cos\alpha$ 法と同様に)測定できる $\sin^2\psi$ 値の範囲がかなり制限されるが、 σ_y は並傾法で行えば、壁が測定を阻害することはない。

また、試料の厚さが薄い場合、測定が難しい場合がある。ニッケルめっきやクロムめっきなどは回折強度が高いが、TiNやTiAlNなどセラミック系材料の硬質膜は回折強度が低く、入射X線が膜を貫いて、基材(膜の土台)からの回折X線が支配的になる。このような場合、 $\sin^2\psi$ 法による測定では、図9のようにX線をほぼ水平に入射する(ψ_0 を 90° 近くまで大きくする)ことで、薄膜中を通るX線の経路長 ℓ_x を長くし、薄膜材からの回折X線量を増やす方法も採られる。しかし $\cos\alpha$ 法で ψ_0 を 90° 近くまで大きくすると、デバイ環の $90^\circ < \alpha < 270^\circ$ の領域が試料内で吸収されて検出されなくなり、 $\cos\alpha$ 線図も $\sin\alpha$ 線図もほとんど描けなくなる。また、 ψ_0 を 90° 近くに大きくしたり、 0° 近くに小さくすると、式(5)の $1/\sin 2\psi_0$ が非常に大きくなり、同じ σ_x に対して小さな $\partial\epsilon_{\alpha l}/\partial\cos\alpha$ を測定しなければならず、測定精度がかなり低下する¹¹⁾ことから、 $\cos\alpha$ 法で図9のような測定は通常行われない。例えば、図4の測定は $\psi_0 = 35^\circ$ で行ったが、もし $\psi_0 = 89^\circ$ で行えば $\partial\epsilon_{\alpha l}/\partial\cos\alpha$ は0.037倍に小さくなり、図5の変動と同程度の大きさになって測定精度がかなり低下してしまう。この他、薄膜の結晶粒は配向性がかなり強い場合もあり、測定をより困難にする。

3. 測定事例

3.1 焼なましの効果

SS400(鉄鋼の一種)の板材に平面研削することで、表面に-225 MPa前後の残留応力を与えた試料に対し、焼なましの効果を調べた。焼なまし温度を600℃、650℃、700℃

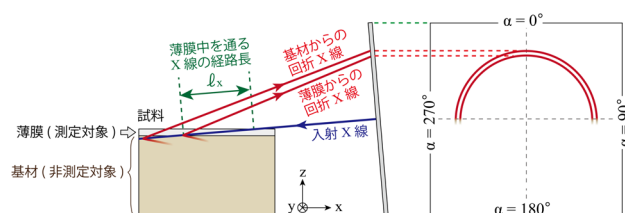


図9 試料に対してほぼ水平($\psi_0 \cong 90^\circ$)にX線を入射した場合のデバイ環

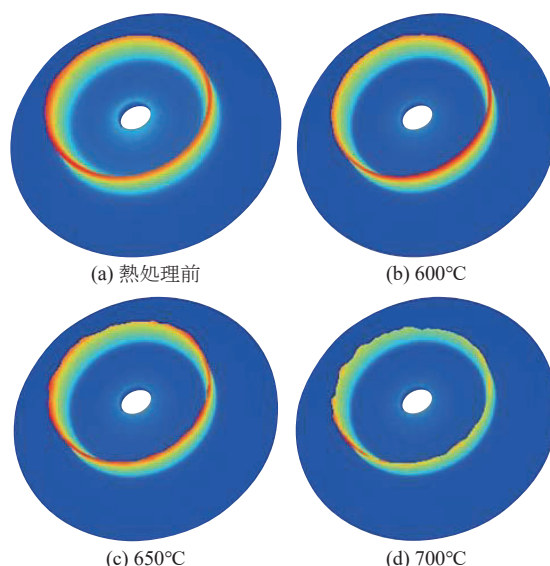


図10 熱処理前(a)、600℃で焼なまし後(b)、650℃で焼なまし後(c)、700℃で焼なまし後(d)のデバイ環

で1時間保持した後、どの試料も残留応力はほぼゼロになった。ただ、各試料のデバイ環に違いが現れており、図10に熱処理前と各温度で焼なまし後のデバイ環を示す。温度が上がるにつれてデバイ環が波打つように変動していることが分かる。これは温度が上がることで再結晶による結晶粒の粗大化が進んでいるためである¹⁷⁾。結晶粒が粗大化すると機械的特性(強度や伸び、靱性)が低下する傾向にあるので¹⁹⁾、残留応力を低下させるために焼なましする場合、あまり高温にしない方が良いと言える。なお、図10(d)でデバイ環が波打つように変動しているが、この程度であれば測定時に装置を揺動することで、この変動を抑えることができる。しかし、結晶粒の粗大化がより進行すると、デバイ環が円環状でなく斑状になり、単純な軌跡の揺動では残留応力を測定できなくなる。

ここではSS400に対して600℃～700℃で焼なましを行ったが、他の材料を熱処理する場合はその特性に注意する必要がある。例えば、SUS304(ステンレス鋼の一種)などは500℃～850℃でクロム(Cr)と炭素(C)が結合してクロム炭化物(Cr_{23}C_6)となって結晶粒界に析出し、その近傍ではCrが欠乏して耐食性が低下してしまう(鋭敏化と言う)ので^{2,20)}、この温度域での焼なましは避けた方がよい。

3.2 溶接部とその周囲の残留応力

シーム溶接された円筒形のスチール製スプレー缶の残留応力を測定した。長手方向の残留応力 σ_z と周方向の残留応力 σ_θ を図 11 の (a), (b) にそれぞれ示す。周方向位置が 0° でシーム溶接されている。溶接部の 0° 近傍で σ_z は -111 MPa から 287 MPa まで急峻な変化が見られ、 σ_θ も -68 MPa から 78 MPa まで変化している。溶接部から離れると σ_z はほぼゼロ前後になるが、 σ_θ は若干プラスの引張応力状態にある。

シーム溶接に限らず、スポット溶接やアーク溶接など溶接部周囲の残留応力分布は単純ではなく、溶接部をピークとして溶接部から離れるにしたがって単調減少するような単純な分布にはならないことが少なくない。これは X 線による測定に限らず、ひずみゲージを使った様々な測定方法でも同様の結果が見られ¹⁾、溶接という短時間で局所的に金属を溶融・凝固させるプロセスが動的で複雑なためと思われる。

文 献

- 1) 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 -. 初版, 養賢堂, 2006, 363p.
- 2) (社) 日本熱処理技術協会, 日本金属熱処理工業会 編著. 熱処理技術入門. 初版, 大河出版, 2004, 317p.
- 3) (社) 日本熱処理技術協会 編集. 熱処理ガイドブック. 初版, 大河出版, 2002, 264p.
- 4) 橋本匡史, 小関秀峰. 高温環境下におけるコーティングの応力生成・緩和に及ぼす組織変化の影響. 精密工学会誌. 2020, vol.86, no.9, p.681-686.
- 5) ASTM E837-20, Standard Test Method for Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gauge Method.
- 6) 望月正人, 岡野成威. ディープホールドリリング法による溶接部残留応力の高精度測定. 日本機械学会論文集. 2023, vol.89, no.920, p.22-00288.
- 7) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明, 菖蒲敬久. 放射光による応力とひずみの評価. 初版, 養賢堂, 2009, 238p.
- 8) (公社) 日本材料学会 X 線材料強度部門委員会. X 線応力測定法標準 (2002 年版) - 鉄鋼編 - (JSMS-SD-5-02). 初版, (公社) 日本材料学会, 2002, 81p.
- 9) (公社) 日本材料学会 X 線材料強度部門委員会. X 線応力測定法標準 - セラミックス編 - (JSMS-SD-1-00). 初版, (公社) 日本材料学会, 2000, 90p.
- 10) 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. 1978, vol.27, no.294, p.251-256.
- 11) (公社) 日本材料学会 X 線材料強度部門委員会. cos α 法による X 線応力測定法標準 - フェライト系鉄鋼編 - (JSMS-SD-14-20). 初版, (公社) 日本材料学会, 2020, 75p.
- 12) (一社) NDIS 原案作成委員会, 日本非破壊検査協会 標準化委員会. cos α 法による X 線応力測定通則 (NDIS 4404). 初版, (一社) 日本非破壊検査協会, 2021.69p.
- 13) 田中啓介. 2 次元検出器を用いた cos α 法による X 線応力測

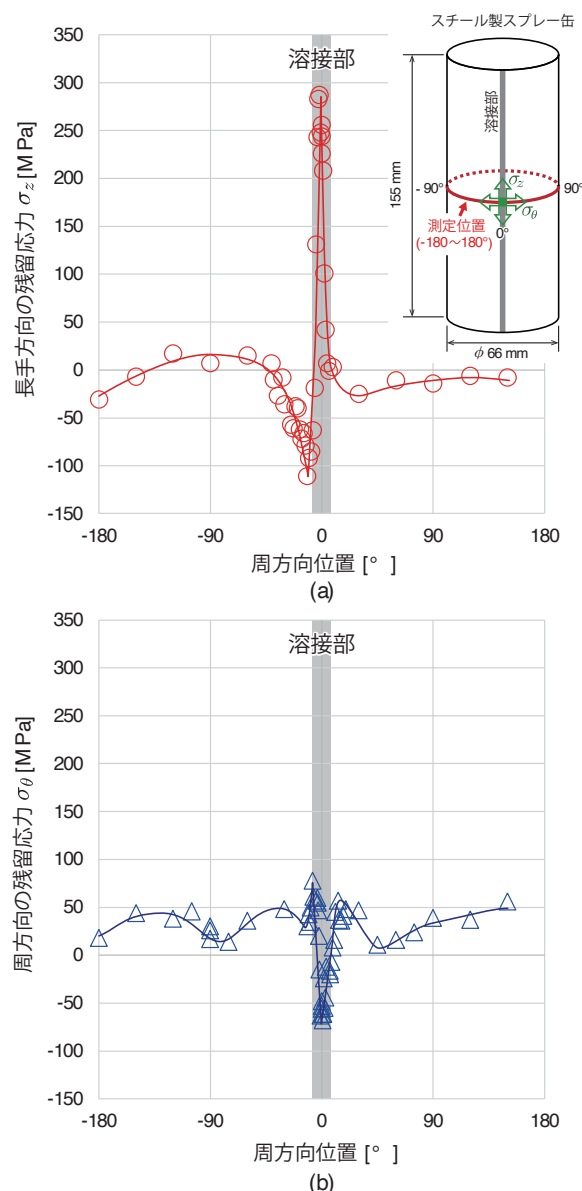


図11 シーム溶接されたスチール製スプレー缶の長手方向の残留応力 σ_z (a)と周方向の残留応力 σ_θ (b)の周方向位置の分布

- 定 その1 測定の基礎. 材料. 2017, vol.66, no.7, p.470-478.
- 14) 田中啓介. 2次元検出器を用いた cos α 法による X 線応力測定 その2 測定の実際と応用. 材料. 2017, vol.66, no.7, p.479-487.
- 15) (一社) 日本非破壊検査協会. 特集 二次元検出器を用いた新しい X 線応力測定・材料評価技術. 非破壊検査. 2020, vol.69, no.12, p.568-622.
- 16) 有間淳一, 岩井保善. 耐熱金属材料の X 線応力測定に関する研究. 材料. 1983, vol.32, no.354, p.277-283.
- 17) 中井泉, 泉富士夫. 粉末 X 線解析の実際. 第3版, 朝倉書店, 2021, 296p.
- 18) 清水憲一 他. ガラス短繊維強化 PPS 樹脂の繊維配向分布を考慮したマイクロメカニクスに基づく X 線応力評価. 材料. 2023, vol.72, no.4, p.324-331.
- 19) 日原政彦, 鈴木裕. 機械構造用鋼・工具鋼大全. 初版, 日刊工業新聞社, 2017, 308p.
- 20) 野原清彦. ステンレス鋼大全. 初版, 日刊工業新聞社, 2016, 355p.