

X線回折2軸揺動法による粗大結晶材の 残留応力測定精度の改善

高久 泰弘^{*1}
Takaku Yasuhiro

X線応力測定は、非破壊法で最も広く用いられている残留応力測定法である。X線応力測定法は結晶粒からの回折現象を利用しているため、結晶粒が大きいと回折に寄与する結晶粒の数が少なくなり、測定精度が低下する。本稿では、X線照射の角度と試料の回転による2軸揺動法を用い、X線回折に寄与する結晶粒の数を増やし測定精度を改善させた例を紹介する。

キーワード：残留応力、X線回折、2軸揺動、粗大結晶

1. はじめに

残留応力は、外部応力が働いていないのに、材料に内在する応力である。圧延や引抜きによる塑性加工、切削や研削などの機械加工、溶接や熱処理による熱加工、ショットピーニングや浸炭処理による表面改善加工など、さまざまな過程で発生する。残留応力が存在することにより、部材の変形や破壊の原因になる一方で、適切な残留応力を付与することで部材の性能を向上させることもできる。すなわち、残留応力を把握することは、部材の品質管理や品質向上に繋がる。

残留応力を測定する方法には、部材の切断により解放されるひずみから応力を求める切断法、部材に微小の穴を開けたときに開放されるひずみから応力を求める穿孔法、リングコア法、DHD法、結晶の格子面間隔の変化から応力を求めるX線応力測定法、放射光応力測定法、中性子回折法などがある。測定法により対象材料や測定範囲が異

なる。図1に応力測定法と測定領域深さを示す。X線応力測定法は、X線の材料への侵入深さが浅いため、材料の極表面の応力を対象とする測定方法である。また、非破壊法の中でも放射光や中性子に比べて装置が広く普及しているため、最も多く行われている測定方法である。

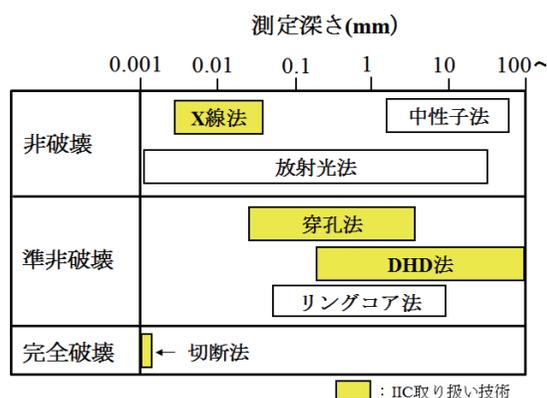


図1 各種応力測定方法と測定領域深さ

X線応力測定法は、図2に示すプラグの条件を満足する結晶からの回折現象を利用して結晶格

*1：計測事業部 材料試験部

子面間隔のひずみを求め、応力を算出している。
ブラッグの法則を次式に示す。

$$\lambda = 2d \sin\theta \quad (1)$$

λ : 波長、 d : 格子面間隔、 θ : 回折角

つまり、特性X線の波長 λ とX線を照射して得られた回折角 θ から、格子面間隔 d を求めることができる。また無ひずみ状態の格子面間隔を d_0 、ひずみを受けた状態の格子面間隔を d とすると、 $\Delta d/d_0$ は式(1)を微分すると次式となる。

$$\frac{\Delta d}{d_0} = -\cot\theta \cdot \Delta\theta \quad (2)$$

したがって格子面間隔 d の変化 Δd 、すなわち、回折角の変化 $\Delta\theta$ を求めることにより、ひずみを求めることができる。X線応力測定法で応力を算出する手法として $\sin^2\psi$ 法が多く用いられている。図3に示すように、水平方向に応力が負荷された場合、格子面間隔 d は、格子面法線方向が負荷応力方向に近い(角度が小さい)結晶粒ほど広くなる。つまり特定の格子面の法線と試料表面法線がなす角度を ψ とすると、格子面間隔 d は ψ が大きいくほど広がる($d_1 < d_2 < d_3$)。異なる傾斜角 ψ

で回折角 2θ を測定し、 $\sin^2\psi$ に対してプロットすると図4に示す図が描かれ、これを $\sin^2\psi$ 線図と呼ぶ。 $\sin^2\psi$ 線図の傾き M から式(3)によって応力 σ_x が求められる。

$$\sigma_x = K \cdot M \quad (3)$$

ここで K は応力定数であり、式(4)で表される。

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{\pi}{180} \cot\theta_0 \quad (4)$$

E : ヤング率、 ν : ポアソン比

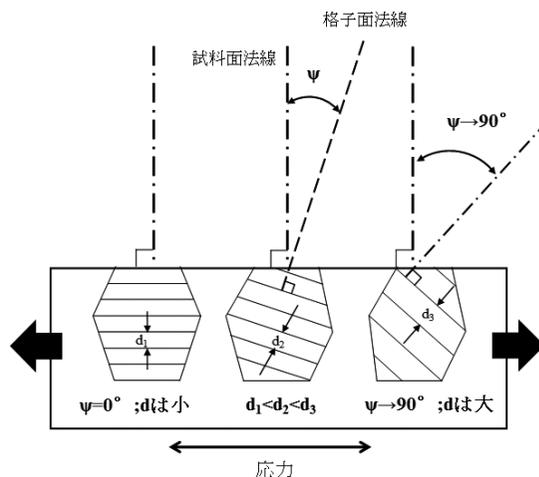


図3 応力による格子面間隔の変化

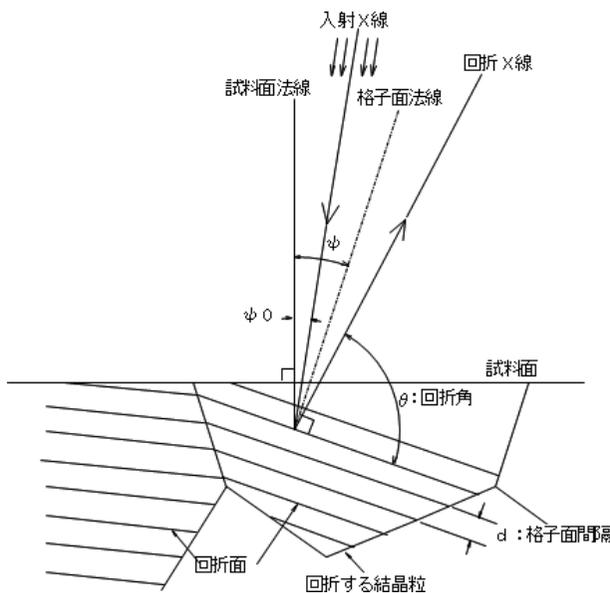


図2 X線回折現象

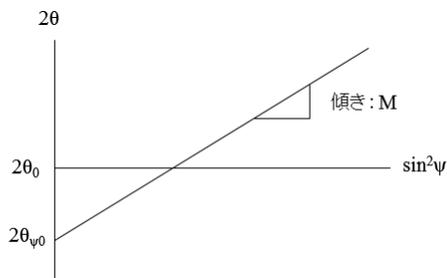
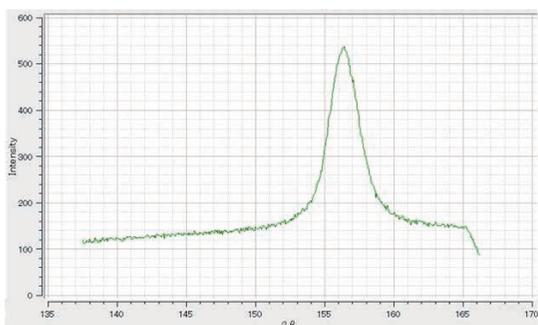


図4 $\sin^2\psi$ 線図

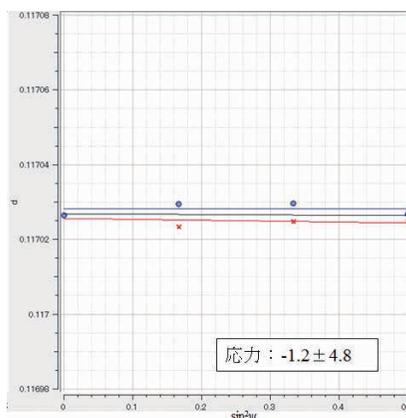
X線応力測定は結晶粒が小さく、X線照射領域内に十分な結晶粒数があることが必要である。X線照射領域に対して結晶粒が大きいと、回折に寄与する結晶粒の数が少なくなり、測定精度が低下

する。公益財団法人日本材料学会のX線応力測定標準では、結晶粒径 $30\mu\text{m}$ 以上で測定精度に影響が現れるとされている⁽¹⁾。

図5に微細結晶粒の試験片、図6に粗大結晶粒の試験片の測定例を示す。図5(a)、図6(a)は回折プロファイルであり、これらの曲線のピークから回折角 2θ の値が決定される。図5(b)、図6(b)は $\sin^2\psi$ 線図であり、縦軸は 2θ から格子面間隔 d に変換してある。 $\sin^2\psi$ に対して、回折プロファイルから求めた $d(2\theta)$ の値がプロットされている。青色、赤色のプロットは試料測定面の法線に対して左右からX線を照射したとき

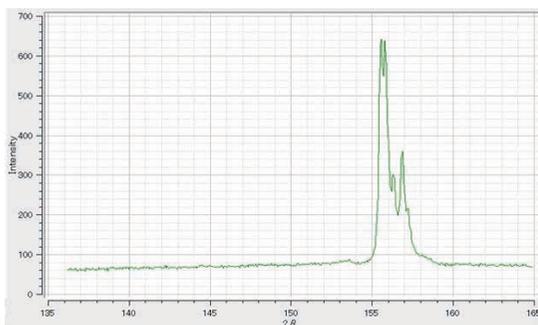


(a) 回折プロファイル

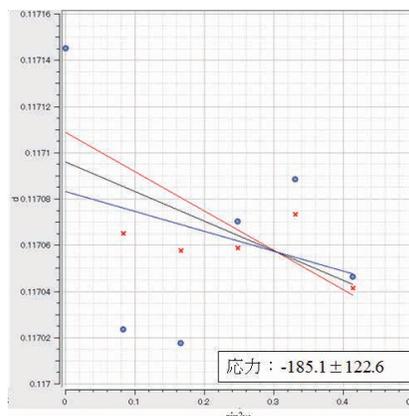


(b) $\sin^2\psi$ 線図

図5 微細結晶のX線残留応力測定結果



(a) 回折プロファイル



(b) $\sin^2\psi$ 線図

図6 粗大結晶(約 $65\mu\text{m}$)のX線残留応力測定結果

の結果で、これらの平均が黒線となり、黒線の傾きから応力を算出する。

微細結晶粒の回折プロファイルはなめらかなピーク曲線であるため、精度の高い $d(2\theta)$ の値が測定でき、 $\sin^2\psi$ 線図はプロット上に近似直線が引かれる。近似直線の傾きが応力を示し、近似直線に対してプロットがどの程度バラついているかで誤差が決まる。すなわち、近似直線の相関が高いほど、誤差が小さくなり測定値の信頼性が高まる。それに対し、粗大結晶粒の試験片では、回折プロファイルのピーク曲線が崩れ、 $\sin^2\psi$ 線図のプロットがバラついて直線近似性が悪くなるため、応力値の信頼性が低い。粗大結晶粒の対策として、X線照射面積を広くし、X線照射を数度の角度範囲で行い、回折する結晶の数を増やす揺動法を用いる。揺動する方向は1軸が一般だが、本稿では粗大結晶粒材を2軸揺動法で測定することにより、測定精度を改善させた例を紹介する。

2. 実験方法

2.1 2軸揺動

回折に寄与させる結晶の数を増やす方法は、X線照射角を中心に±方向に揺動させる入射X線の揺動法と、X線照射エリアを中心として試料または装置を回転させる揺動法がある⁽²⁾。本稿では、**図7**に示すStresstech社製X3000 G3とRotation tableを用い、入射X線の α 方向と試料回転による β 方向の2軸揺動を用いた。

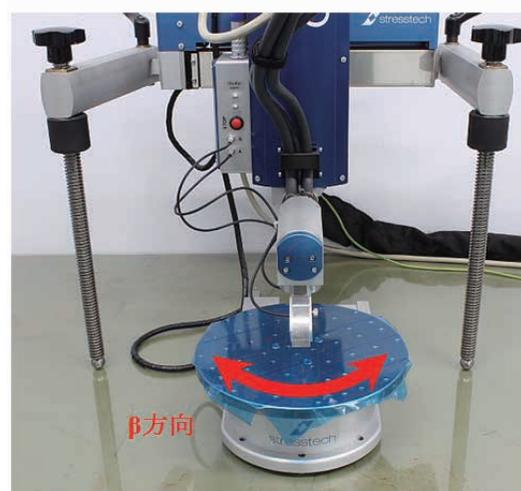


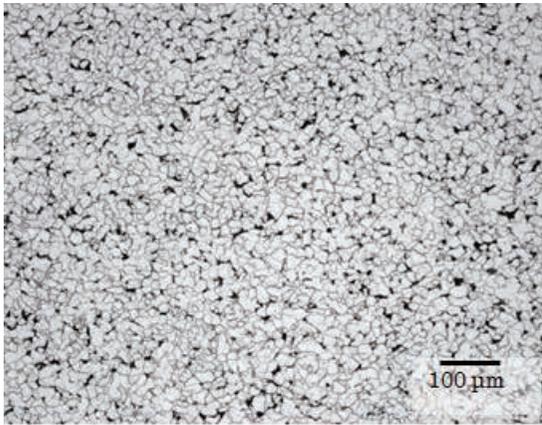
図7 揺動方向

2.2 粗大結晶粒の試験片作製

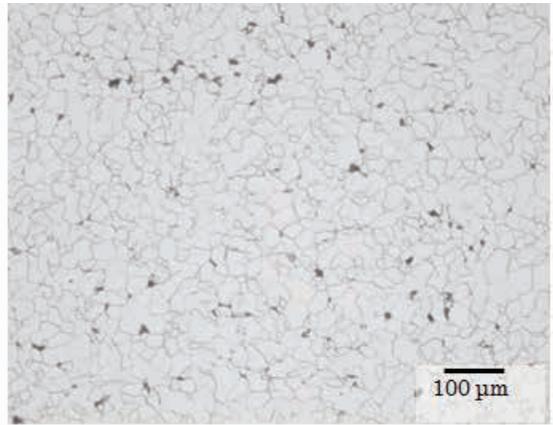
低炭素鋼S10を熱処理し、結晶粒径の異なる試験体を作製した。表1に熱処理条件と作製した試料の平均粒径を、**図8**に組織写真を示す。

表1 熱処理条件と平均結晶粒径

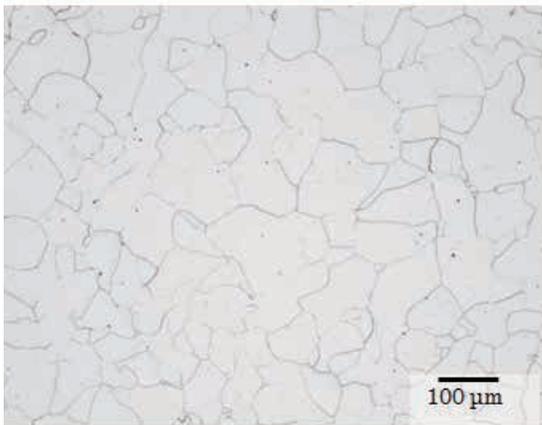
| 試験片 No. | 温度 (°C) | 保持時間 (hr) | 冷却方法 | 平均粒径 (μm) |
|---------|---------|-----------|------|-----------|
| 1 | 熱処理なし | | | 14 |
| 2 | 1100 | 5 | 炉冷 | 27 |
| 3 | 1000 | 24 | | 65 |
| 4 | 1100 | 24 | | 78 |



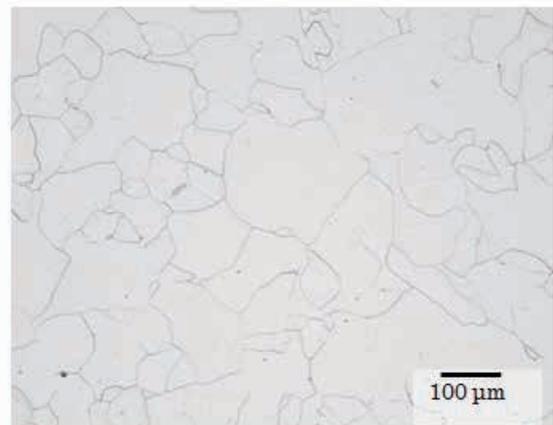
試験片No.1 平均結晶粒径：14μm



試験片No.2 平均結晶粒径：27μm



試験片No.3 平均結晶粒径：65μm



試験片No.4 平均結晶粒径：78μm

図8 組織写真 (S10C)

2.3 X線測定条件

本稿で使用した装置および測定条件を下記に示す。

- | | | | |
|--------|--|--------|-----------|
| ①装置名称 | : Stresstech 社製 X3000 G3 + Rotation table | ⑦電解研磨 | : 150 μm |
| ②管球 | : Cr-Kα | ⑧α 揺動角 | : 5 deg. |
| ③回折面 | : 211 | ⑨β 揺動角 | : 10 deg. |
| ④回折角 | : 156.4 deg. | | |
| ⑤測定方法 | : sin ² ψ法 | | |
| ⑥X線照射径 | : φ 3 mm | | |

3. 測定結果

3.1 2軸揺動の結果

表2にさまざまな大きさに粒径を調整した試験体の応力測定値を示す。 α 方向の1軸揺動だけでも、No. 1（平均結晶粒径：14 μm ）の誤差は小さく、図9に示す回折プロファイルはきれいな曲線で、 $\sin^2\psi$ 線図ではプロット上に近似直線が引かれている。No. 2（平均結晶粒径：27 μm ）ではNo. 1より誤差は大きい、図10の回折プロファイルはきれいな曲線である。No. 3（平均結晶粒径：65 μm ）では、図11に示す回折プロファ

イルのピークトップが崩れ、 $\sin^2\psi$ 線図のプロットがバラバラで誤差が大きく、応力値の信頼性が低くなり、さらに粒度の大きいNo. 4（平均結晶粒径：78 μm ）でも、図12に示す $\sin^2\psi$ 線図のプロットがバラバラで、応力値の信頼性がない。

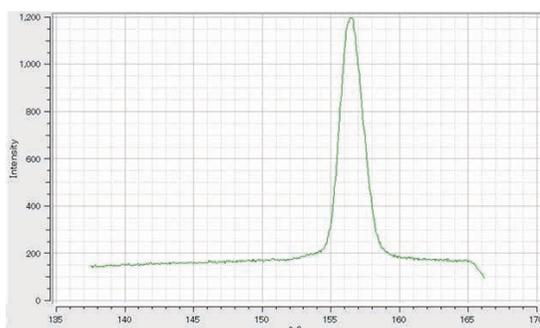
次に α 方向の揺動に加えて β 方向の揺動を併用した2軸揺動での試験結果を図13、図14に示す。No. 3, No. 4ともに回折プロファイルは、 α 方向のみの揺動と比べピーク曲線がなめらかになり、 $\sin^2\psi$ 線図のプロットはバラつきが減少し、誤差も小さい。

表2 X線応力測定結果

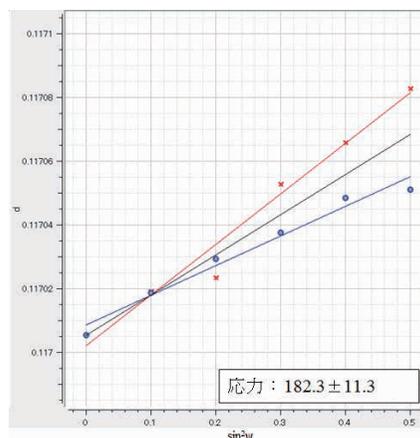
(MPa)

| 試験片 No. | 平均粒径 (μm) | 揺動方向 | | | |
|---------|------------------------|-------------|-------------|-------------------|------------|
| | | α 方向 | | $\alpha+\beta$ 方向 | |
| | | 応力値 | 誤差 | 応力値 | 誤差 |
| 1 | 14 | 182.3 | ± 11.3 | - | - |
| 2 | 27 | 127.7 | ± 25.9 | - | - |
| 3 | 65 | 88.4 | ± 122.3 | -58.7 | ± 21.9 |
| 4 | 78 | 48.5 | ± 165.9 | 109.1 | ± 29.9 |

+ : 引張 - : 圧縮 \pm : 誤差

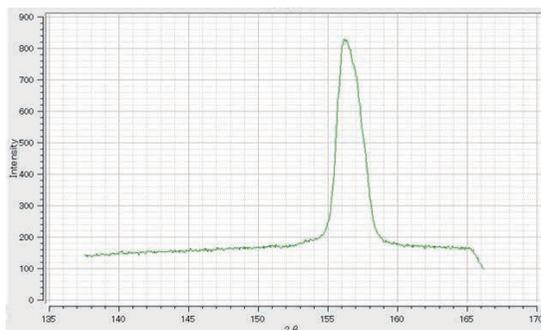


(a) 回折プロファイル

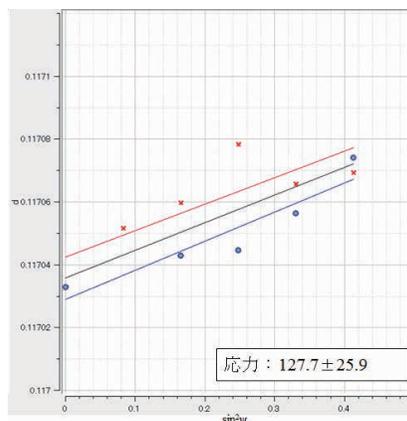


(b) $\sin^2\psi$ 線図

図9 試験片 No. 1 の測定結果（揺動： α 方向、平均結晶粒径：14 μm ）

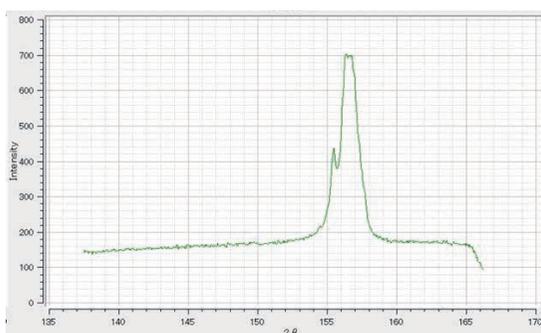


(a) 回折プロファイル

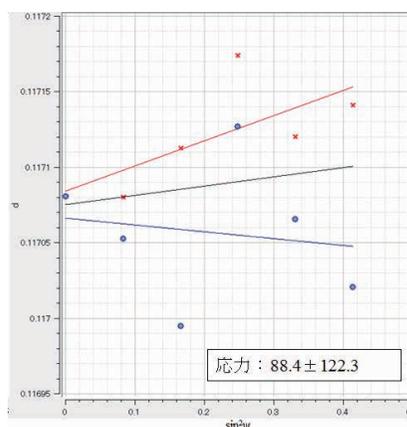


(b) $\sin^2\psi$ 線図

図 10 試験片 No. 2 の測定結果 (揺動: α 方向、平均結晶粒径: 27 μm)

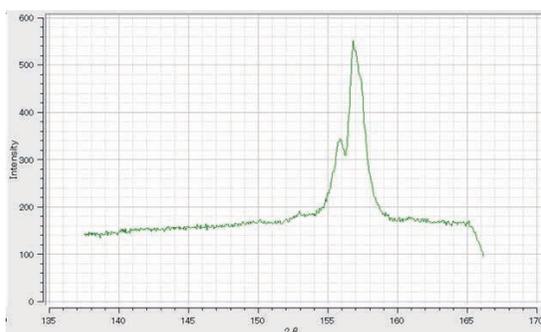


(a) 回折プロファイル

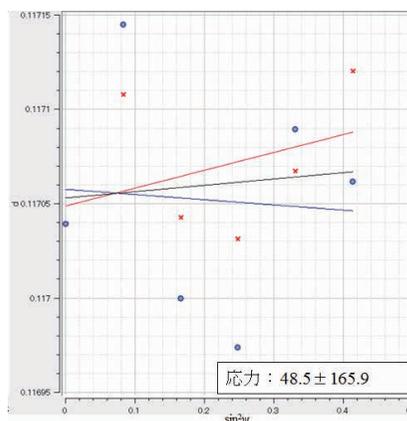


(b) $\sin^2\psi$ 線図

図 11 試験片 No. 3 の測定結果 (揺動: α 方向、平均結晶粒径: 65 μm)

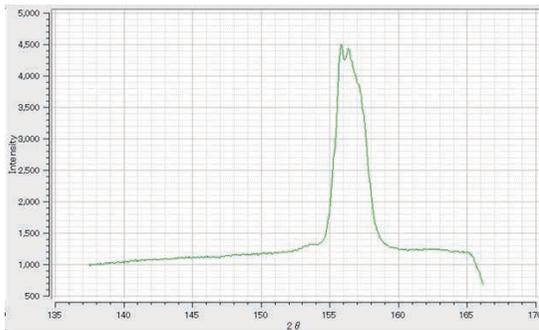


(a) 回折プロファイル

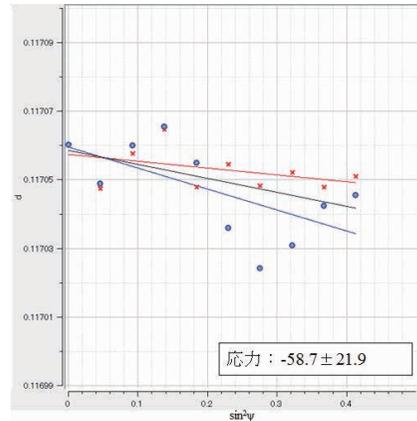


(b) $\sin^2\psi$ 線図

図 12 試験片 No. 4 の測定結果 (揺動: α 方向、平均結晶粒径: 78 μm)

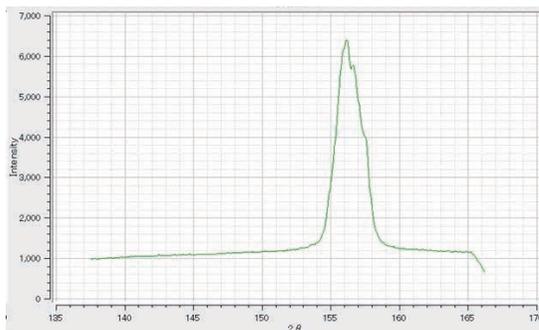


(a) 回折プロファイル

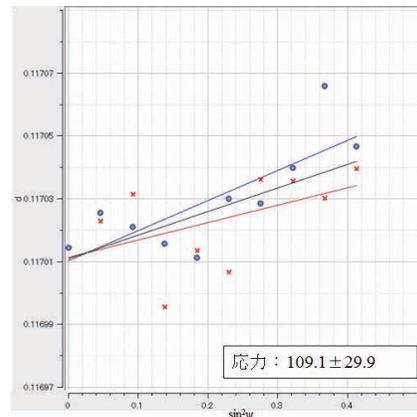


(b) $\sin^2\psi$ 線図

図 13 試験片 No. 3 の測定結果 (揺動: α と β 方向、平均結晶粒径: $65 \mu\text{m}$)



(a) 回折プロファイル



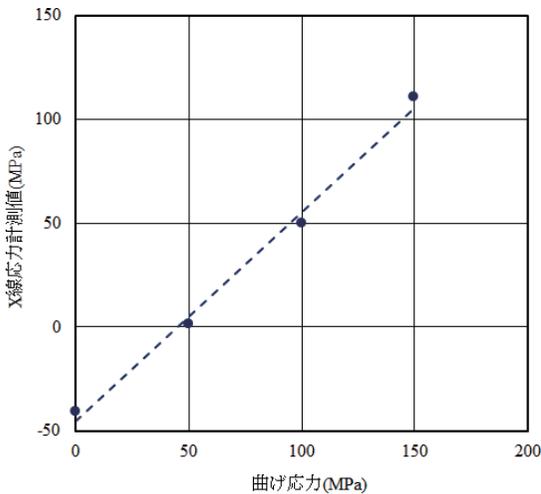
(b) $\sin^2\psi$ 線図

図 14 試験片 No. 4 の測定結果 (揺動: α と β 方向 平均結晶粒径: $78 \mu\text{m}$)

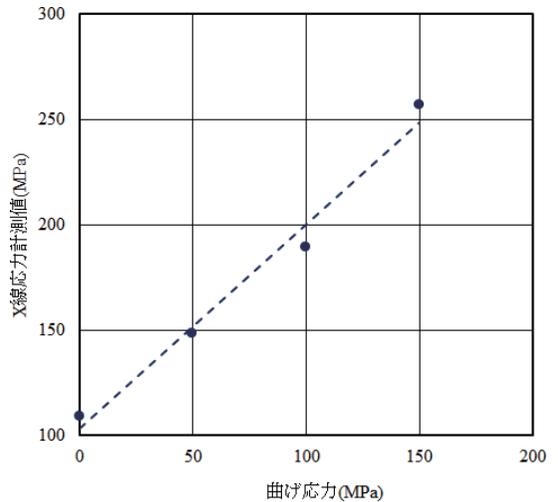
3.2 4点曲げ試験による曲げ応力とX線応力の関係

2軸の揺動により、 $\sin^2\psi$ 線図のバラつきは減少して誤差は小さくなるが、近似直線上に乗っているプロットは少ないため、応力値が正しいか疑問が残る。そこで、試験片 No. 3, No. 4 を用い4点曲げ治具にて曲げ応力を負荷し、ひずみゲージによる曲げ応力値とX線応力値の関係を確認した。図15に示すように、No. 3 はひずみゲージによる曲げ応力値とX線応力値は良好な直線関係であった。No. 4 は結晶粒径が大きいいため、No. 3 ほどではないが比較的良好な相関関係が得られた。絶対値

は曲げ応力 0 MPa に対してX線応力は試験片の初期残留応力の影響で数十 MPa の応力値を算出しているが、実際に与えた応力値とX線応力の値の変化量の間には良好な相関関係にあるため、X線による測定結果が妥当であると判断できる。したがって、2軸揺動を用いることにより、平均結晶粒径 $80 \mu\text{m}$ 程度までは、信頼性の高い測定ができることがわかる。



(a) 試験片 No. 3 (平均結晶粒径: 65 μm)



(b) 試験片 No. 4 (平均結晶粒径: 78 μm)

図 15 4点曲げ応力と X 線応力の関係 (揺動: α と β 方向)

4. まとめ

2軸揺動を用いることにより、結晶粒度の大きな材料に対しても非破壊で精度の高い X 線応力測定が可能であることを示した。結晶の配向性、応力状態によっては、平均結晶粒径 80 μm 以内でも測定できない可能性もあるが、溶接部材、鋳造材、SUS 材、Al 合金など粗大結晶材は多く存在し、これらの測定に対して 2 軸揺動は有効である。

参考文献

- (1) 公益社団法人日本材料学会：JSMS-SD-5-02 X 線応力測定 標準－鉄鋼編－
- (2) 田中啓介、鈴木賢治、秋庭義明：残留応力の X 線評価－基礎と応力－、第 1 版、養賢堂、2006、PP.140-141



計測事業部
材料試験部
高久 泰弘

TEL. 045-791-3519
FAX. 045-791-3542