

博 士 論 文

二次元検出器方式 X 線応力測定法による
粗大結晶粒材料の測定精度向上に関する研究

金沢大学大学院自然科学研究科
機械科学専攻

学 籍 番 号 1924032006

氏 名 藤本 洋平

主任指導教員 石川 和宏

提 出 年 月 2021 年 6 月

目次

第1章 緒論	1
1.1 はじめに	1
1.2 X線応力測定法の歴史.....	4
1.3 本論文の目的と構成.....	7
第1章の参考文献	8
第2章 X線応力測定理論.....	15
2.1 緒言	15
2.2 X線の回折.....	15
2.3 $\sin^2\psi$ 法の原理.....	18
2.4 $\cos\alpha$ 法の原理.....	21
2.5 フーリエ解析法の原理.....	28
2.5.1 基礎理論	28
2.5.2 $\cos\alpha$ 法との比較.....	30
2.5.3 デバイリングに欠落がある場合の応力算出方法.....	31
第2章の参考文献	35
第3章 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の測定精度の比較	36
3.1 緒言	36
3.2 実験	36
3.2.1 試験片	36
3.2.2 X線応力測定条件.....	37
3.3 実験結果および考察.....	42
3.4 結言	49
第3章の参考文献	50
第4章 $\cos\alpha$ 法による粗大結晶粒材料のX線応力測定精度向上に関する検討.....	51
4.1 緒言	51
4.2 実験	52
4.2.1 試験片	52
4.2.2 測定条件	53
4.2.3 測定精度の改善.....	54
4.3 Cr-K β 線による実験	55

4.3.1	実験結果	55
4.3.2	考察	60
4.4	Mn-K α 線による実験	67
4.5	結言	75
	第 4 章の参考文献	77
第 5 章	フーリエ解析法による粗大結晶粒材料の X 線応力測定とデバイリングの spotty さ の評価方法の提案	78
5.1	緒言	78
5.2	実験	78
5.2.1	試験片	78
5.2.2	測定条件	79
5.3	実験結果および考察	80
5.4	結言	94
	第 5 章の参考文献	96
第 6 章	結論	97
	謝 辞	100

第 1 章 緒論

1.1 はじめに

機械構造物の設計では、部材内に作用する応力 σ を検討することが重要である。応力 σ の使用範囲は材料ごとに定められており、構造物の設計では、この値が許容応力 σ_a 以下になるように設計しなければならない。物体内に作用する応力は、物体外部からの外力による外部応力と物体内部で発生している内部応力がある。このうち、内部応力は、残留応力とも呼ばれ、外力に関係なく材料自体が部材内部に保有、発生している応力である¹⁾。残留応力の存在は、製品の機能に様々な功罪をもたらす。例えば、歯車やばね等に施されるショットピーニングは、表面層に圧縮残留応力を形成し、疲労強度、耐摩耗性、耐応力腐食割れ特性等を向上させる²⁾。しかし、引張残留応力はそれらの特性を低下させ、製品の寿命を減少させる原因となる。そのため、重要部品の製造では、適切な圧縮残留応力を付与し、引張残留応力を極力避ける必要がある。また、部材の残留応力状態を監視することが、製品の品質管理の観点から重要である。

残留応力の測定は、破壊試験法または非破壊試験法により行われる。

破壊試験法は、切断法（ひずみゲージ法）³⁾や深穴穿孔法（Deep Hole Drilling 法, DHD 法）^{4, 5)}などにより行われ、測定対象物を切断または穴あけした際の開放ひずみを測定する方法である。これらの手法は測定精度が高いものの、穿孔ラインに沿った残留応力を測定するため、穿孔位置が物理的に制約される箇所（例えば、歯車の歯底のような狭隘部）の残留応力測定には不向きである。また、DHD 法では、穿孔ライン以外の内部残留応力の全体分布を把握することができないため、多数の穿孔ラインの測定を実施するためには同等の残留応力状態のサンプルを複数用意する必要がある。なお、破壊試験法は測定対象物そのものを破壊するため、測定対象物の再使用が困難な場合が多い。

非破壊試験法では、X 線回折法⁶⁾、シンクロトロン放射光法⁷⁻¹¹⁾、中性子法¹²⁻¹⁶⁾等の原子間距離を測定する方法や、磁歪法^{17, 18)}、音弾性法^{19, 20)}等の材料物性値変化を測定する方法

がある。この中で、X線回折法は、定量的に残留応力を評価できる方法（以下、X線応力測定法）として、最も広く用いられている²¹⁻⁴⁴⁾。

X線応力測定法にはいくつかの測定理論があるが、その基礎となる方法は $\sin^2\psi$ 法⁴⁵⁾である。現在市販されている多くのX線応力測定装置では、 $\sin^2\psi$ 法が平行ビーム光学系と組み合わせられて採用されている。 $\sin^2\psi$ 法は以下の3つの特徴を有しており、これにより応力測定値の精度と再現性が保証されている。

- (1) 無ひずみ状態の回折角 $2\theta_0$ の絶対値の正確な決定を必要としない。 $\sin^2\psi$ に伴う相対的な回折角 2θ の変化量から応力を決定する。
- (2) 回折角 2θ と $\sin^2\psi$ の関係を直線回帰した際の傾き（ $\sin^2\psi$ 線図）から応力を決定する。異なる複数のX線入射角 ψ に対してそれぞれ回折角 2θ を測定して応力値を決定することにより、応力値のばらつきを抑え、直線性から測定値の信頼限界を評価する。
- (3) 平行ビーム光学系を採用することにより、試料のミスセッティングや表面の凹凸などの測定値への影響が小さくなる。

現場での測定では、小型・軽量で持ち運び可能、かつ、高速で高精度に測定可能な装置が求められる。このため、 $\sin^2\psi$ 法の測定装置では様々な改良が重ねられてきた。通常のX線回折装置では、X線検出器に0次元検出器が用いられる⁴⁶⁾。0次元検出器を使用する場合、回折プロファイルを計測するため、検出器の角度走査と傾斜角度設定のためのゴニオメータが必要となる。このため、装置が比較的大型になり、また、測定時間も長くなる。したがって、検出器の角度走査時間の短縮と装置の小型化のため位置敏感型比例計数管（Position Sensitive Proportional Counter, PSPC）などの1次元検出器が採用された⁴⁷⁾。PSPCは、計数管の有感領域に入射するX線を同時に検出できるため角度走査が不要となる。そのため、0次元検出器を使用するよりも短時間で回折プロファイルを計測できる。しかし、依然としてX線入射角度を制御するためのゴニオメータが必要である。このX線入射角度の制御を省略する手法が2点法⁴⁸⁾である。2点法は、2つの入射角 ψ_1 、 ψ_2 とそれに対応する2つの回折

角 $2\theta_{\psi 1}$, $2\theta_{\psi 2}$ から応力を求める方法である。応力の信頼性の評価はできないが、 $\sin^2\psi$ 線図の直線性が保証されている場合は迅速な測定方法として利用される。このような機器と手法の進歩により、現在市販されている多くの X 線応力測定装置では、1 点の応力測定が 10 min 程度に短縮されている。

一方、2 次元検出器を利用とすることで、複数の X 線入射を必要とせず、1 回の X 線入射で応力測定を可能とする方法について検討が行われてきた。2 次元検出器により得られたデバイリングから応力を求めるため提案された手法が $\cos\alpha$ 法⁴⁹⁾である。 $\cos\alpha$ 法の特徴は以下の通りである。

- (1) 無ひずみ状態の回折角 $2\theta_0$ の絶対値の正確な決定を必要としない。
- (2) $\cos\alpha$ 線図、 $\sin\alpha$ 線図の傾きから垂直応力 σ_x , σ_y , および、せん断応力 τ_{xy} を同時に測定できる。また、線図の直線性から応力値の信頼性を評価できる。
- (3) 単一 X 線入射から全平面応力成分が求まり X 線角度制御機構が不要になるため、測定装置の小型・軽量化が可能となる。
- (4) 単一入射のため短時間測定が可能になる。
- (5) 狭隘部や微小領域の測定に適する。
- (6) デバイリングから結晶粒径、配向性等の結晶に関する情報が得られる。
- (7) 光学系がピンホールコリメータのため、X 線照射領域が小さくなり、粗大結晶粒の影響を受けやすい。

$\cos\alpha$ 法は、当初、X 線フィルムにより行われており、応力測定のための X 線写真を撮影するのに 20 h 近く要していた。その後、医療用に開発された 2 次元検出器のイメージングプレート (Imaging Plate, IP)⁵⁰⁾を用いることで短時間で $\cos\alpha$ 法による応力測定が可能になることが確認された⁵¹⁾。 $\cos\alpha$ 法は現場適用性が高く、現場での応力測定に期待が持てる手法である⁵²⁾。次節では、X 線応力測定法の歴史とともに $\cos\alpha$ 法による工業材料の測定の現状について説明する。

1.2 X線応力測定法の歴史

X線は、1895年にドイツの物理学者 Röntgen により発見された。当時、X線の性質は理解されないまま、透過写真としてのX線透過写真法、いわゆるレントゲン写真として利用された。その後、1912年にドイツの物理学者 Laue が $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ の結晶によるX線回折の写真の撮影に成功したことで、結晶学とX線の研究が急速に進歩した。イギリスの物理学者 Bragg 親子は Laue の実験に興味を示し、1913年にX線回折についての法則 (Bragg の法則) を発見した。X線回折を用いた応力測定 (ひずみ測定) の研究は、1930年頃に Sachs⁵³⁾ や Glocker⁵⁴⁾らによって始められた。1958年には Macherauch により $\sin^2\psi$ 法が定式化され⁵⁵⁾、今日に至るまで非破壊検査の分野で一般に広く用いられている。また、日本国内においては、日本材料学会により測定法標準⁵⁷⁾が定められている。

$\sin^2\psi$ 法には理論が成り立つための3つの前提条件がある。すなわち、①被測定物が等方均質でX線照射領域内に十分な結晶数が存在すること、②平面応力状態であること、③深さ方向に応力勾配が存在しないことである。これらの条件を満たす場合に $\sin^2\psi$ 線図は直線となるが、直線となるはずの $\sin^2\psi$ 線図が曲線を描く現象 (ψ スプリット現象) が1965年に Fucks らによって報告された⁵⁸⁾。 ψ スプリット現象は面外のせん断応力により引き起こされ、X線照射領域内が三軸応力状態になっていることを意味する。 $\sin^2\psi$ 法の前提条件に反するため、通常の $\sin^2\psi$ 法では正しい応力測定が行えないが、1976年に Dölle らにより確立された三軸応力解析法⁵⁹⁾により、 ψ スプリット現象が生じている場合の応力測定が可能となった。

一方、 $\cos\alpha$ 法は、1978年に平らにより提案された⁶⁰⁾。同法は、デバイリング全周の情報を用いることで、単一のX線入射から応力解析を可能とする方法である。 $\cos\alpha$ 法も $\sin^2\psi$ 法と同様に平面応力状態を前提とするが、1995年に佐々木らにより三軸応力解析法が確立された^{61, 62)}。また、佐々木らは、 $\cos\alpha$ 法について、多相材料⁶³⁾や粗大結晶粒材料⁶⁴⁾、中性子応力測定⁶⁵⁾に対する有効性を報告している。

$\cos\alpha$ 法以外の 2 次元検出器を用いる手法について説明する。He ら⁶⁶⁾は、1997 年に 2D-XRD 法を提案した。これは、2 次元検出器で取得したデバイリングの一部のデータからひずみ測定を行い、最小二乗法で応力を決定する手法である。下羽ら⁶⁷⁾は、単一 X 線入射で取得したデバイリング上の複数のひずみデータを利用して応力を決定する重回帰分析法を提案している。Yasukawa ら⁶⁸⁾は、2016 年に、単一 X 線入射で取得したデバイリングデータにおいて無ひずみ回折角も未知の変数として誤差を最小化する方法を提案し、直接精密化法 (Direct Refinement Solution 法, DRS 法) と称している。また、同じような手法が Kampfe ら⁶⁹⁾により full-ring fitting method として提案されている。Miyazaki ら⁷⁰⁾は、デバイリングより得られるひずみ ε_α の周期性に着目し、 ε_α をフーリエ解析して応力を決定するフーリエ解析法を提案した。フーリエ解析法は $\cos\alpha$ 法を一般化した手法であり、同法を応用することでデバイリングの一部が欠けた場合でも応力測定が可能になる⁷¹⁾ことが報告されている。

以上のように X 線応力測定法の歴史について概説したが、2 次元検出器を用いる手法として最も有力なものは $\cos\alpha$ 法とそれを一般化したフーリエ解析法であろう。2012 年に X 線検出器に IP を使用した $\cos\alpha$ 法の小型測定装置⁷²⁾が市販され、一般に普及したことから、近年では $\cos\alpha$ 法が急速な広まりを見せている。しかし、前述したように、 $\cos\alpha$ 法では光学系にピンホールコリメータを使用しビーム径が $\phi 1\text{mm}$ 前後の入射 X 線を用いるため、平行ビーム光学系を用いる場合の $\sin^2\psi$ 法に比べて X 線の照射面積が小さく、測定されるデバイリングが斑点状 (spotty) になり易い傾向がある。 $\cos\alpha$ 法は、応力の算出にデバイリング上の 4 種類のひずみデータを使用するため、デバイリングがスポッティでデバイリング中心角 α 方向の X 線回折強度分布の変動が大きい場合、測定精度が低下することがある。工業材料には種々の結晶粒径を有するものがあるので、 $\cos\alpha$ 法の現場適用に際して、上記の点は大きな課題となる。そのため、このような場合に対しては、既に照射面積を拡大する方法 (試料平面揺動法)⁶⁴⁾、X 線入射角度を変動させる方法 (角度揺動法)⁷³⁾、隣接する複数の測定点のデータを平均化する方法 (In-plane averaging)⁷⁴⁾などが提案されている。しかし、これら

の方法には位置分解能の低下，装置の複雑化，測定時間の増加などの問題も存在しており，検討を要すると考えられる．一方，フーリエ解析法は，1種類のひずみデータのみから応力算出が可能である特徴を持つ．したがって，デバイリング全周の回折強度の変動が大きい場合や歯車の歯元などの狭隘部の測定でデバイリング上の一部のひずみデータが取得できない場合の応力測定に対して有利な測定方法であると考えられる．しかし，種々の材料に対するフーリエ解析法の適用可否についての検討は少ない．Miyazakiらは結晶粒径が十分に微細な炭素工具鋼についてフーリエ解析法の有効性を報告しているが，材料の使用用途が限られており，工業的な利用価値を高めるためにはその他の材料についても適用性を明らかにする必要があると考えられる．また， $\cos\alpha$ 法およびフーリエ解析法では，原子力発電所の構造材等に使用される重要な工業材料であるオーステナイト系ステンレス鋼に関する検討^{75,76)}は少ない． $\cos\alpha$ 法によるオーステナイト系ステンレス鋼の測定では，例えば王ら⁷⁷⁾による報告がある．王らは，Ni基合金 DNiCrFe-1J (JIS Z 3224)，YNiCr-3 (JIS Z 3334)，NCF600，SUS304 について同法を適用し，Mn-K α 特性 X 線を利用して応力を測定している．各材料で作製された試験片の表面には，機械加工，ショットピーニング，ウォータージェットピーニング，電解研磨の表面処理が施されており， $\cos\alpha$ 法と $\sin^2\psi$ 法で測定を行い両方法の測定精度を比較している．機械加工，ショットピーニング，ウォータージェットピーニング面では，表面処理により結晶粒径が微細化されるため， $\cos\alpha$ 法と $\sin^2\psi$ 法で同等の測定精度が得られるのに対し，電解研磨面では，粗大結晶粒の影響で測定精度が悪化すると報告しており，検討する必要があると考えられる．また，オーステナイト系ステンレス鋼の測定では，粗大結晶粒の他に，特性 X 線 (Cr-K β 線，Mn-K α 線，V-K α 線) の選択，回折角 2θ が低角 ($2\theta_0 \div 148.5^\circ$) であること，バックグラウンド (S/N 比) が高くなること等の測定精度に影響を与える因子が考えられ，実用化に対してはそれらについての検討を要すると考えられる．

1.3 本論文の目的と構成

本論文の目的は、種々の工業材料に対する $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の適用可否を明らかにし、その工業的な利用価値を見出すことで、機械構造物の安全性や性能の向上につなげることである。

本論文は、本章を含めて 6 章で構成されている。以下に各章の概要を記す。

第 1 章では、本研究の目的を明確にするために、研究の背景と X 線応力測定法の歴史を概説した。

第 2 章では、X 線応力測定法の測定理論について、従来法である $\sin^2\psi$ 法と 2 次元検出器方式である $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法を説明した。

第 3 章では、 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の測定精度を比較するため機械構造用炭素鋼 S45C について四点曲げ試験を実施し、 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法による応力測定を行い両方法の測定値の妥当性を検証した。

第 4 章では、粗大結晶粒を持つオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 について四点曲げ試験を実施し、Cr-K β 特性 X 線の 311 回折および Mn-K α 特性 X 線の 311 回折からのデバイリングを利用して $\cos\alpha$ 法により応力測定し、測定値の妥当性を検証した。また、粗大結晶粒の場合の測定精度の向上方法についても検討した。

第 5 章では、第 4 章と同様にオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 について四点曲げ試験を実施し、フーリエ解析法により応力測定し、測定値の妥当性を検証した。また、フーリエ解析法の観点から In-plane averaging により測定精度が向上する理由についても考察し、In-plane averaging に必要な測定点数を判断する方法を提案した。

第 6 章では、第 3 章から第 5 章で得られた主要な結論を示し、本論文を総括した。

第 1 章の参考文献

- 1) 中代雅士, 残留応力の基礎, IIC REVIEW, No.38 (2007), pp.2-6.
- 2) 原田泰典, ショットピーニング, 表面技術, Vol.67, No.1 (2010), pp.2-7.
- 3) 中代雅士, 残留応力測定の基礎 (その 2) 残留応力計測方法の紹介, IIC REVIEW, No.39 (2008), pp.2-6.
- 4) 三上隆男, 松田昌悟, 穿孔法および DHD 法による残留応力測定, 検査技術, Vol.19, No.7 (2014), pp.67-72.
- 5) 河合真二, 岡野成威, 村田友宏, 望月正人, 永井卓也, ディープホールドリリング法による極厚板多層溶接継手における内部残留応力計測の精度検証, 圧力技術, No.57, Vol.3 (2019), pp.162-170.
- 6) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明, 残留応力の X 線評価ー基礎と応用ー, 養賢堂 (2006)
- 7) 吉岡靖夫, 松井久明, 師岡利政, 長谷川賢一, 中島哲夫, シンクロトロン放射光による X 線応力測定, 材料, Vol.35, No.349 (1986), pp.755-760.
- 8) 田中啓介, 松井英治, 秋庭義明, 吉岡靖夫, シンクロトロン放射光によるセラミックスの X 線応力測定, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.53, No.491 (1987), pp.1267-1272.
- 9) 松井久明, 吉岡靖夫, 師岡利政, 長谷川賢一, 中島哲夫, シンクロトロン放射光の使用による集合組織を有する鋼の応力測定, 材料, Vol.36, No.407 (1987), pp.823-829.
- 10) 鷹合滋樹, 佐々木敏彦, 秋田貢一, 吉岡靖夫, 広瀬幸雄, シンクロトロン放射項を用いた複合材料の X 線応力測定, 材料, Vol.49, No.7 (2000), pp.729-734.
- 11) 鈴木裕士, 秋田貢一, 吉岡靖夫, 三沢啓志, シンクロトロン放射光による単結晶微小部の X 線応力測定, 材料, Vol.50, No.7 (2001), pp.783-789.
- 12) 林眞琴, 石渡雅幸, 皆川宣明, 船橋達, J. H. Root, 中性子回折による残留応力測定における弾性定数の回折面依存性, 材料, Vol.44, No.504 (1995), pp.1115-1120.
- 13) 林眞琴, 石渡雅幸, 皆川宣明, 船橋達, 中性子回折によるソケット溶接継手の残留応力

- の測定, 材料, Vol.44, No.507 (1995), pp.1464-1469.
- 14) 林眞琴, 石渡雅幸, 森井幸生, 皆川宣明, 中性子回折による炭素鋼配管突合せ溶接継手の残留応力, 材料, Vol.45, No.7 (1996), pp.772-778.
 - 15) 林眞琴, 大木戸忍, 皆川宣明, 森井幸生, 中性子回折による残留応力測定装置の開発と炭素鋼曲げ塑性変形材の残留応力分布の測定, 材料, Vol.47, No.4 (1998), pp.420-426.
 - 16) 鈴木裕士, Holden, T. M., 盛合敦, 皆川宣明, 森井幸生, 中性子回折法による高張力鋼突合せ溶接材の残留応力評価, 材料, Vol.54, No.7 (2005), pp.685-691.
 - 17) 岩柳順二, 安福精一, 磁気的方法による残留応力の測定, 応用物理, Vol.47, No.2 (1978), pp.161-166.
 - 18) 境禎明, 卯西裕之, 磁気ひずみ法を利用した鋼管の曲げ応力測定・評価技術, 非破壊検査, Vol.53, No.12 (2004), pp.767-771.
 - 19) 福岡秀和, 音弾性による応力解析, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.49, No.440 (1983), pp.403-412.
 - 20) 大隅啓介, 宅間正則, 齋藤賢一, 高橋可昌, 佐藤知広, 山本健, 超音波法によるレール軸応力の評価に関する研究 (Wavelet 変換結果の適用), 日本機械学会論文集, Vol.85, No.880 (2019), DOI: 10.1299/transjsme.19-00206.
 - 21) 西原利夫, 平修二, 岩田直人, 塑性域における軟鋼の X 線の應力測定に関する研究, 日本機械学会論文集, Vol.13, No.45 (1948), pp.119-124.
 - 22) 平修二, 有間淳一, X 線による応力測定法に関する研究 ($\sin^2\psi$ 法, 求める応力値の照射面積・分解能などによる影響), 日本機械学会論文集, Vol.29, No.200 (1963), pp.645-657.
 - 23) 平修二, 吉岡靖夫, X 線による金属材料の残留応力に関する研究 (各種炭素鋼に引張塑性変形を与えた場合の残留応力について), 材料, Vol.12, No.123 (1963), pp.852-860.
 - 24) 有馬道男, 蒲地一義, 切欠き集中応力の X 線的研究, 材料, Vol.26, No.283 (1977), pp.329-333.

- 25) 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 (ニッケル基合金材の高温弾性定数, 残留応力について), 材料, Vol.32, No.354 (1983), pp.277-283.
- 26) 栗田政則, 佐藤隆, 局所高周波焼入れ鋼の残留応力分布と硬度の X 線的測定, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.57, No.542 (1991), pp.2472-2479.
- 27) 鈴木賢治, 田中啓介, 坂井田喜久, 表面近傍の残留応力勾配解析における X 線侵入深さ, 材料, Vol.45, No.7 (1996), pp.759-765.
- 28) 小栗泰造, 村田一夫, 水谷勝巳, 湾曲部の X 線応力測定, 材料, Vol.49, No.6 (2000), pp.645-650.
- 29) 小栗泰造, 村田一夫, 山口勝巳, 擬似 ψ 角変化法による狭隘部曲面の X 線残留応力測定—ラック歯元部の歯たけ方向応力測定—, 材料, Vol.54, No.12 (2005), pp.1307-1313.
- 30) 坂井田喜久, 田中恒輔, 焼入による炭素鋼の X 線の弾性定数の変化と X 線応力測定に及ぼす影響, 材料, Vol.56, No.7 (2007), pp.602-608.
- 31) 佐々木敏彦, 高橋俊一, 佐々木勝成, 小林裕一, エリアディテクタ方式の X 線三軸応力測定法の改良に関する研究, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.75, No.750 (2009), pp.219-227.
- 32) 佐々木敏彦, X 線応力測定法の概要と現状: 技術の動向と現場適用に向けた最新の小型化・高速化, 検査技術, Vol.19, No.7 (2014), pp.54-61.
- 33) 佐々木敏彦, 小型・迅速・低コスト化が可能な二次元検出器方式の $\cos\alpha$ 法 X 線応力測定検査技術, Vol.20, No.6 (2015), pp.42-51.
- 34) 佐々木敏彦, 小林裕一, 榊原隆之, 小林祐次, 藤田工, 鷹合滋樹, X 線応力測定法による自動車関連の検査事例: 測定法の基礎と残留応力, 材料評価の事例, 検査技術, Vol.21, No.12 (2016), pp.53-60.
- 35) 田中啓介, 2次元検出器を用いた $\cos\alpha$ 法による X 線応力測定 その1 測定の基礎, 材料, Vol.66, No.7 (2017), pp.470-478.
- 36) 田中啓介, 2次元検出器を用いた $\cos\alpha$ 法による X 線応力測定 その2 測定の実際と応

- 用, 材料, Vol.66, No.7 (2017), pp.479-487.
- 37) 嘉村直哉, 宮崎利行, 佐々木敏彦, X 線回折環のフーリエ解析によるアルミニウム合金の応力測定, 非破壊検査, Vol.66, No.10 (2017), pp.492-497.
- 38) 小栗泰造, 田中努, 岡野俊之, 村田一夫, 川上洋司, 佐藤嘉洋, $\cos\alpha$ 法による円筒面の X 線応力測定, 材料, Vol.66, No.7 (2017), pp.488-494.
- 39) 小栗泰造, 村田一夫, 二軸傾斜法による平面応力三成分の X 線応力測定, 材料, Vol.60, No.7 (2011), pp.636-641.
- 40) 藤田工, 長谷川直哉, 嘉村直哉, 佐々木 敏彦, 低ラムダ条件でのスラスト玉軸受の転動疲労寿命, トライボロジスト, Vol.60, No.11 (2015), pp.741-751.
- 41) 嘉村直哉, 藤田工, 佐々木敏彦, X 線回折環分析装置によるピーリング損傷の評価, 材料, Vol.67, No.7 (2018), pp.694-699.
- 42) 松田真理子, 兜森達彦, 高衿弘行, 高島一郎, 佐々木敏彦, 大型鍛鋼品の偏析部が $\cos\alpha$ 法による X 線応力測定に与える影響, Vol.68, NO.3 (2019), pp.285-291.
- 43) 松田真理子, 沖田圭介, 中川知和, 佐々木敏彦, 固有ひずみ理論に基づく有限要素法による冷間加工部の残留応力予測における X 線回折半価幅の有効性評価, 材料, Vol.68, No.4 (2019), pp.322-337.
- 44) 松田真理子, 足立瞳, 池上智紀, 兜森達彦, 佐々木敏彦, クランク軸の表面処理による残留応力の評価技術と疲労強度への影響, マリンエンジニアリング, Vol.55, No.1 (2020), pp.3-10.
- 45) I. C. Noyan, Residual stress -Measurement by Diffraction and Interpretation-, Springer (1987)
- 46) B. D. Cullity (松村源太郎訳), 新版 X 線回折要論, アグネ承風社 (1980)
- 47) M. R. James and J. B. Cohen, The Application of a Position-Sensitive X-Ray Detector to the Measurement of Residual Stresses, Advances in X-ray analysis, Vol.195 (1975), pp.695-708.
- 48) 日本材料学会編, X 線応力測定法, 養賢堂 (1966)

- 49) K. Tanaka, X-ray measurement of triaxial residual stress on machined surfaces by the $\cos\alpha$ method using a two-dimensional detector, *Journal of Applied Crystallography*, Vol.51 (2018), pp.1329-1338.
- 50) 宮原諄二, 加藤久豊, 輝尽性蛍光材料を用いたコンピューテッド・ラジオグラフィ, *応用物理*, Vol.53, No.10 (1984), pp.884-890.
- 51) 吉岡靖夫, 大谷真一, 新開毅, イメージングプレート of 細束 X 線解析への適用, 非破壊検査, Vol. 39, No.8 (1990), pp.666-671.
- 52) 丸山洋一, 宮崎利行, 佐々木敏彦, イメージングプレートを用い $\cos\alpha$ 法に適した X 線応力測定装置の開発と検証, *材料*, Vol.64, No.7 (2015), pp.560-566.
- 53) G. Sachs and J. Weerts, Elastizitätsmessungen mit Röntgenstrahlen, *Zeitschrift für technische Physik*, Vol. 64 (1930), pp.344-358.
- 54) R. Glocker and E. Osswald, Einzelbestimmungen der elastischen Hauptspannungen mit Röntgenstrahlen, *Zeitschrift für technische Physik*, Vol.16 (1935), pp.237-242.
- 55) E. Macherauch and P. Muller, Evaluation of X-ray Elastic Constants of Cold-strained Armco-iron and CrMo-steel, *Arch. Eisenhüttenwes*, Vol.29 (1958), pp.257-260.
- 56) E. Macherauch, Principles and Problems of the X-ray Determination of Elastic Stresses, *Materialpruefung*, Vol.5 (1963), pp.14-25.
- 57) 日本材料学会編, X 線応力測定法標準(2002 年版)―鉄鋼編― (2002)
- 58) M. Y. Fucks and L. I. Gladkith, On Some Distinctive Features of the X-ray Method of Measuring Elastic Stresses, *Zavodskaya Laboratoriya*, Vol.31, No. 8 (1965), pp.978-982.
- 59) H. Doelle and V. Hauk, X-Ray Stress Determination for Internal Stress Systems of Ordinary Orientation, *Haerterei-Technische Mitteilungen*, Vol.31, No.3 (1976), pp.165-168.
- 60) 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*, Vol.27, No.294 (1978), pp.251-256.

- 61) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄: 2次元 X線検出器イメージングプレートを用いた全平面応力成分の単一入射 X線応力測定, 材料, Vol.44, No.504 (1995), pp.1138-1143.
- 62) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, イメージングプレートによる二次元検出回折環像を用いた X線三軸応力解析, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.590 (1995), pp.2288-2295.
- 63) 佐々木敏彦, 林政, 広瀬幸雄, イメージングプレートを用いたマクロ・マイクロ応力の X線測定および $(\alpha+\gamma)$ 二相ステンレス鋼への適用, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.62, No.604 (1996), pp.2741-2749.
- 64) 佐々木敏彦, 廣瀬幸雄, 安川昇一, イメージングプレートを用いた粗大結晶粒材料の X線マクロ応力測定, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.607 (1997), pp.533-541.
- 65) 佐々木敏彦, 廣瀬幸雄, $\cos\alpha$ 法による中性子応力測定に関する基礎的研究, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.71, No.704 (2005), pp.670-676.
- 66) B. B. He and K. L. Smith, A new method for residual stress measurement with two-dimensional diffraction, Proceedings of the 5th International Conference on Residual Stress, Vol.2 (1997), pp.634-639.
- 67) 下羽悠一, 石川徹朗, 大谷眞一, 秋田貢一, 背面回折 X線像を用いた応力測定装置の開発, 材料, Vol.55, No.12 (2006), pp.1139-1145.
- 68) 安川昇一, 誤差項による d_0 の最適化を組み込んだ X線応力解析手法 Direct Refinement Solution (DRS) 法, リガクジャーナル, Vol.47, No.1 (2016), pp.12-18.
- 69) A. Kampfe, B. Kampfe, S. Goldenbogen, B. Eigenmann, E. Macherauch and D. Lohe, X-ray stress analysis on polycrystalline materials using two-dimensional detectors, Advance in X-ray analysis, Vol.43 (2000), pp.54-65.
- 70) T. Miyazaki and T. Sasaki, X-ray stress measurement with two-dimensional detector based on Fourier analysis, International Journal of Material Research, Vol.105, No.9 (2014), pp.922-927.
- 71) T. Miyazaki and T. Sasaki, X-ray stress measurement from an imperfect Debye-Scherrer ring,

International Journal of Material Research, Vol.106, No.3 (2015), pp.237-241.

- 72) パルステック工業株式会社製品カタログ「ポータブル型 X 線残留応力測定装置μ-X360s」, <https://www.pulstec.co.jp/pdf/micro-x360s.pdf> (参照 : 2020 年 11 月 25 日)
- 73) T. Miyazaki, Y. Maruyama, Y. Fujimoto and T. Sasaki, Improvement of X-ray stress measurement from a Debye-Scherrer ring by oscillation of the X-ray incident angle, Powder Diffraction, Vol.30, No.3 (2015), pp.250-255
- 74) T. Miyazaki, Y. Fujimoto and T. Sasaki, Improvement in X-ray stress measurement using Debye-Scherrer ring by in-plane averaging, Journal of Applied Crystallography, Vol.49 (2016), pp.241-249
- 75) T. Sasaki and H. Sato, X-Ray Stress Measurement of Austenitic Stainless Steel with $\cos\alpha$ Method and Two-Dimensional X-Ray Detector, Materials Science Forum, Vol.879, (2016), pp.1679-1684.
- 76) T. Miyazaki and T. Sasaki, X-ray residual stress measurement of austenitic stainless steel based on Fourier analysis, Nuclear Technology, Vol.194 (2016), pp.111-116.
- 77) 王昀, 波東久光, 菊地敏一, 千葉篤志, 2次元 X線回折による実機構造物溶接金属部の残留応力測定技術の開発, 材料, Vol.63, No.5 (2014), pp.409-416.

第 2 章 X 線応力測定理論

2.1 緒言

本章では、本研究に用いた各種 X 線応力測定法の理論について説明する。

2.2 X 線の回折

結晶材料は材料固有の結晶構造を有しており、原子が周期的に規則正しく並んでいる。特定の格子面に注目すると、ひずみが無い場合の格子面の間隔は格子定数により定まる。ここで、材料に応力が作用すれば、結晶格子がひずむため、格子面間隔が変化する。X 線応力測定法¹⁾では、Bragg の条件を満足する結晶からの回折現象を利用してひずみを求め、応力を算出する。以下に Bragg の式を示す。

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

式 2.1 は W. H. Bragg と W. L. Bragg により導かれ、Bragg の法則として知られている。ここで、 λ は波長、 d は格子面間隔、 θ は回折角である。また、 n は回折次数を示す正の整数であり、 d/n の格子面からの 1 次の反射とすると $n=1$ となり、式 2.1 は以下のように表すことができる。

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.2)$$

図 2.1 に示すように、多結晶体に特定の波長の X 線を入射すると、X 線照射領域内に十分多くの結晶が存在する場合には、ブラッグの条件を満足する結晶も多数存在し、回折面の間隔 d に対応した角度 θ に回折が生じる。すなわち、特性 X 線による既知の波長 λ と、測定された回折角 θ から、格子面間隔 d を求めることができる。

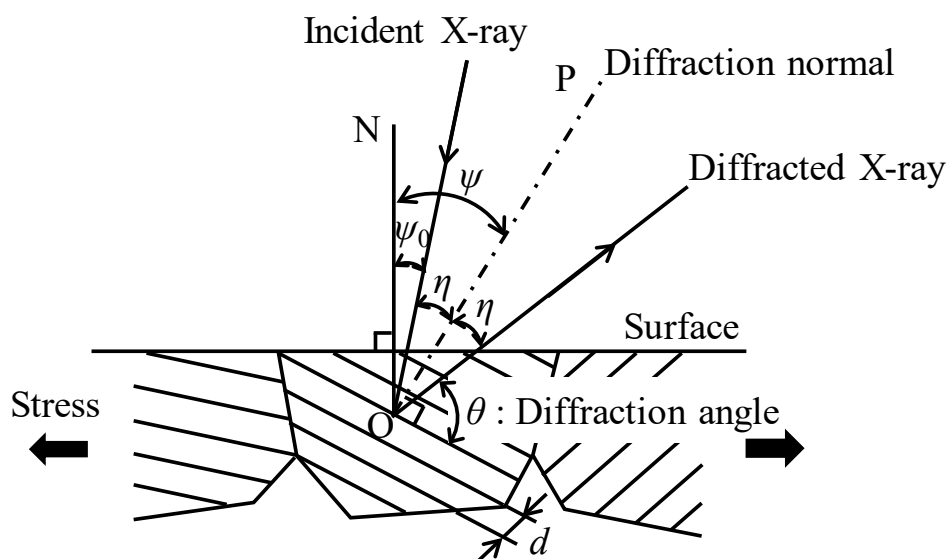


図 2.1 X 線回折の模式図

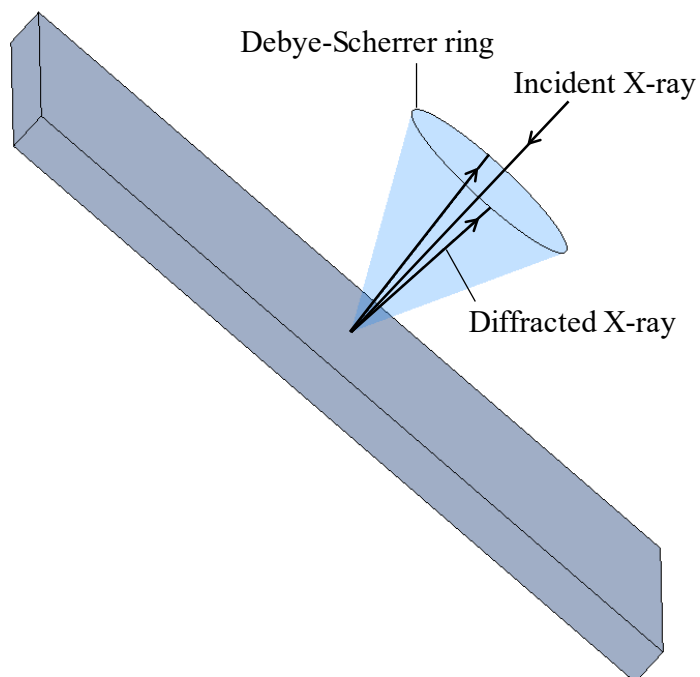


図 2.2 X 線回折により得られるデバイリングの模式図

均質等方の多結晶体は、結晶があらゆる方向に均等に向いている。そのため、Bragg の法則を満たす格子面からの回折は図 2.2 のように円錐状に反射する。この X 線回折の環を、回折環またはデバイリング(Debye-Scherrer ring)と呼ぶ。デバイリングは Bragg の法則を満たす多結晶材料であれば、いかなる X 線入射角 ψ_0 においても連続した環となり現れる。そこで、X 線回折装置を用いてデバイリングの z - x 平面上における回折 X 線の回折強度曲線を測定すれば、試料面法線に対して角度 ψ の回折面法線を持つ結晶粒のブラッグ角 θ を求めることができる。

材料に力が作用し、格子面間隔 d が Δd だけ変化すると、式 2.2 の回折角 θ が変化する。格子面間隔の変化率 $\Delta d/d$ は回折角の変化量 $\Delta\theta$ より求められ、式 2.2 を波長 λ について全微分した次式より得られる。

$$\frac{\Delta d}{d} = \varepsilon = -\cot\theta_0 \cdot \Delta\theta \quad (2.3)$$

式 2.3 で、無ひずみ状態の試料の格子面間隔 d_0 に対する回折角を θ_0 とすると、回折面法線が試料面法線に対し ψ だけ傾いた回折面の法線方向のひずみ ε_ψ は、近似的に次式より得られる。

$$\varepsilon_\psi = \left(\frac{\Delta d}{d_0}\right)_\psi = \left(\frac{d_\psi - d_0}{d_0}\right)_\psi = -\cot\theta_0 \cdot (\theta_\psi - \theta_0) \quad (2.4)$$

2.3 $\sin^2\psi$ 法の原理

本節では、 $\sin^2\psi$ 法について説明する。 $\sin^2\psi$ 法は、X線応力測定法の基礎となる理論であり、日本材料学会により測定法標準²⁾が定められ、従来より広く一般に用いられる手法である。

平面応力状態($\sigma_3=0$)を仮定し、図 2.3 に示すように x - y 平面を試料表面とし、試料表面の点 O を測定位置とし、 OP 方向のひずみ $\varepsilon_{\phi\psi}$ を測定する場合について考える。

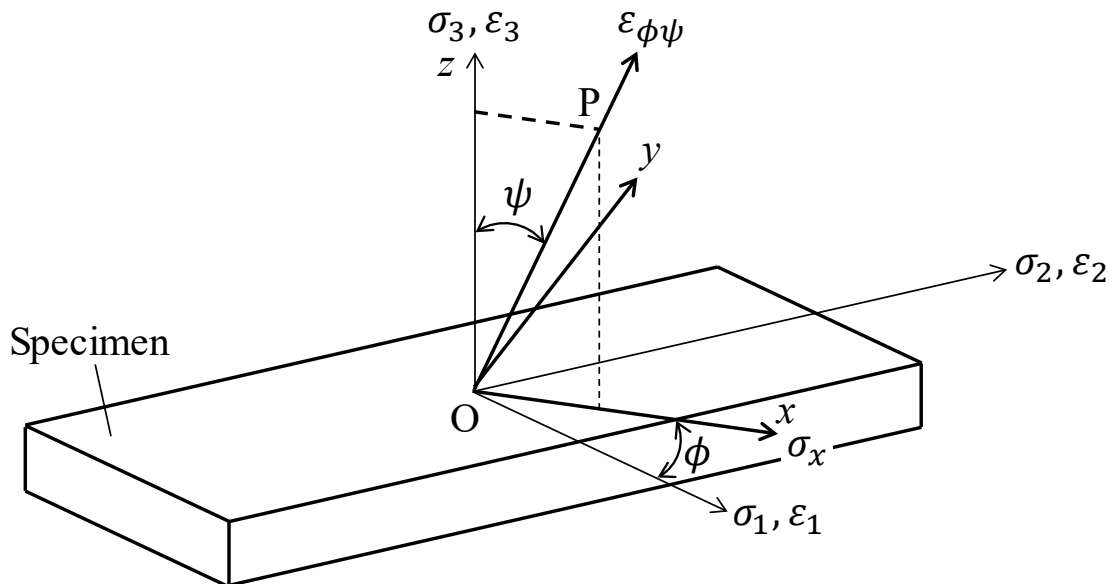


図 2.3 $\sin^2\psi$ 法の光学系

フックの法則より、主応力 (σ_1, σ_2) と主ひずみ ($\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$) の関係は次式で表される。

$$\begin{aligned}\varepsilon_1 &= \frac{1}{E}(\sigma_2 - \nu\sigma_1) \\ \varepsilon_2 &= \frac{1}{E}(\sigma_1 - \nu\sigma_2) \\ \sigma_3 &= -\frac{\nu}{E}(\sigma_1 + \sigma_2)\end{aligned}\tag{2.5}$$

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比であり、ここでは特定の回折面から得られた格子ひずみと応力を関係づけるものであり、回折面に依存するため X 線的弾性定数と呼ばれる。

次に、 σ_1 方向より ϕ 回転した方向に x - y 座標をとる。OP 方向の垂直ひずみ $\varepsilon_{\phi\psi}$ は、主ひずみを用いて次式で表される。

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \varepsilon_1 \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_2 \sin^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_3 \cos^2 \psi \quad (2.6)$$

また、 x 方向の垂直ひずみ ε_x は次式となる。

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \varepsilon_1 \cos^2 \phi + \varepsilon_2 \sin^2 \phi \quad (2.7)$$

式 2.7 を式 2.6 に代入すると、

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \varepsilon_x \sin^2 \psi + \varepsilon_3 \cos^2 \psi \quad (2.8)$$

が得られる。ここで、フックの法則を用いると、式 2.8 は、

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_x \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_x + \sigma_y) \quad (2.9)$$

となる。式 2.9 から、平面応力状態では、ひずみ $\varepsilon_{\phi\psi}$ は $\sin^2 \psi$ に対して直線的に変化することがわかる。さらに、式 2.4 を利用すると、回折角 2θ と $\sin^2 \psi$ の関係が次式で求まる。

$$2\theta = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \cdot \sigma_x \sin^2 \psi + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 \cdot (\sigma_x + \sigma_y) + 2\theta_0 \quad (2.10)$$

上記の式 (2.9) または式 (2.10) が、平面応力状態における X 線応力測定の基本式である。式 (2.10) からわかるように、回折角 と $\sin^2\psi$ は直線関係にあり、いくつかの ψ に対して測定した回折角 を $\sin^2\psi$ に対してプロットすると、図 2.4 のような図が描ける。これを $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ 線図または $\sin^2\psi$ 線図という。

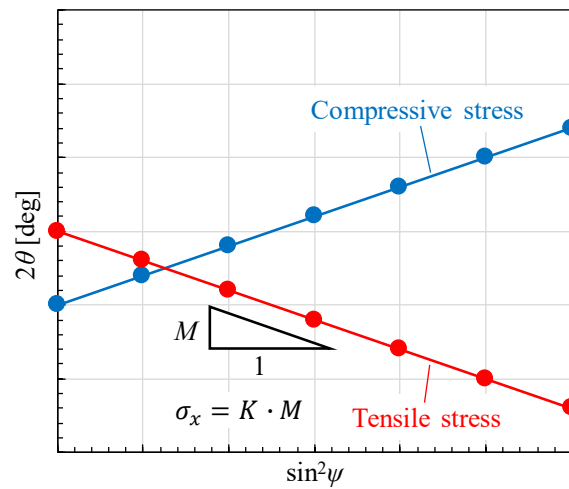


図 2.4 $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ 線図

ここで、X 線の弾性定数が既知であれば、回帰直線の傾きから次式により応力 σ_x が求まる。

$$\sigma_x = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{\pi}{180} \cot \theta_0 \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2\psi)} = K \cdot M \quad (2.11)$$

ただし、

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{\pi}{180} \cot \theta_0 \quad (2.12)$$

$$M = \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2\psi)} \quad (2.13)$$

である。ここで、 K は応力定数と呼ばれ、 M は $\sin^2\psi$ 線図の傾きである。以上のように、異なる複数の X 線入射角 ψ に対してそれぞれ回折角を測定することにより、 $\sin^2\psi$ 線図の傾きから応力を求めることができる。このような方法を $\sin^2\psi$ 法という。ただし、 $\sin^2\psi$ 法の適用は、等方均質性、平面応力状態、かつ、深さ方向に応力勾配が存在しないという条件を全て満たしていることに注意しなければならない。

2.4 $\cos\alpha$ 法の原理

本節では、 $\cos\alpha$ 法について説明する³⁻⁷⁾。 $\cos\alpha$ 法は、単一入射 X 線を用いて 2 次元検出器（通常はイメージングプレート、IP）で取得したデバイリング全周の情報を使用して応力を決定する手法である。

まず、図 2.5 に示すように、入射 X 線ビームの方向が z 軸から x 軸方向への傾斜角 ψ_0 より定まる場合について、この入射 X 線によって材料から発生するデバイリングについて考える。

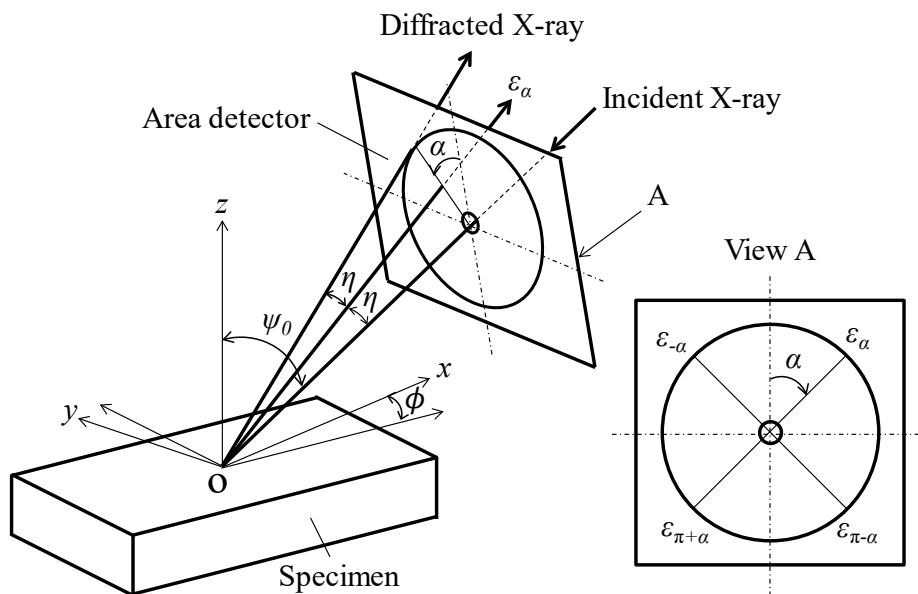


図 2.5 $\cos\alpha$ 法の光学系

デバイリング中心角 α 方向のひずみ ε_α を, 試料座標系におけるひずみ $\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z, \gamma_{xy}, \gamma_{yz}, \gamma_{zx}$ で表すと次式のようにになる.

$$\varepsilon_\alpha = n_1^2 \varepsilon_x + n_2^2 \varepsilon_y + n_3^2 \varepsilon_z + n_1 n_2 \gamma_{xy} + n_2 n_3 \gamma_{yz} + n_3 n_1 \gamma_{zx} \quad (2.14)$$

ここで, n_1, n_2, n_3 は ε_α 方向の方向余弦を表し, それぞれ,

$$\begin{aligned} n_1 &= \cos \eta \sin \psi_0 \cos \phi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \cos \phi_0 \cos \alpha + \sin \eta \sin \phi_0 \sin \alpha \\ n_2 &= \cos \eta \sin \psi_0 \sin \phi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \sin \phi_0 \cos \alpha + \sin \eta \cos \phi_0 \sin \alpha \\ n_3 &= \cos \eta \cos \psi_0 + \sin \eta \sin \psi_0 \cos \alpha \end{aligned} \quad (2.15)$$

である. ここで, η は入射 X 線と回折面法線間のなす角である. なお, 入射 X 線が z - x 平面上にある場合は $\phi_0=0$ であるので, 式 (2.15) は次式となる.

$$\begin{aligned} n_1 &= \cos \eta \sin \psi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \cos \alpha \\ n_2 &= \sin \eta \sin \alpha \\ n_3 &= \cos \eta \cos \psi_0 + \sin \eta \sin \psi_0 \cos \alpha \end{aligned} \quad (2.16)$$

式 (2.14) は, ひずみ成分表示における $\cos\alpha$ 法の基礎式である. 平面応力状態を仮定すると, 式 (2.14) は次式に変形される.

$$\varepsilon_\alpha = \varepsilon_x [n_1^2 - \nu n_3^2 / (1 - \nu)] + \varepsilon_y [n_2^2 - \nu n_3^2 / (1 - \nu)] + \gamma_{xy} n_1 n_2 \quad (2.17)$$

さらに, これを応力成分で表示することを考える. 平面応力状態における応力 ($\sigma_x, \sigma_y, \tau_{xy}$)

とひずみ ($\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z, \gamma_{xy}, \gamma_{yz}, \gamma_{zx}$) の関係式は、ヤング率 E 、ポアソン比 ν として、次式で表される。

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_x &= \frac{1}{E}(\sigma_x - \nu\sigma_y) \\
 \varepsilon_y &= \frac{1}{E}(\sigma_y - \nu\sigma_x) \\
 \varepsilon_z &= -\frac{\nu}{E}(\sigma_x + \sigma_y) \\
 \gamma_{xy} &= \frac{2(1+\nu)}{E}\tau_{xy} \\
 \gamma_{yz} &= \gamma_{zx} = 0
 \end{aligned} \tag{2.18}$$

式 (2.18) を式 (2.17) に代入すると、

$$\varepsilon_\alpha = \frac{1+\nu}{E}(n_1^2\sigma_x + n_2^2\sigma_y + 2n_1n_2\tau_{xy}) - \frac{\nu}{E}(\sigma_x + \sigma_y) \tag{2.19}$$

となる。式 (2.16) を上式に代入して書き直すと、

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_\alpha &= [(1+\nu)/E] \times \\
 &\quad [(\cos\eta \sin\psi_0 - \sin\eta \cos\psi_0 \cos\alpha)^2\sigma_x + \sin^2\eta \sin^2\alpha \cdot \sigma_y \\
 &\quad + 2 \sin\eta \sin\alpha (\cos\eta \sin\psi_0 - \sin\eta \cos\psi_0 \cos\alpha)\tau_{xy}] \\
 &\quad - \frac{\nu}{E}(\sigma_x + \sigma_y)
 \end{aligned} \tag{2.20}$$

となる。さらに、式 (2.3) を代入して回折角として表示すると、

$$\begin{aligned}
2\theta_\alpha = & -[2(1+\nu)/E] \tan \theta_0 \times \\
& [(\cos \eta \sin \psi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \cos \alpha)^2 \sigma_x + \sin^2 \eta \sin^2 \alpha \cdot \sigma_y \\
& + 2 \sin \eta \sin \alpha (\cos \eta \sin \psi_0 - \sin \eta \cos \psi_0 \cos \alpha) \tau_{xy}] \\
& - \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 (\sigma_x + \sigma_y) + 2\theta_0
\end{aligned} \tag{2.21}$$

となる。ここで、 $2\theta_\alpha$ はデバイリング中心角 α における回折角である。上記の式(2.20)および式(2.21)が $\cos\alpha$ 法の基礎式である。

続いて、式(2.20)から応力成分を得ることを考える。図2.5に示すように、デバイリング上の4方向 α , $\pi+\alpha$, $-\alpha$, $\pi-\alpha$ の垂直ひずみ ε_α , $\varepsilon_{\pi+\alpha}$, $\varepsilon_{-\alpha}$, $\varepsilon_{\pi-\alpha}$ を考え、それらのひずみから次のようなパラメータ a_1 および a_2 を導くことを考える。

$$a_1 \equiv \frac{1}{2} [(\varepsilon_\alpha - \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha})] \tag{2.22}$$

$$a_2 \equiv \frac{1}{2} [(\varepsilon_\alpha - \varepsilon_{\pi+\alpha}) - (\varepsilon_{-\alpha} - \varepsilon_{\pi-\alpha})] \tag{2.23}$$

式(2.20)を用いると、 a_1 および a_2 は、

$$a_1 = -\frac{1+\nu}{E} \sin 2\psi_0 \sin 2\eta \cos \alpha \cdot \sigma_x \tag{2.24}$$

$$a_2 = \frac{2(1+\nu)}{E} \sin \psi_0 \sin 2\eta \sin \alpha \cdot \tau_{xy} \tag{2.25}$$

となる。

垂直応力成分 σ_x は、 a_1 と $\cos\alpha$ との直線関係式(a_1 - $\cos\alpha$ 線図)の傾きから決定され、

$$\sigma_x = -\frac{E}{1 + \nu \sin 2\eta \sin 2\psi_0} \frac{1}{\left(\frac{\partial a_1}{\partial \cos \alpha}\right)} \quad (2.26)$$

である。応力定数 K_1 と a_1 - $\cos\alpha$ 線図の傾き M_1 により上式を書き換えると、

$$\begin{aligned} \sigma_x &= K_1 \cdot M_1 \\ K_1 &= -\frac{E}{1 + \nu \sin 2\eta \sin 2\psi_0} \\ M_1 &= \frac{\partial a_1}{\partial \cos \alpha} \end{aligned} \quad (2.27)$$

となる。図 2.6 に a_1 - $\cos\alpha$ 線図を模式的に示す。 σ_x が正（引張応力）の場合、 a_1 - $\cos\alpha$ 線図は右下がりの直線となる。

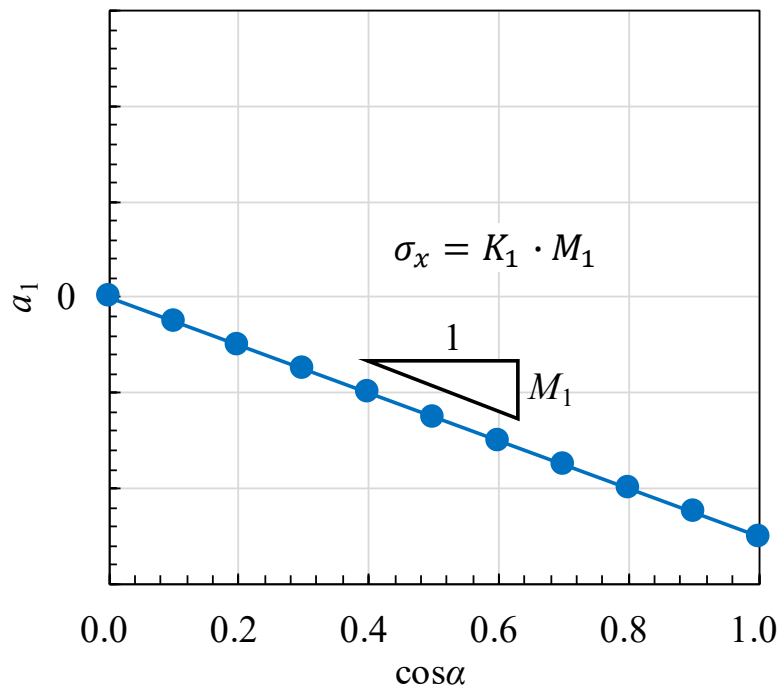


図 2.6 a_1 - $\cos\alpha$ 線図

せん断応力成分 τ_{xy} は、 a_2 と $\sin\alpha$ との直線関係式 (a_2 - $\sin\alpha$ 線図) の傾きから決定され、

$$\tau_{xy} = \frac{E}{2(1+\nu)} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} \left(\frac{\partial a_2}{\partial \sin \alpha} \right) \quad (2.28)$$

である。応力定数 K_2 と a_2 - $\sin\alpha$ 線図の傾き M_2 により上式を書き換えると、

$$\begin{aligned} \tau_{xy} &= K_2 \cdot M_2 \\ K_2 &= \frac{E}{2(1+\nu)} \frac{1}{\sin 2\eta \sin 2\psi_0} \\ M_2 &= \left(\frac{\partial a_2}{\partial \sin \alpha} \right) \end{aligned} \quad (2.29)$$

となる。図 2.7 に a_2 - $\sin\alpha$ 線図を模式的に示す。 τ_{xy} が正の場合、 a_2 - $\sin\alpha$ 線図は右上がりの直線となる。

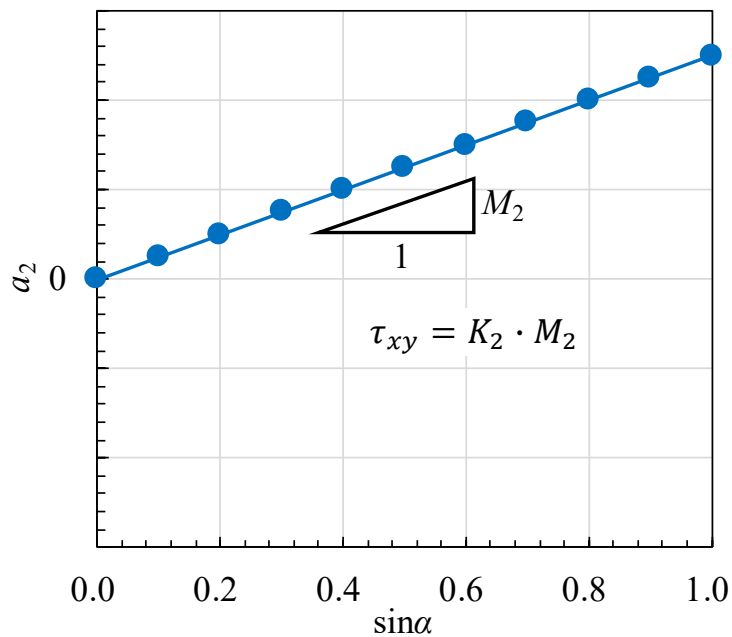


図 2.7 a_2 - $\sin\alpha$ 線図

平面応力のもう一つの応力成分 σ_y を求めるため、新たに以下のパラメータを考える.

$$E_1 \equiv \frac{1}{2}[(\varepsilon_\alpha + \varepsilon_{\pi+\alpha}) + (\varepsilon_{-\alpha} + \varepsilon_{\pi-\alpha})] \quad (2.30)$$

式 (2.20) を用いて上式を変形すると,

$$\begin{aligned} E_1 &= \Phi \cos^2 \alpha + \Psi \\ \Phi &= \frac{2(1+\nu)}{E} (\sigma_x \cos^2 \psi_0 - \sigma_y) \sin^2 \eta \\ \Psi &= \frac{2}{E} \sigma_x (\cos^2 \eta \sin^2 \psi_0 - \nu \sin^2 \eta - \nu \cos^2 \eta \cos^2 \psi_0) + \frac{2}{E} \sigma_y (\sin^2 \eta - \nu \cos^2 \eta) \end{aligned} \quad (2.31)$$

となる. Φ を用いて σ_y が求まり,

$$\sigma_y = \sigma_x \cos^2 \psi_0 - \Phi \frac{E}{2(1+\nu)} \frac{1}{\sin^2 \eta} \quad (2.32)$$

である. また, Ψ からも σ_y が求まり,

$$\sigma_y = \left[\frac{2}{E} - \sigma_x \{ \cos^2 \eta \sin^2 \psi_0 - \nu (\sin^2 \eta + \cos^2 \eta \cos^2 \psi_0) \} \right] \frac{1}{\sin^2 \eta - \nu \cos^2 \eta} \quad (2.33)$$

である.

さらに, せん断応力成分 τ_{xy} を求めるための第二の測定式を導くために, 以下のパラメータを定義する.

$$E_2 \equiv \frac{1}{2}[(\varepsilon_\alpha + \varepsilon_{\pi+\alpha}) - (\varepsilon_{-\alpha} + \varepsilon_{\pi-\alpha})] \quad (2.34)$$

式 (2.20) を用いて上式を変形すると,

$$E_2 = -\frac{2(1+\nu)}{E} \frac{1}{\sin^2 \eta \cos \psi_0} \left(\frac{\partial E_2}{\partial \sin 2\alpha} \right) \quad (2.35)$$

となる. よって, τ_{xy} は次のように与えられる.

$$\tau_{xy} = -\frac{E}{2(1+\nu)} \frac{1}{\sin^2 \eta \cos \psi_0} \left(\frac{\partial E_2}{\partial \sin 2\alpha} \right) \quad (2.36)$$

以上より, デバイリング全周を用いれば全ての平面応力成分が求まることがわかる.

2.5 フーリエ解析法の原理

2.5.1 基礎理論

本節では, フーリエ解析法について説明する^{8,9)}. 初めに, フーリエ解析法の基礎理論について説明する. $\cos\alpha$ 法と同じく, 図 2.5 の座標系で, 入射 X 線によって材料から発生する デバイリングについて考える. このとき, デバイリング中心角 α とひずみ ε_α の関係をフーリエ級数で表すと,

$$\varepsilon_\alpha = A_0 + \sum_{k=1}^{\infty} (A_k \cos k\alpha + B_k \sin k\alpha) \quad (2.37)$$

となる. 上式と式 (2.20) を比較すると,

$$\begin{aligned}
A_0 = & \frac{\sigma_x}{2E} [2\cos^2\eta\sin^2\psi_0 + \sin^2\eta\cos^2\psi_0 \\
& -\nu\{2\cos^2\eta\cos^2\psi_0 + \sin^2\eta(1 + \sin^2\psi_0)\}] \\
& + \frac{\sigma_y}{4E} \{(1 - \cos 2\eta) - \nu(3 + \cos 2\eta)\}
\end{aligned} \tag{2.38}$$

$$A_1 = -\frac{1 + \nu}{2E} \sin 2\eta \sin \psi_0 \cdot \sigma_x \tag{2.39}$$

$$B_1 = \frac{1 + \nu}{E} \sin 2\eta \sin \psi_0 \cdot \tau_{xy} \tag{2.40}$$

$$A_2 = \frac{1 + \nu}{2E} \sin^2\eta (\cos^2\psi_0 \cdot \sigma_x - \sigma_y) \tag{2.41}$$

$$B_2 = -\frac{1 + \nu}{E} \sin^2\eta \cos \psi_0 \cdot \tau_{xy} \tag{2.42}$$

$$A_k = 0 \quad (k \geq 3) \tag{2.43}$$

$$B_k = 0 \quad (k \geq 3) \tag{2.44}$$

が得られる。平面応力状態の仮定から、式 (2.43) および式 (2.44) のように、 $k \geq 3$ の係数は全て 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 (2.39) ～式 (2.42) と比較することで試料表面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 (2.39) より求まり、

$$\sigma_x = -\frac{2E}{1 + \nu \sin 2\eta \sin 2\psi_0} \cdot A_1 \quad (2.45)$$

となる。また、 σ_y は式 (2.41) および式 (2.45) より求まり、

$$\sigma_y = \sigma_x \cos^2 \psi_0 - \frac{2E}{1 + \nu \sin^2 \eta} A_2 \quad (2.46)$$

となる。さらに、式 (2.40) および式 (2.42) より τ_{xy} がそれぞれ求まり、

$$\tau_{xy} = \frac{E}{1 + \nu \sin 2\eta \sin \psi_0} B_1 \quad (2.47)$$

$$\tau_{xy} = -\frac{E}{1 + \nu \sin^2 \eta \cos \psi_0} B_2 \quad (2.48)$$

となる。なお、 $\sin^2 \eta$ の方が $\sin 2\eta$ よりも小さいため、 B_1 および B_2 の誤差が等しい場合は、式 (2.48)の方が式 (2.47)よりも誤差が大きくなる。そのため、式 (2.48)は式 (2.47)に比べ計算精度が悪く、通常は使用しない。

2.5.2 $\cos\alpha$ 法との比較

続いて、フーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法の関係について説明する。平面応力状態の場合の ε_α は次式で表される。

$$\varepsilon_\alpha = A_0 + A_1 \cos \alpha + B_1 \sin \alpha + A_2 \cos 2\alpha + B_2 \sin 2\alpha \quad (2.49)$$

式 (2.22)、式 (2.23)、式 (2.30)、式 (2.34) に上式を代入すると、

$$a_1 = 2A_1 \cos \alpha \quad (2.50)$$

$$a_2 = 2B_1 \sin \alpha \quad (2.51)$$

$$\begin{aligned} E_1 &= 2A_0 + 2A_2 \cos 2\alpha \\ &= 4A_2 \cos^2 \alpha + 2(A_0 - A_2) \end{aligned} \quad (2.52)$$

$$E_2 = 2B_2 \sin 2\alpha \quad (2.53)$$

が得られる．式 (2.50) より， $\cos\alpha$ 法で a_1 と $\cos\alpha$ との直線関係式の傾きを求めることは，式 (2.49) 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， a_2 と $\sin\alpha$ との直線関係式の傾きを求めることは式 (2.49) のフーリエ係数 B_1 を求めることと等しく，また， E_2 と $\sin 2\alpha$ との直線関係式の傾きを求めることは式 (2.49) のフーリエ係数 B_2 を求めることと等しい．また，式 (2.52) については， E_1 を $\cos 2\alpha$ について直線近似した時の切片および傾きが，それぞれ， A_0 および A_2 に相当することを示している．以上より，式 (2.50) ～式 (2.53) の各式について直線関係を調べることは式 (2.49) のフーリエ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 $\cos\alpha$ 法と同等であると言える．

2.5.3 デバイリングに欠落がある場合の応力算出方法

最後に，デバイリングに欠落がある場合の応力測定について説明する．デバイリングより得られるひずみを中心角 α の関数として $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ と表す．いま，デバイリングの一部が欠けている場合を，窓関数 $h(\alpha)$ を用いて，

$$\varepsilon'_\alpha(\alpha) \equiv h(\alpha)\varepsilon_\alpha(\alpha) \quad (2.54)$$

のように表す。ただし、 $h(\alpha)$ は

$$h(\alpha) \equiv \begin{cases} 1 & \text{デバイリングが測定できた場合} \\ 0 & \text{デバイリングが測定できなかった場合} \end{cases} \quad (2.55)$$

で定義し、デバイリングが測定できなかった場合は $\varepsilon'_\alpha(\alpha) = 0$ であるものとする。

初めに、デバイリングに欠落がない場合を考える。いま、 $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ が、

$$\begin{aligned} \varepsilon_\alpha(\alpha) &= A_0 + A_1 \cos \alpha + B_1 \sin \alpha + A_2 \cos 2\alpha + B_2 \sin 2\alpha + \dots \\ &\equiv x_1 + x_2 \cos \alpha + x_3 \sin \alpha + x_4 \cos 2\alpha + x_5 \sin 2\alpha + \dots \end{aligned} \quad (2.56)$$

で表されるものとする。デバイリング一周を n 分割して測定する場合、 $n \times n$ 行列

$$\mathbf{M} = \begin{pmatrix} 1 & \cos \alpha_1 & \sin \alpha_1 & \cos 2\alpha_1 & \sin 2\alpha_1 & \dots \\ 1 & \cos \alpha_2 & \sin \alpha_2 & \cos 2\alpha_2 & \sin 2\alpha_2 & \dots \\ \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots & \vdots \\ 1 & \cos \alpha_n & \sin \alpha_n & \cos 2\alpha_n & \sin 2\alpha_n & \dots \end{pmatrix} \quad (2.57)$$

を用いて

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \mathbf{M}\mathbf{x} \quad (2.58)$$

という形式で表すことが出来る。ただし、 $\boldsymbol{\varepsilon}$ および \mathbf{x} は、

$$\boldsymbol{\varepsilon} \equiv \begin{pmatrix} \varepsilon_\alpha(\alpha_1) \\ \varepsilon_\alpha(\alpha_2) \\ \vdots \\ \varepsilon_\alpha(\alpha_n) \end{pmatrix}, \quad \mathbf{x} \equiv \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ \vdots \\ x_n \end{pmatrix} \quad (2.59)$$

または、転置記号 T を用いて、

$$\begin{aligned}\boldsymbol{\varepsilon} &\equiv (\varepsilon_\alpha(\alpha_1), \varepsilon_\alpha(\alpha_2), \dots, \varepsilon_\alpha(\alpha_n))^T \\ \boldsymbol{x} &\equiv (x_1, x_2, \dots, x_n)^T\end{aligned}\tag{2.60}$$

で表される n 次元のベクトルである。式 (2.58) より、 \mathbf{M} の逆行列 \mathbf{M}^{-1} を用いて、

$$\boldsymbol{x} = \mathbf{M}^{-1}\boldsymbol{\varepsilon}\tag{2.61}$$

のように \boldsymbol{x} を求めることが出来る。ただし、通常はより高速に計算できる高速フーリエ変換 (FFT) を用いる。

次に、デバイリングに欠落がある場合を考える。デバイリングの k 箇所 $\{\alpha_{i1}, \alpha_{i2}, \dots, \alpha_{ik}\}$ ($k < n$) の測定値が得られなかったものとする。このとき $\boldsymbol{\varepsilon}$ から $\{\varepsilon_{i1}, \varepsilon_{i2}, \dots, \varepsilon_{ik}\}$ を取り除いた $n-k$ 次元のベクトル $\boldsymbol{\varepsilon}'$ 、および、 \mathbf{M} の $\{i1, i2, \dots, ik\}$ 行を取り除いた $(n-k)$ 行 n 列の行列 \mathbf{M}_1 を考えると、

$$\mathbf{M}_1\boldsymbol{x} = \boldsymbol{\varepsilon}'\tag{2.62}$$

となる。 \mathbf{M}_1^{-1} は存在しないため、式 (2.62) を逆行列で解くことはできない。

式 (2.62) を解くため、平面応力状態を仮定し、 m 次元のベクトル

$$\boldsymbol{x}' \equiv (x_1, x_2, \dots, x_m)^T \quad (m \leq n - k)\tag{2.63}$$

を導入すると、

$$\mathbf{M}_3 \mathbf{x}' = \boldsymbol{\varepsilon}' \quad (2.64)$$

と表すことができる。ただし、 \mathbf{M}_3 は \mathbf{M}_1 の $n+1$ 列目以降を取り除いた $(n-k)$ 行 m 列の行列 ($m \leq n-k$) である。 \mathbf{M}_3 の逆行列は存在しないが、一般逆行列 \mathbf{M}_3^- を用いると、

$$\mathbf{x}' = \mathbf{M}_3^- \boldsymbol{\varepsilon}' \quad (2.65)$$

から \mathbf{x}' が得られ、試料の応力を推定することができる。例えば、 $x_2=A_1$ であることを用いると、式 (2.45) より

$$\sigma_x = -\frac{2E}{1+\nu} \frac{1}{\sin 2\eta \sin \psi_0} \cdot x_1 \quad (2.45)$$

のように σ_x を求めることができる。

第 2 章の参考文献

- 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－, 養賢堂 (2006)
- 2) 日本材料学会編, X 線応力測定法標準(2002 年版)－鉄鋼編－ (2002)
- 3) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄: 2 次元的 X 線検出器イメージングプレートを用いた全平面応力成分の単一入射 X 線応力測定, 材料, Vol.44, No.504 (1995), pp.1138-1143.
- 4) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, イメージングプレートによる二次元検出回折環像を用いた X 線三軸応力解析, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.590 (1995), pp.2288-2295.
- 5) 田中啓介, 2 次元検出器を用いた $\cos\alpha$ 法による X 線応力測定 その 1 測定の基礎, 材料, Vol.66, No.7 (2017), pp.470-478.
- 6) 田中啓介, 2 次元検出器を用いた $\cos\alpha$ 法による X 線応力測定 その 2 測定の実際と応用, 材料, Vol.66, No.7 (2017), pp.479-487.
- 7) K. Tanaka, X-ray measurement of triaxial residual stress on machined surfaces by the $\cos\alpha$ method using a two-dimensional detector, Journal of Applied Crystallography, Vol.51 (2018), pp.1329-1338.
- 8) T. Miyazaki and T. Sasaki, X-ray stress measurement with two-dimensional detector based on Fourier analysis, International Journal of Material Research, Vol.105, No.9 (2014), pp.922-927.
- 9) T. Miyazaki and T. Sasaki, X-ray stress measurement from an imperfect Debye-Scherrer ring, International Journal of Material Research, Vol.106, No.3 (2015), pp.237-241.

第3章 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の測定精度の比較

3.1 緒言

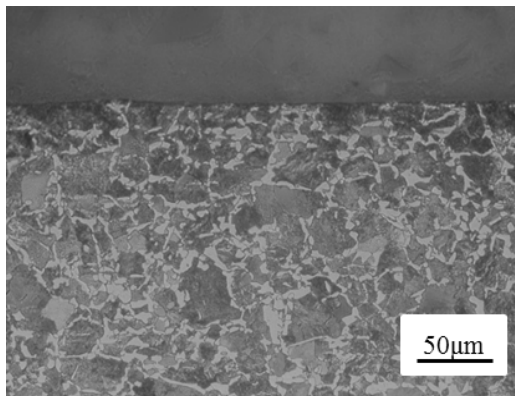
2次元検出器方式によるX線応力測定法である $\cos\alpha$ 法は、最初、平らによって提案された¹⁾。その後、吉岡らによるイメージングプレートの適用²⁾、佐々木らによる理論の拡張³⁾、⁴⁾を経て基礎的な検討が進められた。一方、Miyazakiらは $\cos\alpha$ 法のフーリエ級数による記述を提案している⁵⁾。 $\cos\alpha$ 法をフーリエ級数により記述することで、従来と異なる観点からの材料評価や、デバイリングが不完全な場合でも応力測定が可能となることが期待される。Miyazakiらは、炭素量約0.70%の焼入れ焼き戻し組織を有するSK65で、フーリエ解析法によるX線応力測定を検証しているが⁵⁾、本章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 $\cos\alpha$ 法を用いて四点曲げ負荷試験時のX線応力測定を行い両方法の測定精度を比較することで、フーリエ解析法の有効性を検証した。

3.2 実験

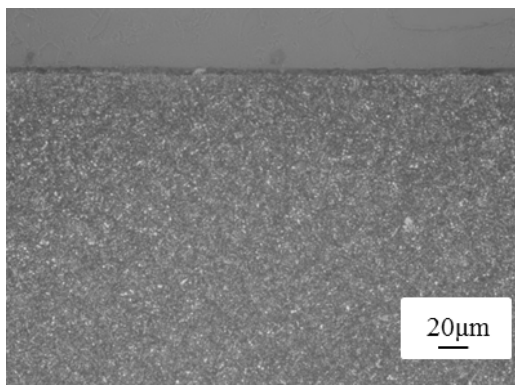
3.2.1 試験片

本研究で用いた試験片は、形状が130 mm × 20 mm × 3 mmの市販の機械構造用炭素鋼(S45C)の受入材である。試験片表面中央の10 mm × 10 mmの領域には、加工変質層の影響を取り除くため約150 μm電解研磨を施し、その領域内でX線測定を行った。なお、無負荷時での残留応力値は0 MPaであった。試験片断面の顕微鏡組織写真を図3.1(a)に示す。また、比較のため、図3.1(b)にMiyazakiらの実験で用いられたSK65の顕微鏡組織写真⁵⁾を示す。両者の結晶粒径を比較すると、S45Cの平均結晶粒径が約30 μmであるのに対し、SK65の平均結晶粒径は10 μm以下であり、S45Cの結晶粒径がSK65に比べ約3倍大きいことがわかる。表3.1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。



(a) S45C



(b) SK65⁵⁾

図 3.1 試験片の顕微鏡組織写真

表 3.1 試験片の化学成分 (wt%)

	C	Si	Mn	P	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

3.2.2 X線応力測定条件

フーリエ解析法の有効性を確認するため、フーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法で四点曲げ試験を実

施し，両者の結果を比較した．図 3.2 に四点曲げ試験の概要を示す．まず，四点曲げ治具により段階的に負荷を行い，各負荷での応力を X 線回折（フーリエ解析法および $\cos\alpha$ 法）により測定した．さらに，X 線照射面の裏面にひずみゲージを貼り付け，各負荷でのひずみ値を測定し，得られたひずみ値に機械的弾性定数 205 GPa を乗じることで負荷応力に換算した．四点曲げ試験では試験片の表面と裏面に絶対値の等しい曲げ応力が作用するため，ひずみゲージから換算される負荷応力と X 線測定で得られる応力を比較することができる．このような方法は，X 線応力測定法の検証用として従来より標準的に行われている．

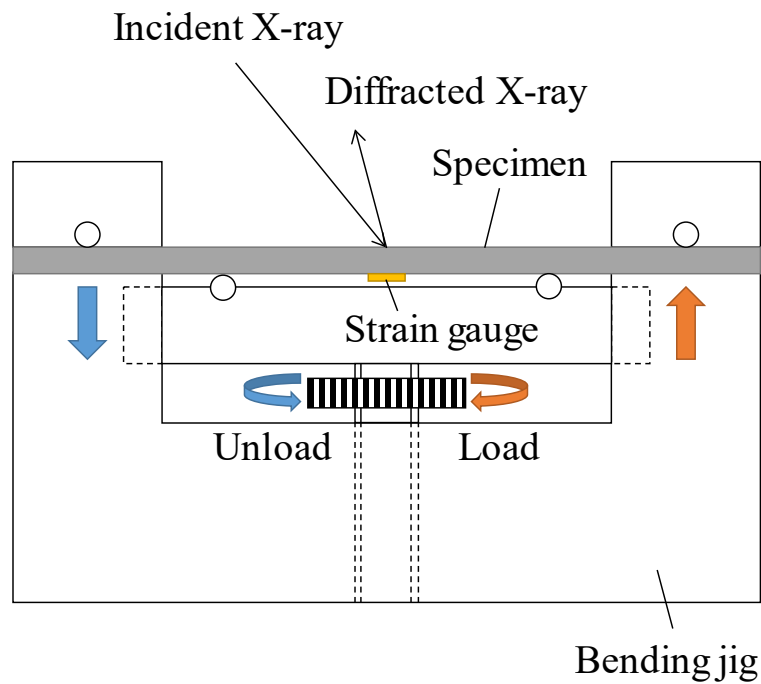


図 3.2 四点曲げ試験の模式図

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． $\sin^2\psi$ 法の X 線測定装置には，図 3.3 に示すりガク社製 MSF-2M を用いた．

X 線の弾性定数の決定に使用した X 線応力測定条件を表 3.2 に示す.



図 3.3 $\sin^2\psi$ 法の X 線応力測定装置 MSF-2M (リガク社)

表 3.2 $\sin^2\psi$ 法の X 線応力測定条件

Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction plane [hkl]	211
Tube voltage [kV]	30
Tube current [mA]	6
Diameter of X-ray irradiation area [mm]	2 \times 6

測定により得られた各負荷応力での 2θ - $\sin^2\psi$ 線図を図 3.4 に示す.

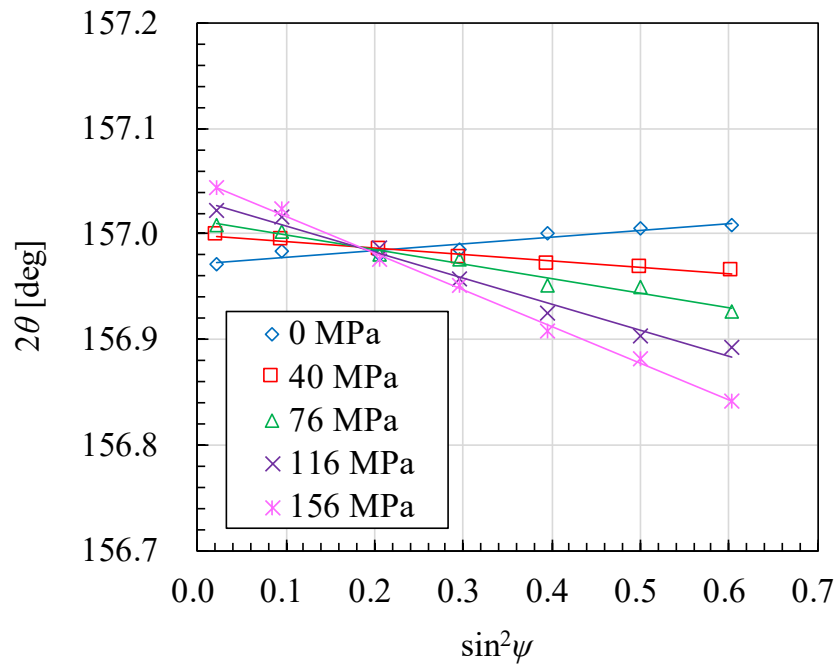


図 3.4 $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図

X 線的弾性定数は、 $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図の傾き M の負荷応力 に対する変化率より次式で求められる。

$$\frac{1+\nu}{E} = -\frac{1}{2} \cot \theta_0 \left(\frac{\partial M}{\partial \sigma_A} \right) \frac{\pi}{180} \quad (3.1)$$

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、

$$\frac{1+\nu}{E} = 238 \text{ (GPa)} \quad (3.2)$$

であった。また、無負荷時の回折角 $2\theta_0$ は、

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

(3.3)

であった。本研究では、上記の X 線の弾性定数および 2θ をフーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法の測定で用いた。本研究で用いたフーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法の X 線応力測定条件を表 3.3 に示す。X 線測定には、図 3.5 に示す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。

表 3.3 フーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法の X 線応力測定条件

Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction plane [hkl]	211
Tube voltage [kV]	20
Tube current [mA]	1
X-ray incident angle, ψ_0 [deg]	35
X-ray diffraction angle, $2\theta_0$ [deg]	157.0
X-ray elastic constant, $E/(1+\nu)$ [GPa]	238
Inner diameter of collimator [mm]	1
Diameter of X-ray irradiation area [mm]	2
X-ray irradiation time [s]	30



図 3.5 $\cos\alpha$ 法の X 線測定装置 μ -X360(パルステック社)

3.3 実験結果および考察

図 3.6 に、測定により得られたデバイリング画像を示す。図 3.7 に、デバイリング上の 4 種類の中心角 ($\alpha=0^\circ, 90^\circ, 180^\circ, 270^\circ$) に対する X 線回折プロファイルを示す。また、図 3.8 に測定により得られた a_1 - $\cos\alpha$ 線図を示す。いずれの図も、一例として、負荷応力 78MPa における測定結果を示している。これらより、均一なデバイリングが得られており、また、 $\cos\alpha$ 線図も線形であることがわかる。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。X 線測定により得られるひずみ ε_α からの $\cos\alpha$ 法による応力決定は第 2 章で述べた通りである。すなわち、無応力状態の時、デバイリングは真円になる。ひずみ 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。

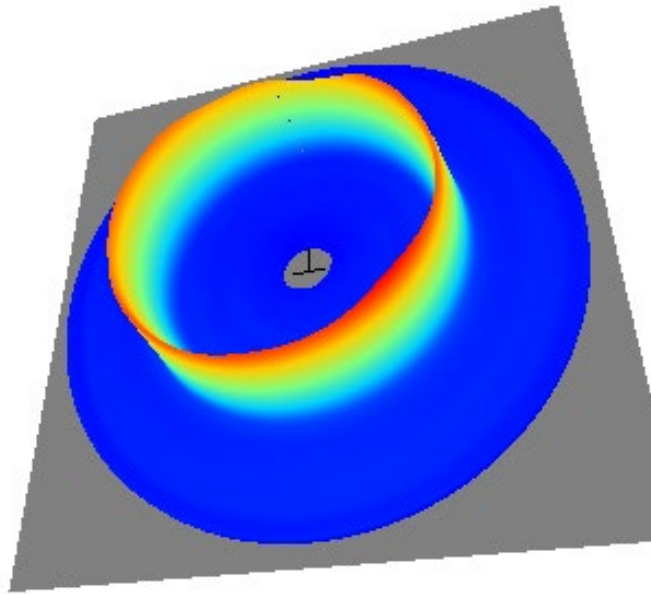


図 3.6 測定されたデバイリング ($\sigma_A=78\text{MPa}$)

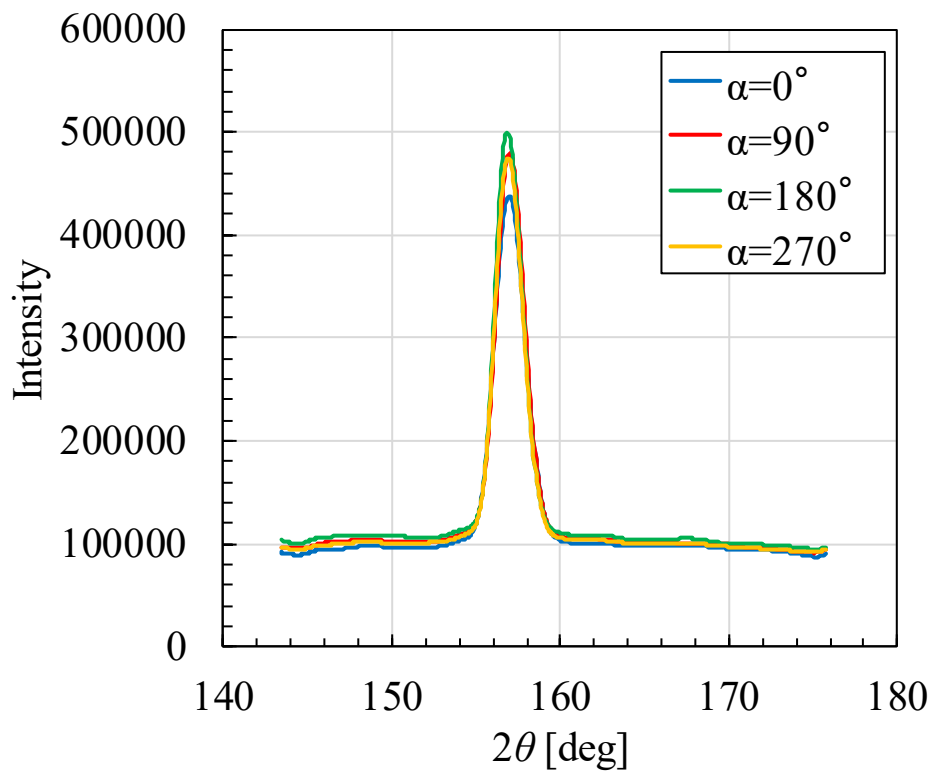


図 3.7 X線回折プロファイル ($\sigma_A=78\text{MPa}$)

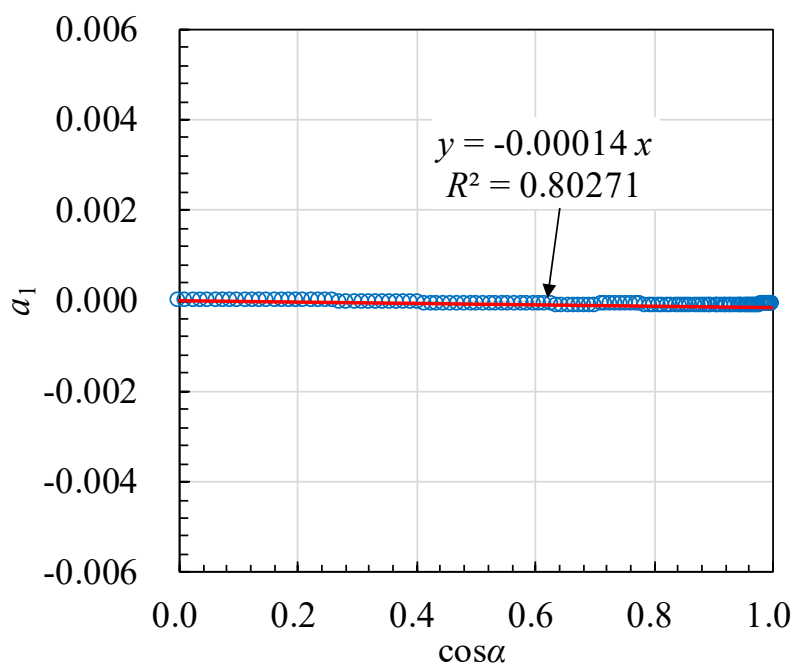
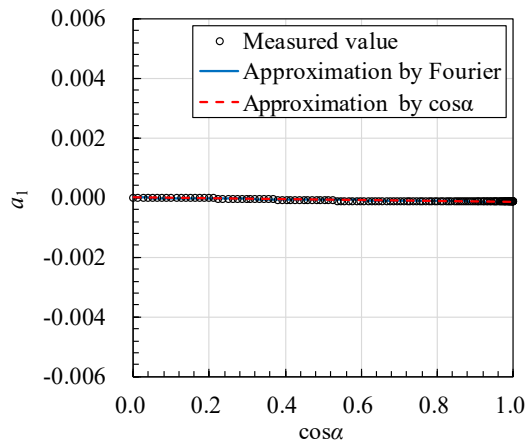


図 3.8 a_1 - $\cos\alpha$ 線図 ($\sigma_A=78\text{MPa}$)

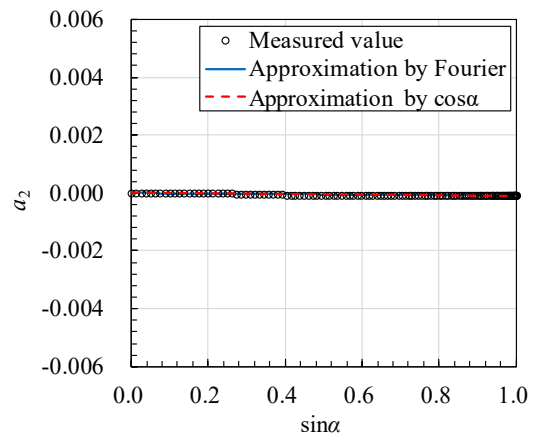
表 3.4 に図 3.6 のデバイリングから求められたひずみ ε_α を、高速フーリエ変換 (FFT) し
て得られた式 (2.49) の係数を示す。また、図 3.9 に、負荷応力 78 MPa における $\cos\alpha$ 法お
よびフーリエ解析法より得られた a_1 - $\cos\alpha$ 線図、 a_2 - $\sin\alpha$ 線図、 E_1 - $\cos^2\alpha$ 線図および E_2 - $\sin 2\alpha$ 線
図を示す。同図より、 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の近似直線がほぼ一致していることがわかる。
そのため、 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の測定精度は同程度であると言える。

表3.4 フーリエ係数 ($\sigma_A=78\text{ MPa}$)

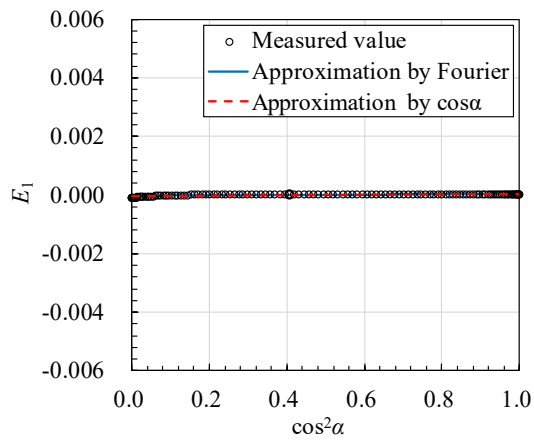
k	Coefficient of cos		Coefficient of sin	
	0	A_0	4.336×10^{-6}	
1	A_1	-6.910×10^{-5}	B_1	-4.633×10^{-5}
2	A_2	1.734×10^{-5}	B_2	-2.788×10^{-5}



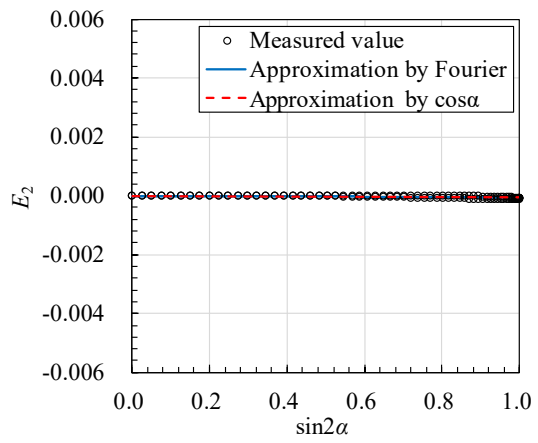
(a) a_1 - $\cos\alpha$ 線図



(b) a_2 - $\sin\alpha$ 線図



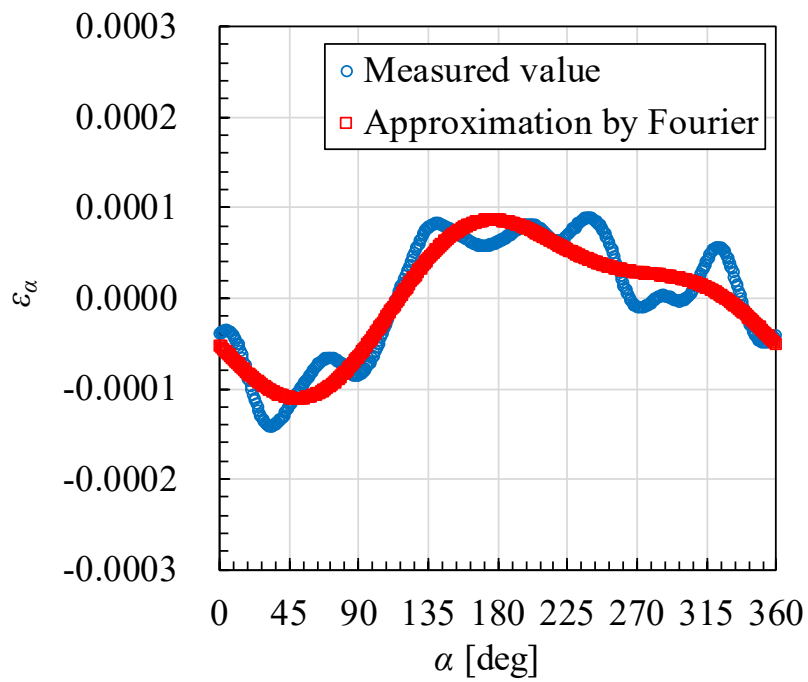
(c) E_1 - $\cos^2\alpha$ 線図



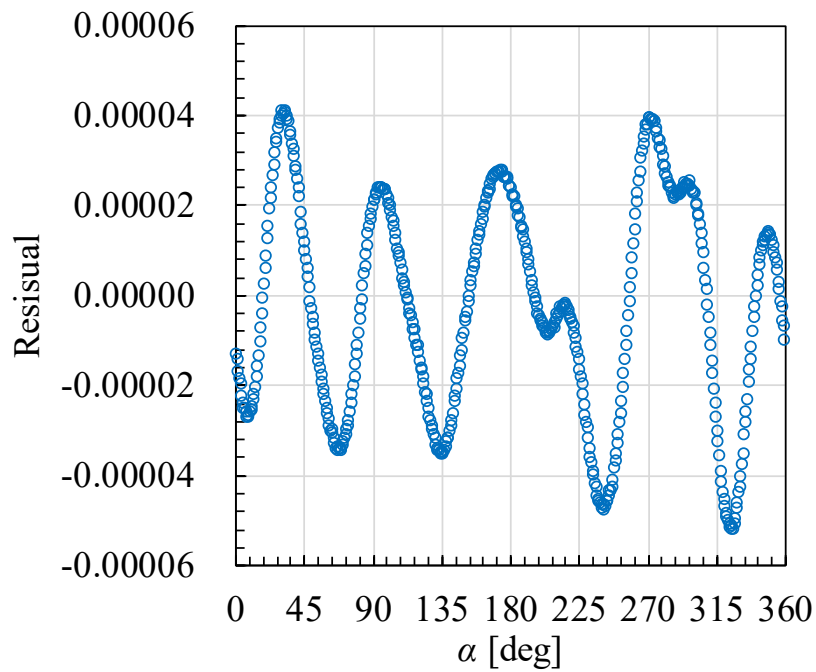
(d) E_2 - $\sin 2\alpha$ 線図

図 3.9 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の各種線図の比較 ($\sigma_A=78$ MPa)

図 3.10 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。同図の (a) は ε_{α} の測定値と近似値の比較であり、(b) は ε_{α} の測定値と近似値の差である。なお、 ε_{α} のフーリエ級数展開による近似には、表 3.4 に示したフーリエ係数を用いた。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は概ね同様の傾向を示した。しかし、測定値と近似値の差は、Miyazaki らによる実験と比べ、やや大きな結果となった。Miyazaki らによる実験では測定された ε_{α} と ε_{α} のフーリエ級数展開による近似値の差が小さく、両者はほぼ完全に一致している。3.2.1 項で述べたように、本研究で用いた S45C の平均結晶粒径は、Miyazaki らによる実験で用いられた SK65 の平均結晶粒径よりも約 3 倍大きい。一方、本実験での X 線照射面積は約 3 mm² 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_{α} と ε_{α} 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。



(a) ε_α の測定値と近似値の比較



(b) ε_α の測定値と近似値の差

図3.10 フーリエ解析法による ε_α の近似 ($\sigma_A=78$ MPa)

図 3.11 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 205 GPa 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 $\cos\alpha$ 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 Miyazaki 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 $\cos\alpha$ 法と同程度であることが判明した。

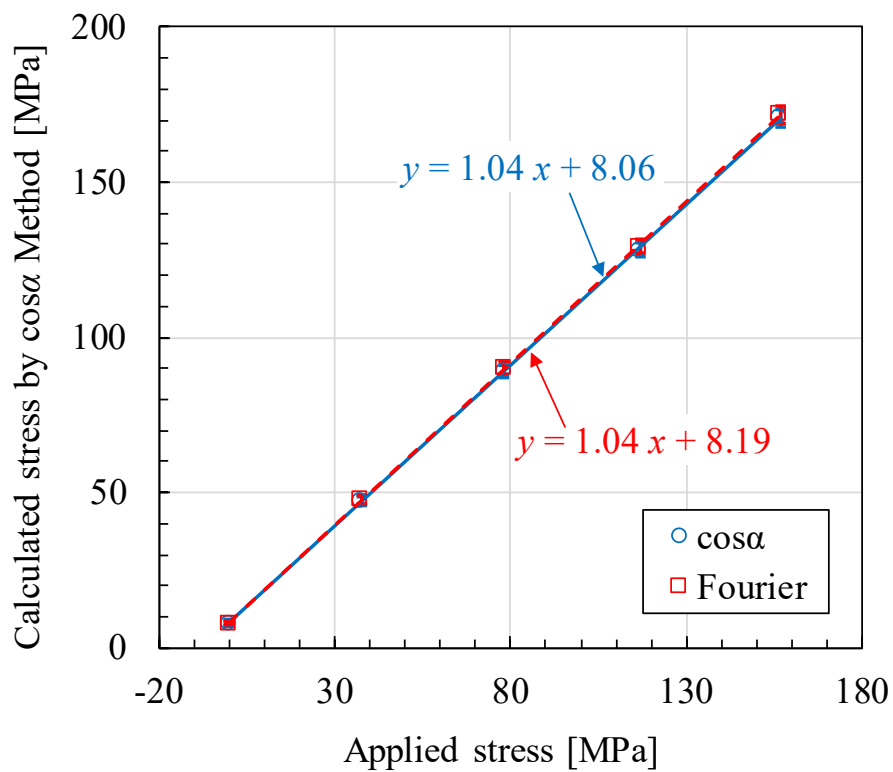


図 3.11 四点曲げ試験結果

3.4 結言

機械構造用炭素鋼（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 $\cos\alpha$ 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) 測定装置のコリメータ径 $\phi 1\text{mm}$ に対して試験片の結晶粒径 $30\mu\text{m}$ 以下の場合、均一なデバイリングが得られ、 $a_1\text{-}\cos\alpha$ 線図も線形であり、十分な測定精度で応力測定が行える。
- (2) 測定された ε_α とフーリエ級数展開による近似値は同様の傾向を示した。
- (3) フーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法の四点曲げ試験の結果は傾きで 100%、切片で 98%一致した。
- (4) フーリエ解析法の測定精度は $\cos\alpha$ 法と実用上同程度である。

第3章の参考文献

- 1) 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, Vol.27, No.294 (1978), pp.251-256.
- 2) 吉岡靖夫, 大谷真一, 新開毅, イメージングプレートの細束 X 線解析への適用, 非破壊検査, Vol. 39, No.8 (1990), pp.666-671.
- 3) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄: 2 次元的 X 線検出器イメージングプレートを用いた全平面応力成分の単一入射 X 線応力測定, 材料, Vol.44, No.504 (1995), pp.1138-1143.
- 4) 佐々木敏彦, 広瀬幸雄, イメージングプレートによる二次元検出回折環像を用いた X 線三軸応力解析, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.61, No.590 (1995), pp.2288-2295.
- 5) T. Miyazaki and T. Sasaki, X-ray stress measurement with two-dimensional detector based on Fourier analysis, International Journal of Material Research, Vol.105, No.9 (2014), pp.922-927.

第 4 章 $\cos\alpha$ 法による粗大結晶粒材料の X 線応力測定精度向上に 関する検討

4.1 緒言

第 3 章では、結晶粒径 $30\mu\text{m}$ 程度の機械構造用炭素鋼 S45C に対して $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法を適用した。その結果、結晶粒径 $30\mu\text{m}$ 以下の場合には X 線照射面積に対して結晶粒径が十分に微細なため、均一なデバイリングが得られ、 $a_1\text{-}\cos\alpha$ 線図も線形となり、十分な測定精度で応力測定が行えることが判明した。

X 線応力測定法は均質等方多結晶体を仮定した測定理論であるため、第 3 章のように結晶粒径が十分微細であれば十分な測定精度が得られる。一方、均質等方多結晶体の仮定が成り立たない粗大粒の場合は、測定が困難な場合がある。X 線応力測定法の新しい技術の一つである $\cos\alpha$ 法では、光学系にピンホールコリメータを使用しビーム径が $\phi 1\text{mm}$ 前後の入射 X 線を用いるため、平行ビーム光学系を用いる場合の $\sin^2\psi$ 法に比べて X 線の照射面積が小さく、測定される回折環が斑点状 (spotty) になり易い傾向もあり、測定精度が低下することがある。このような場合に対しては、既に照射面積を拡大する方法 (試料平面揺動法)¹⁾、X 線入射角度を変動させる方法 (角度揺動法)²⁾、隣接する複数の測定点のデータを平均化する方法 (In-plane averaging)³⁾などが提案されている。しかし、これらの方法には位置分解能の低下、装置の複雑化、測定時間の増加などの問題も存在している。

本章では、結晶粒径 $50\mu\text{m}$ と比較的粗大な結晶粒を持つオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 に対し、試料平面揺動法と In-plane averaging による $\cos\alpha$ 法を適用し、四点曲げ試験により測定精度の検証を行った。また、X 線測定で得られるデバイリング全周の回折 X 線強度分布のパターンに着目し、四点曲げ負荷時の回折 X 線強度分布と無負荷時の回折 X 線強度分布のパターンの差異が小さくなるよう調整することで粗大結晶粒材料の測定精度を向上する方法 (回折環強度分布調整法) を提案し、その有効性について検討した。

4.2 実験

4.2.1 試験片

SUS304 に対する $\cos\alpha$ 法の有効性を確認するため、3 章と同様に四点曲げ試験を実施した。試験片は受け入れままの状態であり、 $140\text{ mm} \times 20\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ の短冊形状に切り出して使用した。加工の影響を除去するため、試験片中央部表面の $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ の範囲に深さ約 $150\text{ }\mu\text{m}$ の電解研磨を施し、その領域内で X 線応力測定を実施した。X 線照射面の裏面にはひずみゲージを貼付け、得られたひずみ値に機械的弾性定数 193 GPa を乗じることで負荷応力に換算した。

図 4.1 に、本研究の試験片と同材の顕微鏡組織写真を示す。同図より、平均結晶粒径が $50\text{ }\mu\text{m}$ 程度であることがわかる。図 4.2 に、試験片を X 線測定して得られたデバイリングを示す。回折 X 線の強度分布の変動が激しく spotty なデバイリングが得られていることがわかる。このような spotty なデバイリングは、粗大結晶粒材料を測定する場合や、X 線照射領域が小さい場合に見られる特徴である。X 線応力測定法標準⁴⁾では、 $14\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ の X 線照射領域に対して $30\text{ }\mu\text{m}$ 以上の結晶粒径において粗大結晶粒の影響により測定精度が悪化するとされており、本測定 (X 線照射領域は約 3 mm^2) ではその影響が懸念される。粗大結晶粒の影響を低減する方法については後述する。

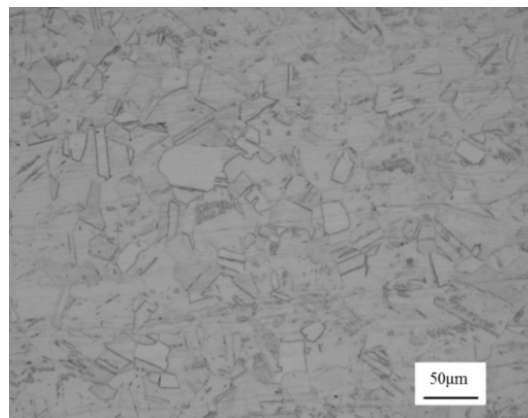


図 4.1 顕微鏡組織写真

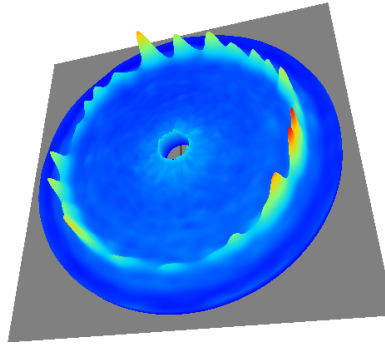


図 4.2 試験片から得られたデバイリング

4.2.2 測定条件

表 4.1 に、主な X 線応力測定条件を示す。X 線源として Cr 管球および Mn 管球を使用し、標準条件である Cr-K β 特性 X 線の 311 回折および Mn-K α 特性 X 線の 311 回折を利用して応力測定を行った。オーステナイト系ステンレス鋼の場合、材料の履歴によっては加工誘起マルテンサイト変態⁹⁾が生じ、オーステナイトとマルテンサイトの二相混合状態になっている場合がある。マルテンサイト相は Cr-K α 特性 X 線 (211 回折, $2\theta=156.4^\circ$) によって X 線回折が得られるため、Cr 管球によるオーステナイト系ステンレス鋼の X 線測定では、K α 線によりマルテンサイト相から得られるデバイリングと K β 線によりオーステナイト相から得られるデバイリングが同時に得られる場合がある。また、X 線回折を利用したひずみ測定では、回折角 2θ が 180° に近いほどひずみの検出感度が高くなる。したがって、Mn-K α 特性 X 線を利用する方が、Cr-K β 特性 X 線を利用するよりも精度よく応力を測定できることが期待される。本章では、Cr-K β 特性 X 線と Mn-K α 特性 X 線の測定結果についても比較した。X 線応力測定装置には、パルステック工業社製 μ -X360 を用いた。

表 4.1 X 線応力測定条件

Characteristic X-ray	Cr-K β	Mn-K α
Diffraction plane [hkl]	311	311
Tube voltage [kV]	20	30
Tube current [mA]	1	0.33
X-ray incident angle, ψ_0 [deg]	35	35
X-ray diffraction angle, 2θ [deg]	148.5	152.3
X-ray elastic constant, E_{hkl} [GPa]	193	193
X-ray elastic constant, ν_{hkl}	0.3	0.3
Inner diameter of collimator [mm]	1	1
Diameter of X-ray irradiation area [mm]	2	2
X-ray irradiation time [s]	60	60

4.2.3 測定精度の改善

Miyazaki ら³⁾や嘉村ら⁶⁾は, spotty なデバイリングが得られる場合の $\cos\alpha$ 法の適用方法について, In-plane averaging により測定精度の改善が図られることを報告した. In-plane averaging とは, 隣接する複数の測定点に対する測定結果を平均化することで, 測定精度を確保する手法である. これに対し, 佐々木らは試料平面揺動法¹¹⁾により測定精度の改善を図っている. これは, $\cos\alpha$ 法が単一 X 線入射で応力測定可能という特性を活かし, X 線照射中に試料または装置を平行に往復移動させることで X 線照射領域を拡大し, 回折に寄与する結晶数を増加させる手法である. 本研究では, 四点曲げ治具を X-Y ステージ上に取り付け, 自動マッピング測定および平面揺動測定を可能にし, In-plane averaging と試料平面揺動法が SUS304 にも有効であるか確認した. 図 4.3 に In-plane averaging と試料平面揺動法の測定領域を示す. 電解研磨した面内の 6 mm \times 6 mm の領域を, In-plan averaging では 2 mm 間隔で基盤の目状に合計 9 点測定し, 試料平面揺動法では 1 回の X 線照射中 (X 線照射時間 60 s) に試料を X 線装置に対して平行移動させながら一度に X 線測定し, 1 個のデバイリングを得て応力解析を行った.

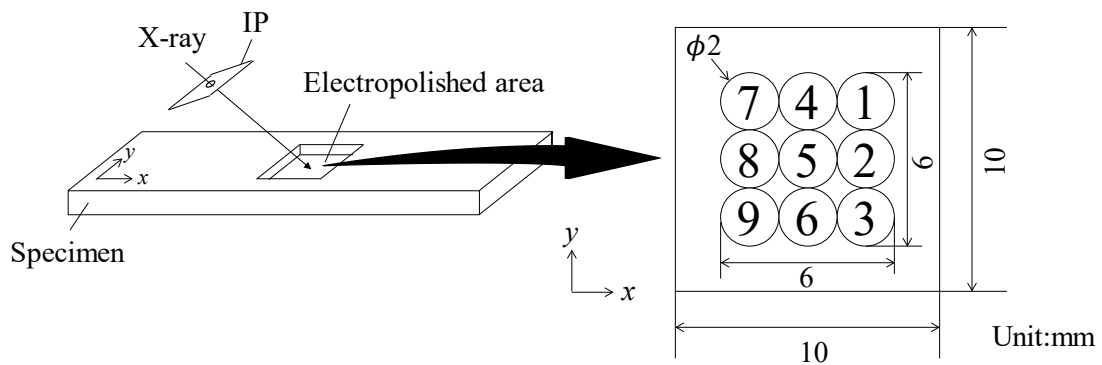


図 4.3 In-plane averaging の測定点と試料平面揺動法の測定範囲

4.3 Cr-K β 線による実験

4.3.1 実験結果

図 4.4 に四点曲げ試験結果を示す。横軸はひずみゲージから得られたひずみ値に機械的弾性定数を乗じて得られた負荷応力 (σ_A)、縦軸は X 線測定データから $\cos\alpha$ 法の理論に従って算出された応力 (=算出応力 σ_x) であり、同図中には In-plane averaging と試料平面揺動法の結果をそれぞれ●、■のプロットで示した。なお、▲については後述する。その結果、負荷応力と算出応力の傾きは、In-plane averaging では 1.27、試料平面揺動法では 0.95 であった。試料平面揺動法では傾き 1 に近い関係が得られたが、In-plane averaging では傾き 1 の関係からやや外れる結果となった。

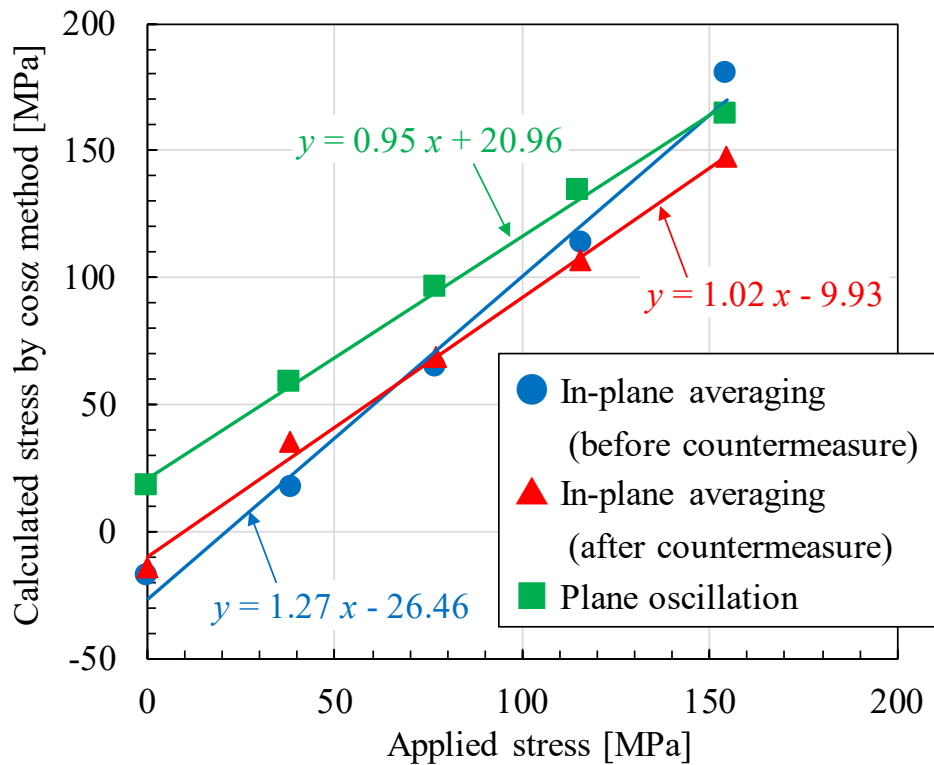
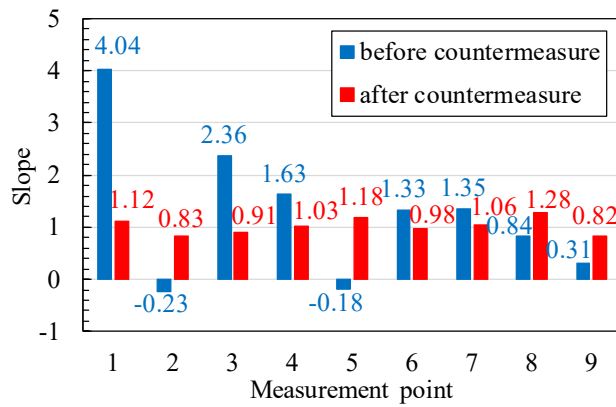
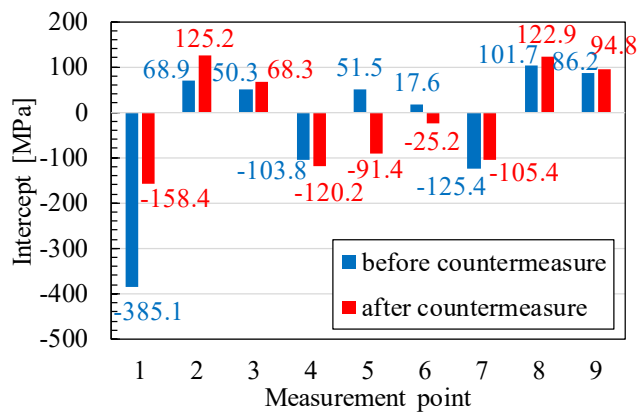


図 4.4 四点曲げ試験結果

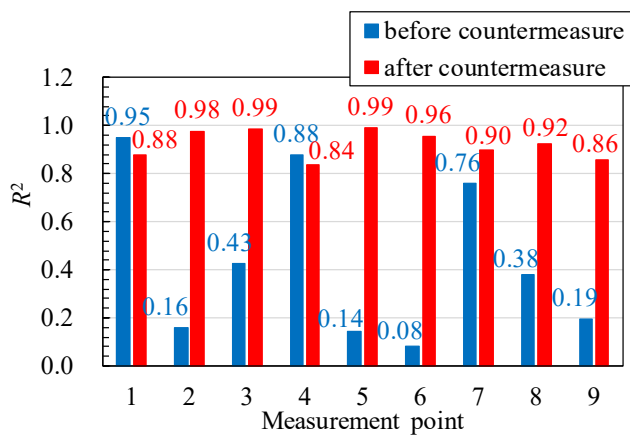
図 4.5 に、In-plane averaging の各測定点から得られた図 4.4 と同様な関係に対する傾き，切片および R^2 値をそれぞれ青棒で示す．同図中の赤棒については後述する．その結果，測定を行った 9 点のいずれの測定点も傾き 1 の関係から大きく外れている結果となった．特に，図 4.5(a)に示すように測定点 1 では傾き 4 を超える大きな値を示し，また，測定点 2 や測定点 5 では引張応力を負荷したにも関わらず負荷応力と算出応力の傾きが負（圧縮）の値を示した．また，後者の 2 点では， R^2 値も低い値となった．なお，切片の値の変動もやや大きく， $-385 \sim 102$ MPa の範囲を示した．



(a) 傾き



(b) 切片

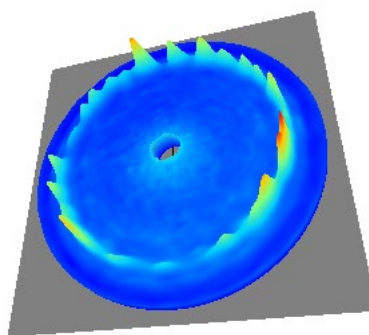


(c) R^2

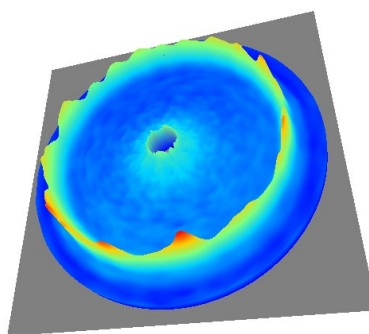
図 4.5 In-plane averaging の各測定点の四点曲げ試験結果

図 4.6 および図 4.7 に、本測定により得られたデバイリングおよび式 (2.24) の $a_1\text{-cos}\alpha$ 線図の一例を示す. In-plane averaging では、各測定点の X 線照射領域が結晶粒径に対して小さいため、spotty なデバイリングと非線形な $a_1\text{-cos}\alpha$ 線図が得られたことがわかる. 一方、試料平面揺動法では、X 線照射領域が 1 点のみの測定よりも大きくなるため、完全に均一までではないものの、デバイリングの spotty さの低減が見られており、 $a_1\text{-cos}\alpha$ 線図の線形性も改善している.

以上より、Miyazaki らによる In-plane averaging の効果はフェライト系鉄鋼材料に対しては有効であったが、本研究の SUS304 では必ずしも十分とは言えないことが確認された. 次章では、その原因と対策について検討する.

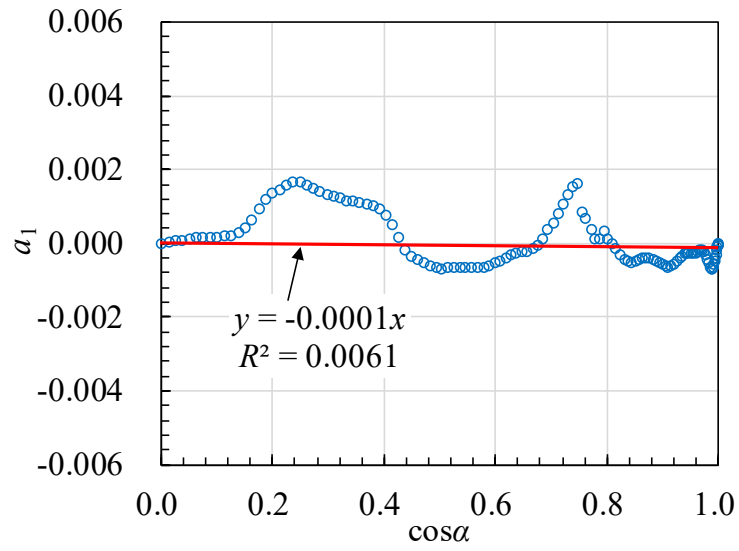


(a) In-plane averaging (測定点 5)

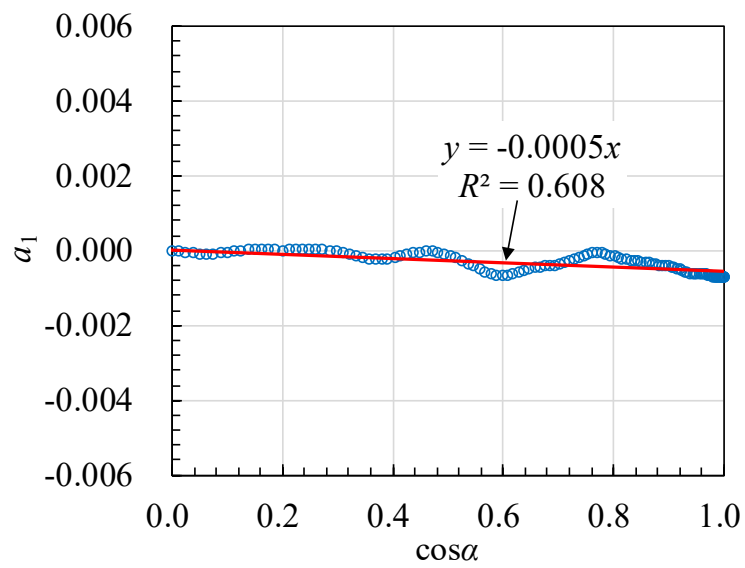


(b) 試料平面揺動法

図 4.6 測定されたデバイリング



(a) In-plane averaging (測定点 5)

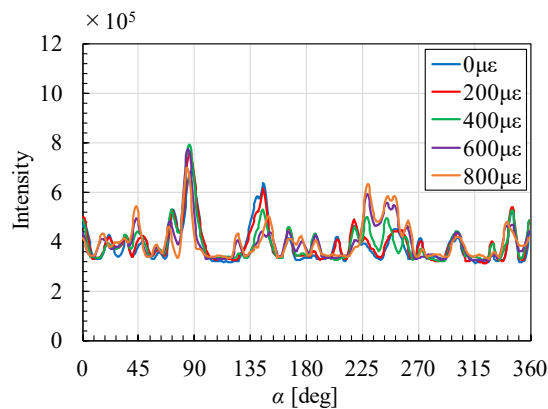


(b) 試料平面揺動法

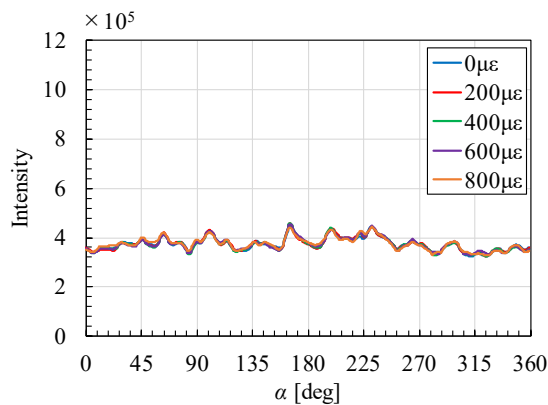
図 4.7 測定された a_1 - $\cos\alpha$ 線図

4.3.2 考察

まず、In-plane averaging によっても負荷応力と算出応力の傾きが 1.27 となり、1 に近い値を示さなかった原因について考える。図 4.8 に、四点曲げ負荷レベルごとのデバイリング全周の回折 X 線の強度分布を、横軸にデバイリングの中心角 α をとってそれぞれ重ねて図示する。図 4.8(a) は、In-plane averaging の一例として、測定点 5 における結果を示し、図 4.8(b) は、試料平面揺動法の結果を示している。図 4.8(a) ではグラフの変動が大きく、図 4.6(a) の spotty なデバイリングと相関していることがわかる。



(a) In-plane averaging



(b) 試料平面揺動法

図 4.8 負荷レベルごとのデバイリング全周の強度分布

また、図 4.9 は、各負荷レベル間における回折強度の不一致度について、パラメータ $S_{\mu\epsilon}$ を用いて表したものである。ここで、 $S_{\mu\epsilon}$ は、負荷ひずみを与えた時の回折 X 線の強度から無負荷時の回折 X 線の強度を引いた値の絶対値をデバイリング全周分積算した値とし、式 (4.1) により定義した。

$$S_{\mu\epsilon} = \sum_{i=1}^n |I_{\alpha i(\mu\epsilon)} - I_{\alpha i(0\mu\epsilon)}| \quad (4.1)$$

ここで、 $I_{\alpha i(\mu\epsilon)}$ は負荷ひずみを与えた時の中心角 α 上の回折 X 線の強度、 $I_{\alpha i(0\mu\epsilon)}$ は無負荷時の中心角 α 上の回折 X 線の強度である。なお、 n はデバイリングの分割数であり、本研究ではデバイリングを 500 分割している ($n=500$)。

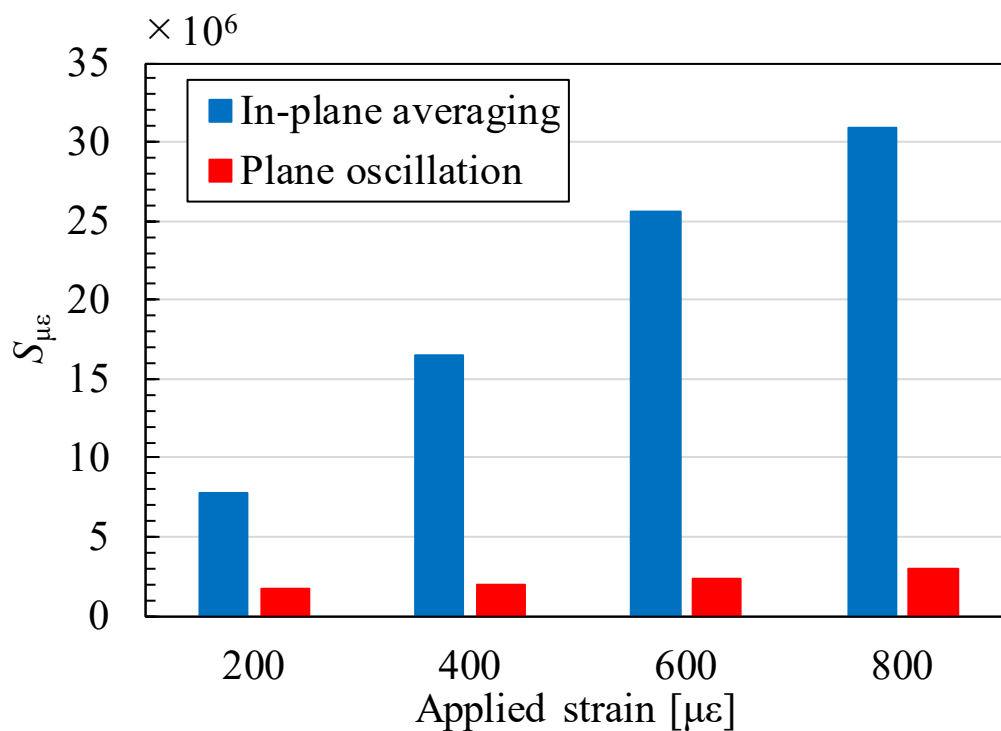


図 4.9 In-plane averaging と試料平面揺動法の $S_{\mu\epsilon}$ の比較

図 4.8 および図 4.9 より、試料平面揺動法では各負荷レベルにおいて回折 X 線強度分布のパターンが概ね一致しているが、In-plane averaging の測定結果では不一致が見られる。各負荷レベルで同じ測定点の位置を測定している場合は、デバイリング全周の回折 X 線強度分布のパターンの差異は少ないと考えられるので、In-plane averaging では四点曲げ負荷による試験片のたわみの影響等により X 線照射位置のずれが生じたと考えられる。cos α 法は、無ひずみの標準試料（通常は焼きなましした粉末）のデバイリングに対する入射 X 線の中心位置を基準として、残留応力を有するサンプルに対するデバイリングの半径の変化からひずみを算出し、cos α 法に基づいて応力を決定する方法である。また、式 (3) に示したように、応力の算出にはデバイリング上の 4 方向のひずみを組み合わせて利用する。したがって、デバイリングが均一な場合はデバイリング全周のひずみを有効に使用して応力を算出できるが、図 4.6(a)のようにデバイリングが spotty な場合は、測定位置ごとに中心角 α の方向の回折強度の変動が大きいため、ひずみや式 (3) のパラメータ α_1 の決定精度が低下する部分が出現するものと考えられる。測定面の結晶粒が十分に微細で X 線照射領域内に回折に寄与する結晶数が一定以上に確保できる場合は、測定位置がずれても回折 X 線強度の変動は小さく応力値への影響は少ないが、本研究の場合のように、結晶粒が比較的粗大な場合は測定位置の僅かなずれが応力値へ大きな影響を及ぼし、In-plane averaging では十分な測定精度が得られなかったと考えられる。一方、試料平面揺動法では、X 線照射領域を広げることで回折に寄与する結晶が十分確保できるため、デバイリングの spotty の程度が軽減し、測定位置ずれの影響を微細結晶粒材料の場合と同様に受け難くなったと考えられる。

次に、測定位置ずれにより測定値がどの程度変動するか確認するため、四点曲げ試験に用いたものと同様の試験片について、図 4.3 中の測定点 8 から測定点 2 の間を 0.2 mm 間隔で cos α 法により X 線測定した。その結果を図 4.10 に●でプロットして示す。同図中には、前述の In-plane averaging による測定結果も○でプロットした。その結果、測定位置を 0.2 mm ずつずらしていくことで、-260~60 MPa の範囲で応力値が大きく変動することが判明した。

また、隣り合う測定点において引張応力から圧縮応力に大きく変化する箇所も見られた。この結果より、前述の四点曲げ試験結果（図 4.5(a)参照）で、測定点 2 と測定点 5 の負荷応力と算出応力の傾きが負になった原因は、測定点が引張応力と圧縮応力の境界上に位置したため、負荷段階で引張応力の測定点から圧縮応力の測定点に位置がずれたためである可能性が推察される。

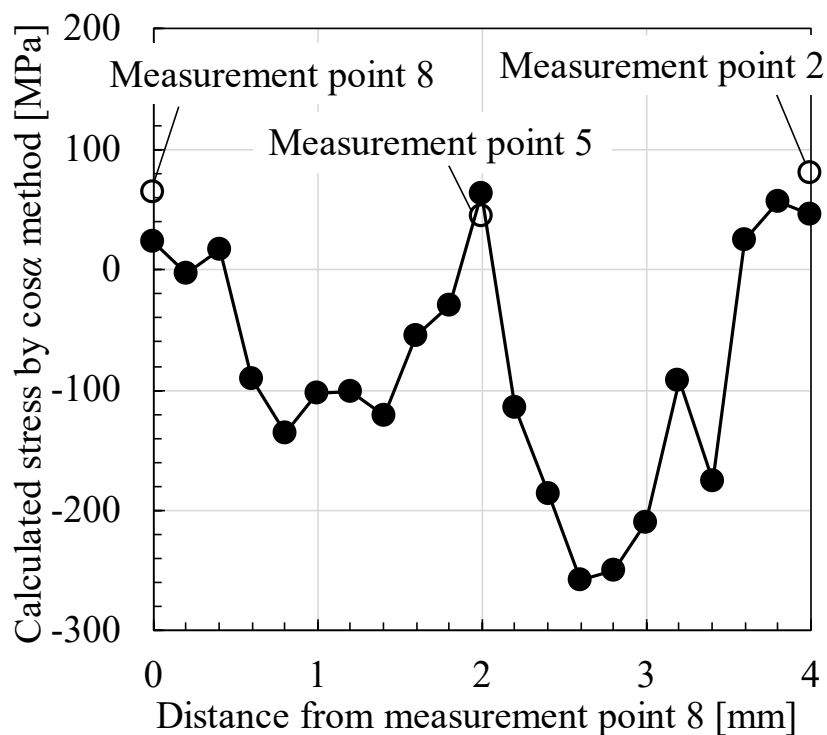
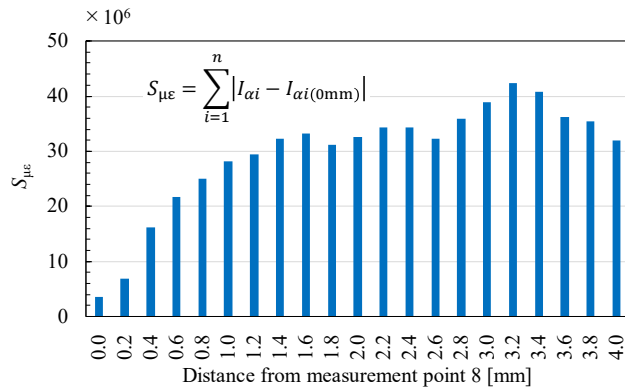
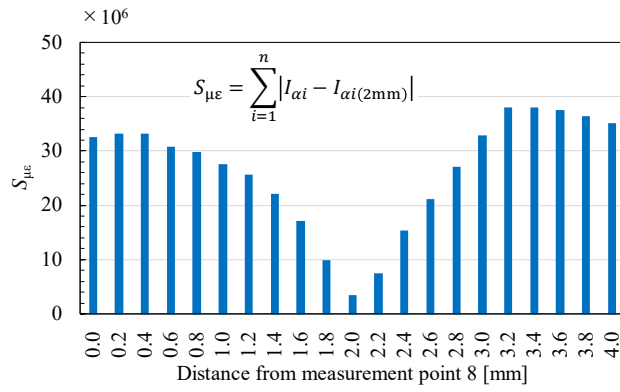


図 4.10 測定点を 0.2 mm ずつ移動させた場合の応力値の変動

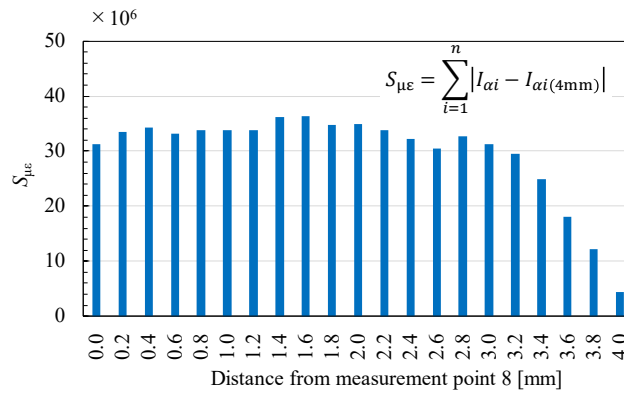
式 (4.1) の $I_{\alpha i(\mu\epsilon)}$ に図 4.10 の測定結果を用い、また、 $I_{\alpha i(0\mu\epsilon)}$ に図 4.3 の測定点 8 の結果を用いて $S_{\mu\epsilon}$ を算出した結果を図 4.11(a) に示す。同様に、図 4.3 の測定点 5, 2 の結果を、図 4.11(b), (c) にそれぞれ示す。いずれの結果も基準点から近い距離では $S_{\mu\epsilon}$ の値が低く（すなわち、デバイリングの強度パターンの差が小さく）、遠い距離では $S_{\mu\epsilon}$ の値が大きくなっており、測定位置の距離とともに回折 X 線強度分布の差異が増加する傾向があることがわかる。



(a) $I_{ai(0\mu\epsilon)}$ に測定点 8 の値を用いた場合



(b) $I_{ai(0\mu\epsilon)}$ に測定点 5 の値を用いた場合



(c) $I_{ai(0\mu\epsilon)}$ に測定点 2 の値を用いた場合

図 4.11 測定点の位置ずれによる $S_{\mu\epsilon}$ の変動

測定位置ずれの影響に対する簡易的な対策として、四点曲げ負荷でたわんだ量の影響を都度調節することで、各負荷で同一の測定点を測定できるよう試みた。この時、同一の測定点を測定できているかどうかの確認方法として、負荷レベルごとに都度式 (4.1) の $S_{\mu\epsilon}$ を算出し、本研究では $S_{\mu\epsilon} = 500000$ 以下となるように調整した。図 4.12 に、一例として測定点 5 に対してこのような調整を行った場合の結果を示す。同図では、負荷レベルごとのデバイリング全周の回折 X 線強度分布を、図 4.8 の場合と同様な表示方法により示している。その結果、図 4.8(a) と比較して各負荷に対する回折 X 線強度分布の形状が概ね一致しており、ほぼ同一の測定点を測定できていることがわかる。

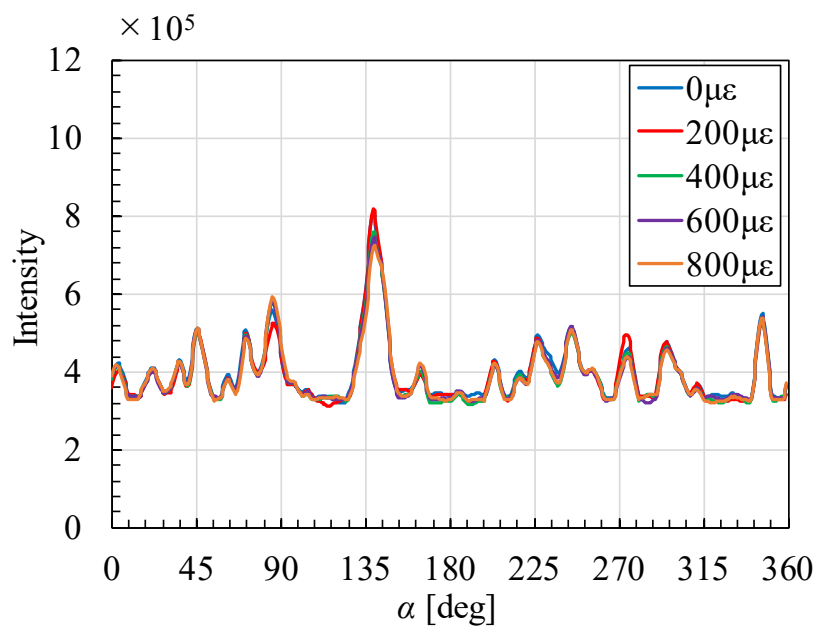


図 4.12 位置ずれ対策後のデバイリング全周の強度分布 (測定点 5)

図 4.13 に位置ずれ対策前後の $S_{\mu\epsilon}$ の比較を示す。位置ずれ対策後は $S_{\mu\epsilon}$ が大きく低減していることがわかる。また、本対策前においては、負荷レベルに伴って $S_{\mu\epsilon}$ の値が徐々に増大していることもわかる。なお、図 4.5 に示した位置ずれ対策前後の傾き、切片および R^2 値の比較より、本位置ずれ対策により、各測定点の傾きが 1 に近づき、また、 R^2 値も 1 に近づいて改善していることがわかる。

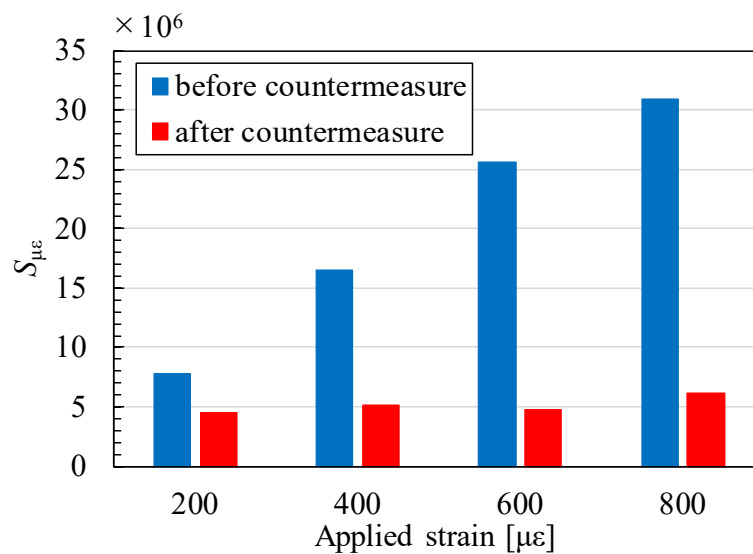


図 4.13 位置ずれ対策前後の $S_{\mu\epsilon}$ の比較

位置ずれ対策後の In-plane averaging の結果を、図 4.4 に ▲ で示した。その結果、本位置ずれ対策により In-plane averaging の応力が負荷応力に対して実用上十分な範囲で傾き 1 に近づく (=1.02) ことがわかる。すなわち、 $S_{\mu\epsilon}$ を用いる本手法は、粗大結晶粒材料の四点曲げ試験の傾きの改善に有効であり、本 In-plane averaging または試料平面揺動法を用いることにより $\cos\alpha$ 法で平均結晶粒径 50 μm 程度の市販の SUS304 の応力測定が可能であることが判明した。

なお、本 In-plane averaging と試料平面揺動法の切片については、ほぼ同一の測定範囲であるにもかかわらず約 40 MPa の差異が見られる (図 4.4 参照)。この差異については、図 4.3

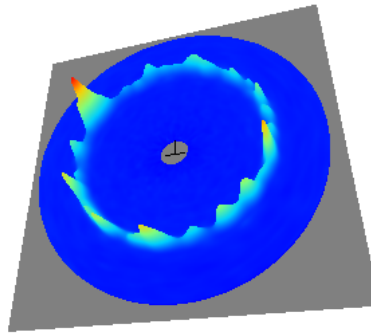
に見られるように、両者の X 線照射領域の僅かな違い（各測定点間の隙間の存在）によるものであると考えることができる。

一方、X 線回折の情報を得る領域を拡大するという意味では、In-plane averaging と試料平面揺動法は同様であるが、In-plane averaging の測定時間は測定点の数だけ増加するのに対し、試料平面揺動法の測定時間は 1 点のみの測定時間と同一であり、短時間で測定可能である特長がある。また、後者の測定では試料または X 線装置を測定面に平行に移動（揺動）する機構が必要であるのに対し、前者では不要であり通常の $\cos\alpha$ 法装置で対応可能である。

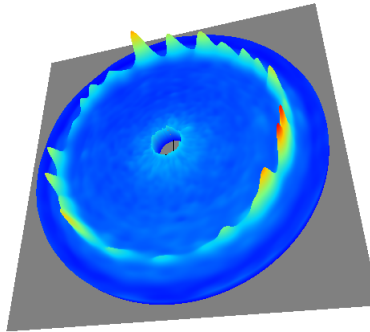
最後に、本手法の適用に対して考慮すべき点を述べる。すなわち、試料平面揺動法は、X 線照射領域を大きく取っても問題ない場合に対して有効な方法である。X 線照射領域を大きくし過ぎると残留応力の位置分解能が低下することになる点については注意が必要である。また、In-plane averaging の測定点数や試料平面揺動法の揺動範囲については、サンプルの結晶状態の影響を受けるため、測定サンプルごとに確認が必要になる。そのためのより実用的な確認方法や選択方法については、今後の課題の一つである。

4.4 Mn-K α 線による実験

4.3.2 項と同様の方法で Mn-K α 特性 X 線による実験を行った。図 4.14(a)に、Mn-K α 特性 X 線により得られた試験片のデバイリングを示す。また、図 4.14(b)には、比較のため、Cr-K β 特性 X 線により得られた試験片のデバイリングを示す。これらの図より、Mn-K α 特性 X 線で得られるデバイリングの方が、Cr-K β 特性 X 線で得られるデバイリングよりもバックグラウンドノイズが小さいことがわかる。



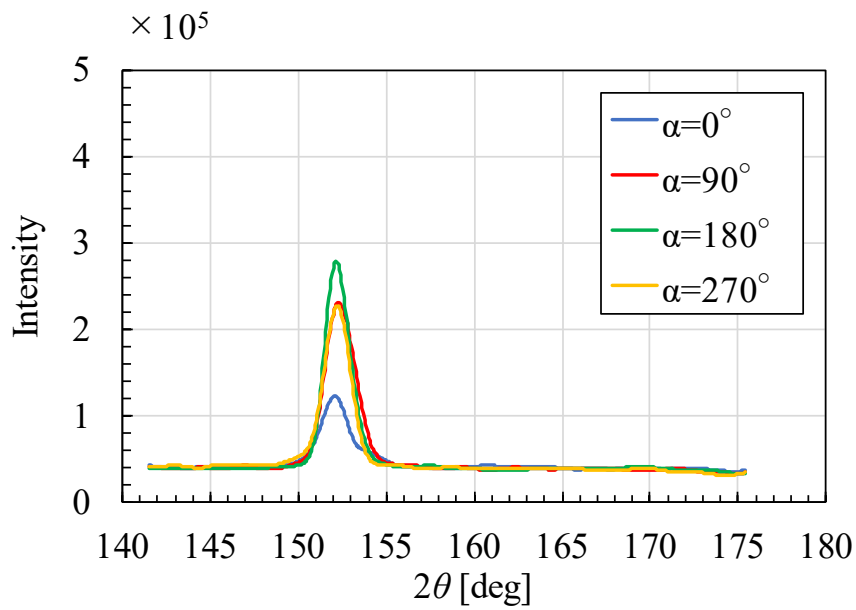
(a) Mn-K α 特性線



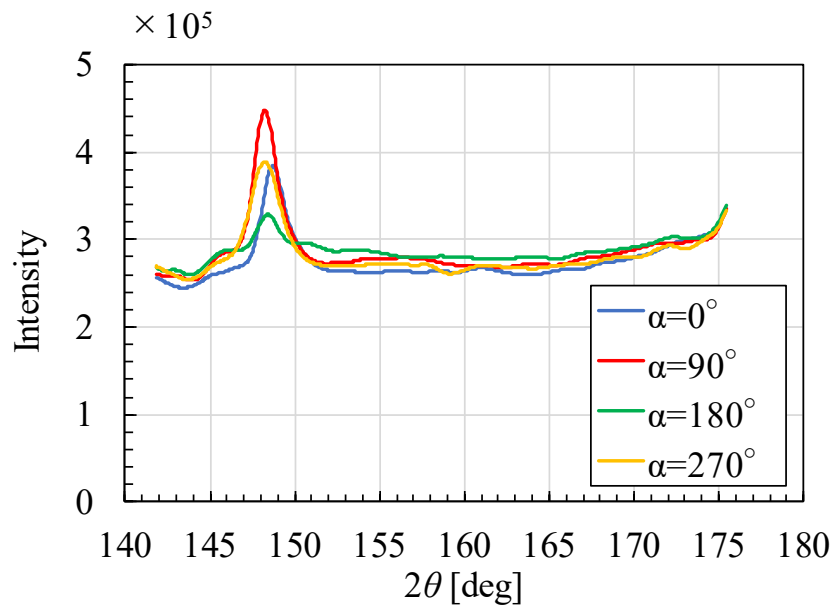
(b) Cr-K β 特性 X 線

図 4.14 試験片から得られたデバイリング

図 4.15(a)および図 4.15(b)に、Mn-K α 特性 X 線と Cr-K β 特性 X 線により得られるひずみ ϵ_α の X 線回折プロファイルを示す。これらの図より、Mn-K α 特性 X 線の方が Cr-K β 特性 X 線の方がバックグラウンドのレベルが大きいことがわかる。これは、Mn-K α 特性 X 線による測定では K β 線カットフィルタを用いて X 線を単色化し連続 X 線や回折に寄与しない特性 X 線によるバックグラウンドを低減しているのに対し、Cr-K β 特性 X 線による測定では K β 線を利用して応力を測定するため K β 線カットフィルタを外して測定しなければならず連続 X 線や回折に寄与しない特性 X 線の影響を受けるためである。



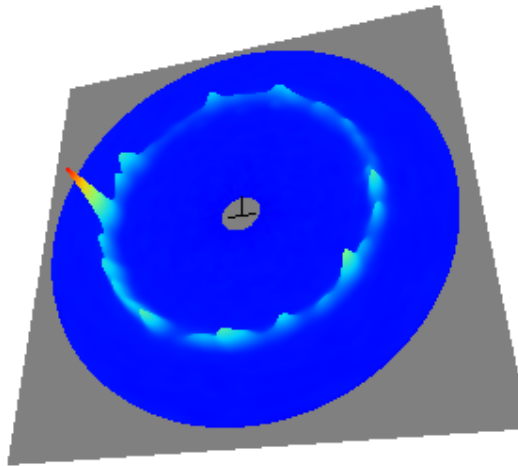
(a) Mn-K α 特性 X 線



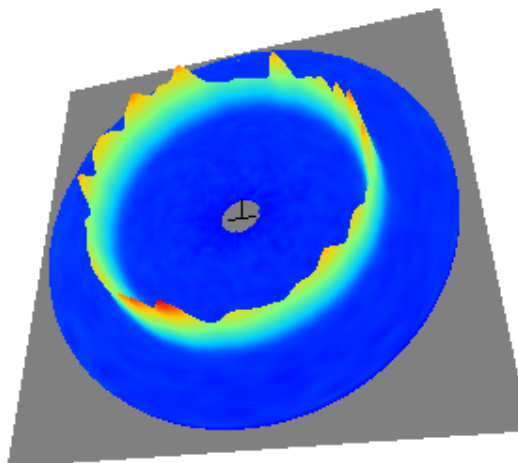
(b) Cr-K β 特性 X 線

図 4.15 試験片から得られた X 線回折プロファイル

図 4.16 および図 4.17 に、In-plane averaging と試料平面揺動法により得られたデバイリングおよび式 (2.24) の $a_1\text{-cos}\alpha$ 線図の一例を示す。In-plane averaging では、各測定点の X 線照射領域が結晶粒径に対して小さいため、spotty なデバイリングと非線形な $a_1\text{-cos}\alpha$ 線図が得られたことがわかる。一方、試料平面揺動法では、X 線照射領域が 1 点のみの測定よりも大きくなるため、完全に均一までではないものの、デバイリングの spotty さの低減が見られており、 $a_1\text{-cos}\alpha$ 線図の線形性も改善している。

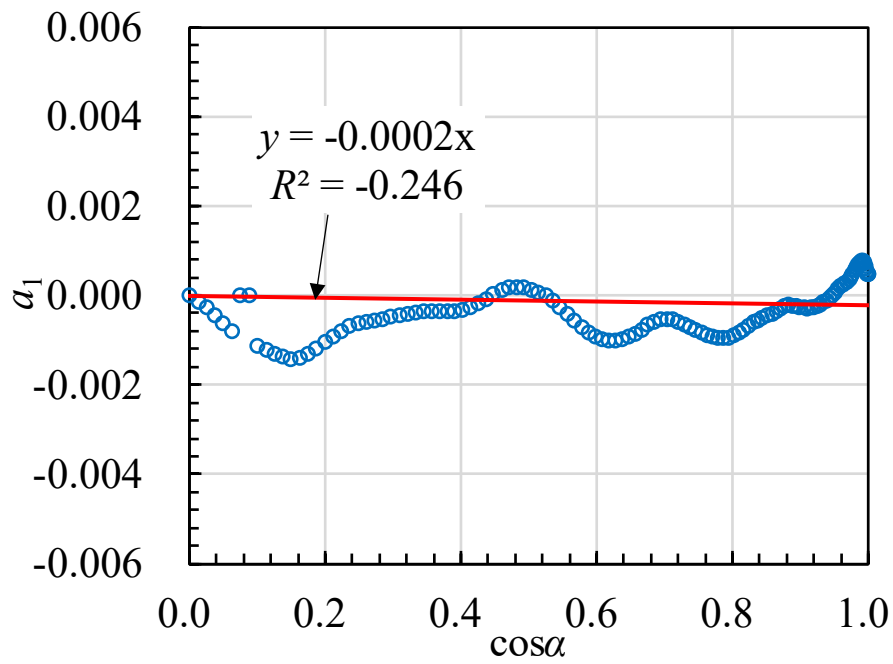


(a) In-plane averaging (測定点 5)

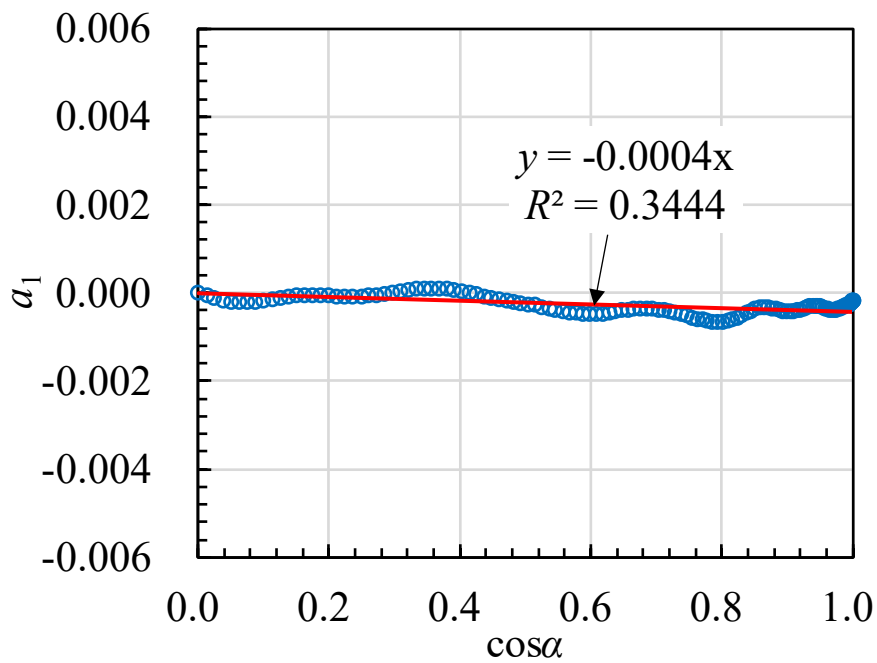


(b) 試料平面揺動法

図 4.16 測定されたデバイリング



(a) In-plane averaging (測定点 5)



(b) 試料平面揺動法

図 4.17 測定された a_1 - $\cos\alpha$ 線図

図 4.18 に四点曲げ試験結果を示す。横軸はひずみゲージから得られたひずみ値に機械的弾性定数を乗じて得られた応力 (σ_A)、縦軸は X 線測定データから $\cos\alpha$ 法の理論に従って算出された応力 (=算出応力 σ_x) であり、同図中には In-plane averaging と試料平面揺動法の結果をそれぞれ●, ■のプロットで示した。なお、比較のため、Cr-K β 特性 X 線の In-plane averaging と試料平面揺動法の結果も▲と◆のプロットでそれぞれ示した。その結果、応力と算出応力の傾きは、In-plane averaging では 0.98、試料平面揺動法では 1.00 でありほぼ傾き 1 の関係が得られた。また、Mn-K α 特性 X 線と Cr-K β 特性 X 線で同等の結果が得られた。

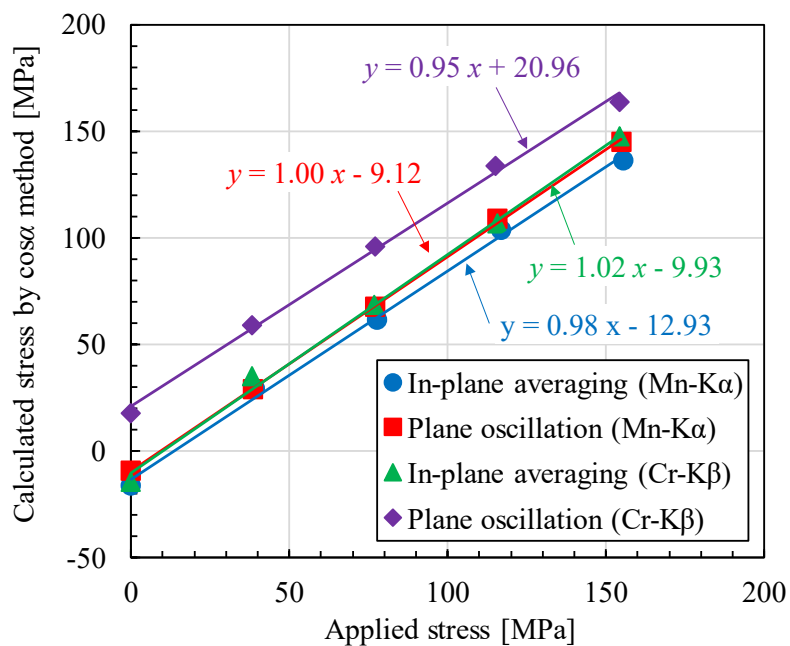
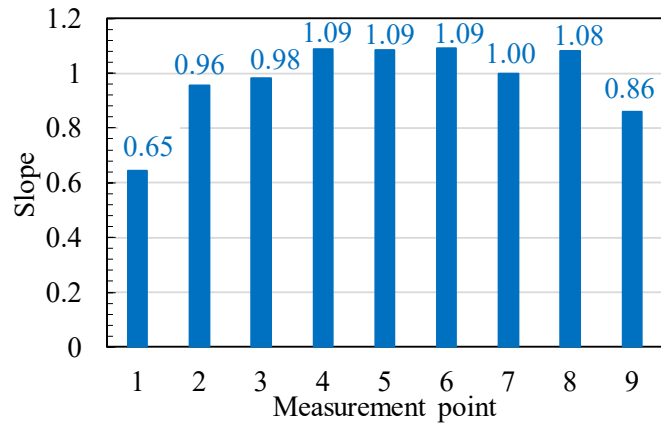
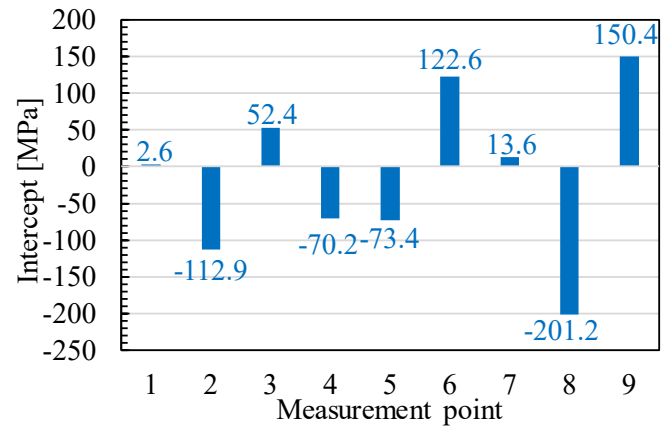


図 4.18 四点曲げ試験結果

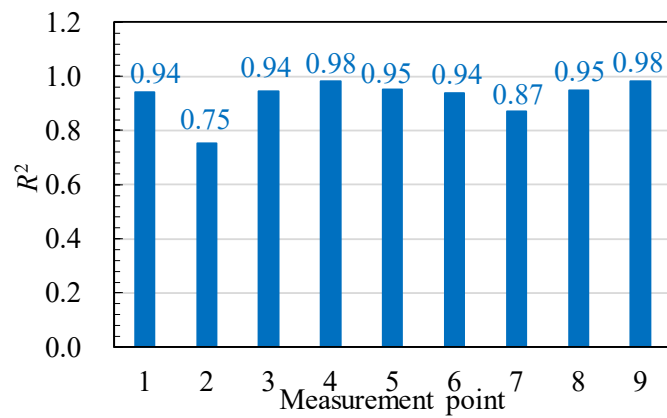
図 4.19 に、In-plane averaging の各測定点から得られた傾き、切片および R^2 値をそれぞれ示す。その結果、測定点 1 では傾きがやや小さいものの、その他の測定点では傾き 1 に近い関係が得られた。また、 R^2 値も 1 に近い値となった。なお、切片の値の変動は、-385~102 MPa の範囲を示した。



(a) 傾き



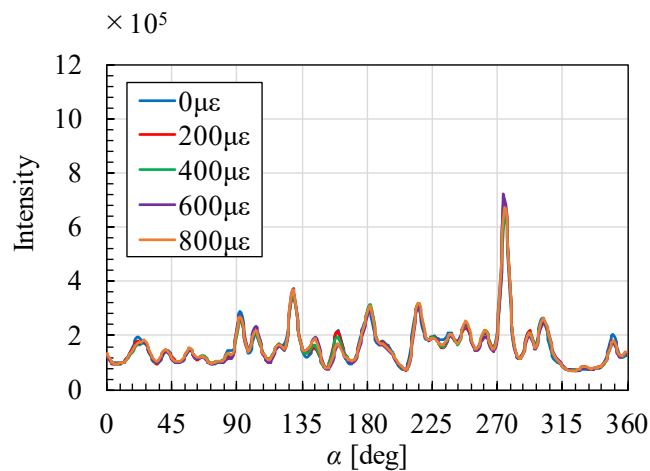
(b) 切片



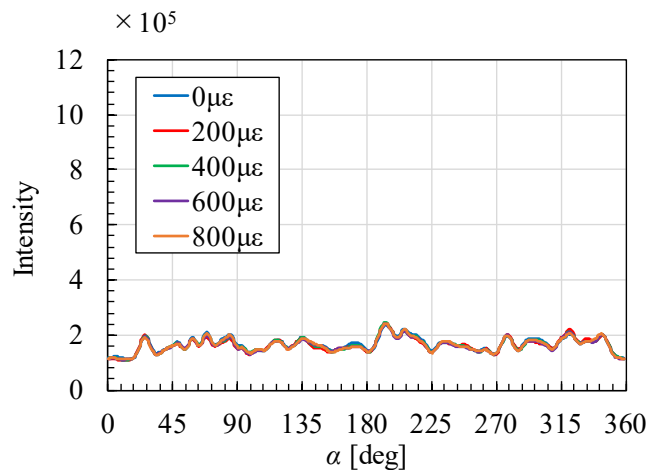
(c) R^2 値

図 4.19 In-plane averaging の各測定点の四点曲げ試験結果

図 4.20 に、四点曲げ負荷レベルごとのデバイリング全周の回折 X 線の強度分布を、横軸にデバイリングの中心角 α をとってそれぞれ重ねて図示する。図 4.20(a) は、In-plane averaging の一例として、測定点 5 における結果を示し、図 4.20(b) は、試料平面揺動法の結果を示している。



(a) In-plane averaging (測定点 5)



(b) 試料平面揺動法

図 4.20 デバイリング全周の強度分布

図 4.21 に In-plane averaging と試料平面揺動法の $S_{\mu\epsilon}$ を青棒と赤棒でそれぞれプロットして示す。図 4.20 および図 4.21 より、各負荷ひずみレベルでのデバイリング全周の回折 X 線のパターンが一致しており、また、 $S_{\mu\epsilon}$ も 600000 以下であることがわかる。このことから、本測定では、概ね同一の測定点を測定できていることがわかる。以上の結果より、 $S_{\mu\epsilon}$ を用いる手法が、Mn-K α 特性 X 線を利用した測定においても有効であることが判明した。なお、現場測定性を考えた場合、フェライト系鉄鋼材料の測定に連続的に使用できることから、Cr-K β 特性 X 線を用いる方が利点があると考えられる。

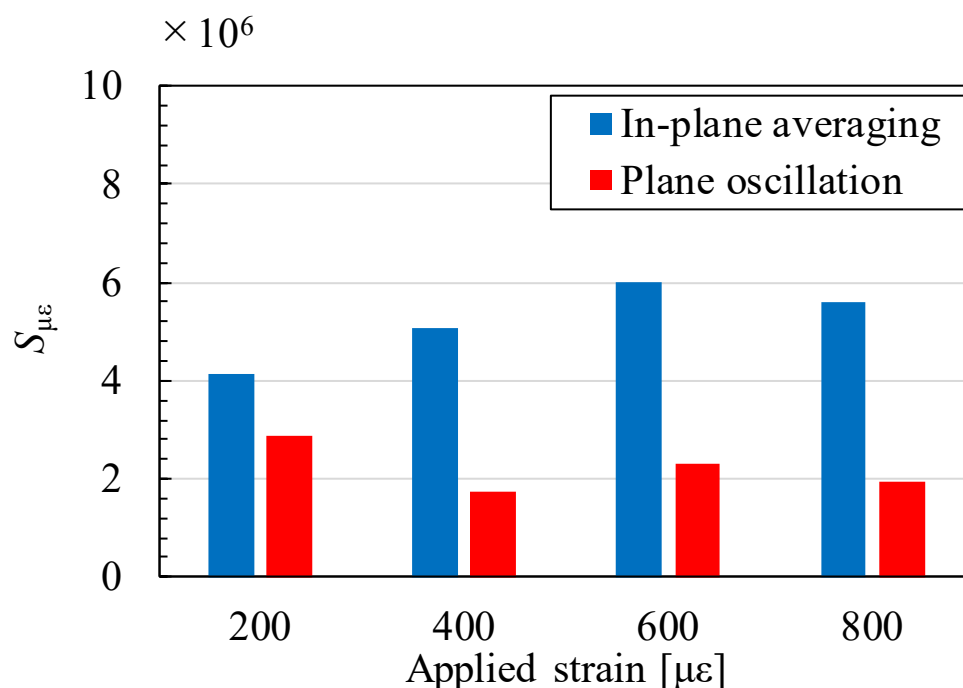


図 4.21 In-plane averaging と試料平面揺動法の $S_{\mu\epsilon}$

4.5 結言

平均結晶粒径が 50 μm 程度の市販のオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 に $\cos\alpha$ 法を適用し（コリメータ径は 1 mm）、測定精度に関する検討を行った。本研究により得られた知見を以下に記す。

- (1) 平均結晶粒径が約 50 μm 場合、デバイリングが斑点状 (spotty) になり、また、測定位置ごとにデバイリング上の回折 X 線強度のパターンが変動する結果、標準的な測定方

法を用いると得られる応力値が大きく変動する。

- (2) 四点曲げ負荷中の試験片のたわみの影響等に起因する測定位置のずれのため、Miyazakiらが提案した In-plane averaging を単純に適用するだけでは負荷応力と $\cos\alpha$ 法による応力との関係が 1:1 の関係から外れる場合がある。ただし、測定位置ずれを制御し、常に同一の測定点を測定することで、In-plane averaging でほぼ 1:1 の関係が得られる。
- (3) X 線照射中に試料または X 線装置を平行に往復移動させる試料平面揺動法を適用すると、比較的均一なデバイリングが得られ、測定位置のずれの影響が低減される結果、負荷応力と $\cos\alpha$ 法による応力がほぼ 1:1 の関係を示すようになる。
- (4) 試料平面揺動法は、測定位置に影響を受け難いことや測定時間が短い点で、より実用的な方法である。ただし、X 線照射領域を大きくし過ぎると残留応力の位置分解能が低下するため、X 線照射領域を大きく取っても許される場合に対して有効な方法であると考えられる。
- (5) デバイリングが spotty な場合、四点曲げ負荷による $\cos\alpha$ 法の応力値は、微小な位置ずれを含んでも直線的に変化する傾向を示す。ただし、その傾きは負荷応力に対して 1:1 の関係からは外れる場合がある。
- (6) Mn-K α 特性 X 線で得られるデバイリングの方が、Cr-K β 特性 X 線で得られるデバイリングよりもバックグラウンドノイズが小さく、バックグラウンドレベルも低い。
- (7) Mn-K α 特性 X 線と Cr-K β 特性 X 線の測定結果はほぼ同等である。
- (8) 現場測定性を考えた場合、フェライト系鉄鋼材料の測定に連続的に使用できることから、Cr-K β 特性 X 線を用いる方が利点があると考えられる。

第4章の参考文献

- 1) 佐々木敏彦, 廣瀬幸雄, 安川昇一, イメージングプレートを用いた粗大結晶粒材料の X 線マクロ応力測定, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.63, No.607 (1997), pp.533-541.
- 2) T. Miyazaki, Y. Maruyama, Y. Fujimoto and T. Sasaki, Improvement of X-ray stress measurement from a Debye-Scherrer ring by oscillation of the X-ray incident angle, Powder Diffraction, Vol.30, No.3 (2015), pp.250-255
- 3) T. Miyazaki, Y. Fujimoto and T. Sasaki, Improvement in X-ray stress measurement using Debye-Scherrer rings by in-plane averaging, Journal of Applied Crystallography, Vol.49 (2016), pp.241-249.
- 4) 日本材料学会編, X 線応力測定法標準(2002 年版)―鉄鋼編― (2002)
- 5) 平山俊成, 小切間正彦, Fe-Cr-Ni 系ステンレス鋼のマルテンサイト変態に対する化学組成の影響, 日本金属学会誌, Vol.34, No.5 (1970), pp.507-510
- 6) 嘉村直哉, 宮崎利行, 佐々木敏彦, X 線回折環のフーリエ解析によるアルミニウム合金の応力測定, 非破壊検査, Vol.66, No.10 (2017), pp.492-497.

第5章 フーリエ解析法による粗大結晶粒材料の X 線応力測定とデ

バイリングの spotty さの評価方法の提案

5.1 緒言

第4章では、粗大結晶粒を持つオーステナイト系ステンレス鋼に対して $\cos\alpha$ 法を適用し、粗大結晶粒材料の測定精度向上法を提案した。

$\cos\alpha$ 法は、応力の算出にデバイリング上の4種類のひずみデータを使用するため、デバイリングが spotty でデバイリング中心角 α 方向の X 線回折強度分布の変動が大きい場合、測定精度が低下しやすい。このことは、 $\cos\alpha$ 法の弱点の一つであるといえる。

一方、2次元検出器を用いる X 線応力測定法として、フーリエ解析法が Miyazaki ら¹⁾により提案されている。デバイリングより得られるひずみの周期性に着目し、ひずみをフーリエ解析して応力を決定する手法である。 $\cos\alpha$ 法をフーリエ級数で表すことで一般化したものであり、平面応力状態では、フーリエ解析法は $\cos\alpha$ 法と等価である。ただし、 $\cos\alpha$ 法と異なり、フーリエ解析法は1種類のひずみデータのみから応力算出が可能である特徴を持つ。したがって、デバイリング全周の回折強度の変動が大きい場合や歯車の歯元などの狭隘部の測定でデバイリング上の一部のひずみデータが取得できない場合の応力測定に対して有利な測定方法であると考えられる。本章では、前章で用いたものと同様の試験片についてフーリエ解析法を適用し、粗大結晶粒材料に対するフーリエ解析法の有効性について検討した。また、フーリエ解析法の観点から、In-plane averaging に必要な測定点数の判断方法（デバイリングの spotty さの評価方法）を提案した。

5.2 実験

5.2.1 試験片

SUS304 に対するフーリエ解析法の有効性を確認するため、四点曲げ試験を実施した。本

章で用いた試験片は、第4章で用いたものと同様の試験片であり、140 mm × 20 mm × 3 mm の SUS304 短冊材である。試験片中央部の 10 mm × 10 mm の電解研磨面内にて X 線測定を行った。

5.2.2 測定条件

表 5.1 に、主な X 線応力測定条件を示す。現場適用性の利点から X 線源に Cr 管球を使用し、Cr-K β 特性 X 線の 311 回折を利用して応力を測定した。なお、同じ条件で $\cos\alpha$ 法の測定も行い、フーリエ解析法の結果と比較した。X 線応力測定装置には、パルステック工業社製 μ -X360 を用いた。

また、粗大結晶粒の影響による測定精度悪化の影響を低減するため、In-plane averaging^{2, 3)} を実施した。In-plane averaging の測定点数は第4章と同様（図 4.3 参照）であり、電解研磨面内の 6 mm × 6 mm の領域を 2 mm 間隔で基盤の目状に合計 9 点測定した。

表 5.1 X 線応力測定条件

Characteristic X-ray	Cr-K β
Diffraction plane [hkl]	311
Tube voltage [kV]	20
Tube current [mA]	1
X-ray incident angle, ψ_0 [deg]	35
X-ray diffraction angle, 2θ [deg]	148.5
X-ray elastic constant, E_{hkl} [GPa]	193
X-ray elastic constant, ν_{hkl}	0.3
Inner diameter of collimator [mm]	1
Diameter of X-ray irradiation area [mm]	2
X-ray irradiation time [s]	60

5.3 実験結果および考察

図 5.1 に、測定により得られたデバイリングを示す。また、図 5.2 に、測定により得られたデバイリング全周のひずみ分布を示す。表 5.2 に、デバイリング全周のひずみを高速フーリエ変換 (FFT) して得られた式 (2.49) の係数を示す。本研究では、この係数を用いて、式 (2.45) にしたがって応力 σ_x を求めた。図 5.3 に、 $\cos\alpha$ 法およびフーリエ解析法から得られた $a_1\text{-}\cos\alpha$ 線図を示す。各図中の破線は、 $\cos\alpha$ 法より得られた値の近似直線である。 $\cos\alpha$ 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、 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の測定精度は同程度であると言える。

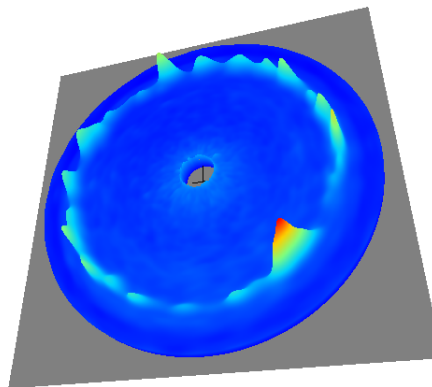


図 5.1 測定されたデバイリング (測定点 5, $\sigma_A=77$ MPa)

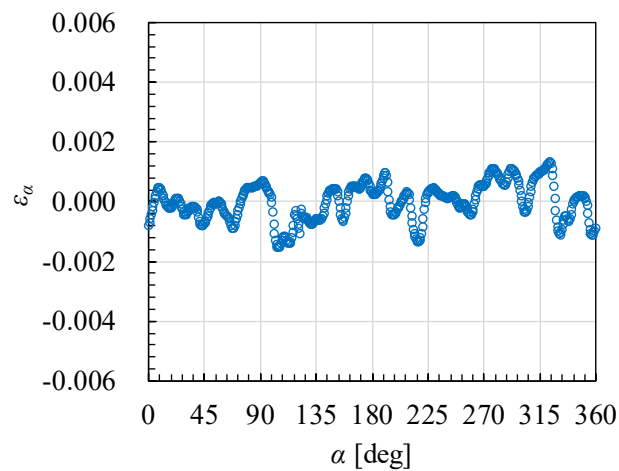
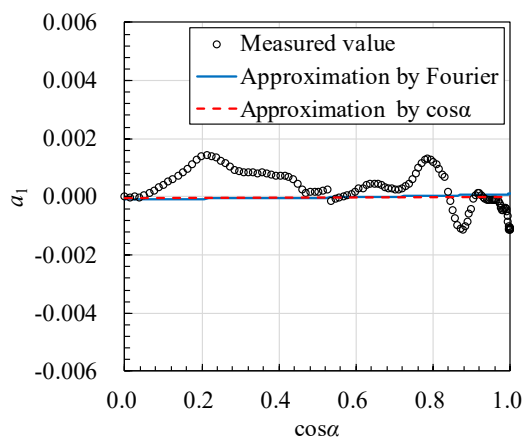


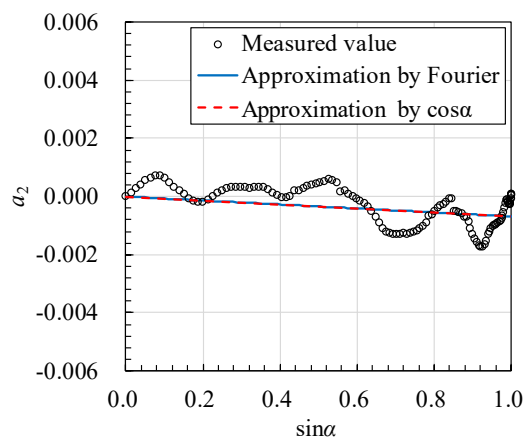
図 5.2 デバイリング全周のひずみ分布 (測定点 5, $\sigma_A=77$ MPa)

表 5.2 フーリエ係数 (測定点 1, $\sigma_A=154$ MPa)

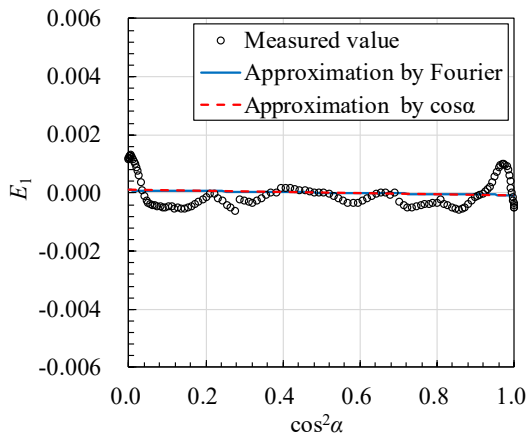
k	Coefficient of cos		Coefficient of sin	
	0	A_0	7.159×10^{-6}	
1	A_1	5.833×10^{-6}	B_1	-3.434×10^{-4}
2	A_2	-4.169×10^{-5}	B_2	-9.926×10^{-5}



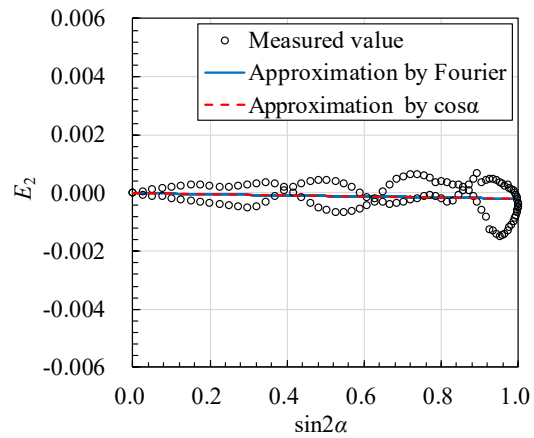
(a) a_1 - $\cos\alpha$ 線図



(b) a_2 - $\sin\alpha$ 線図



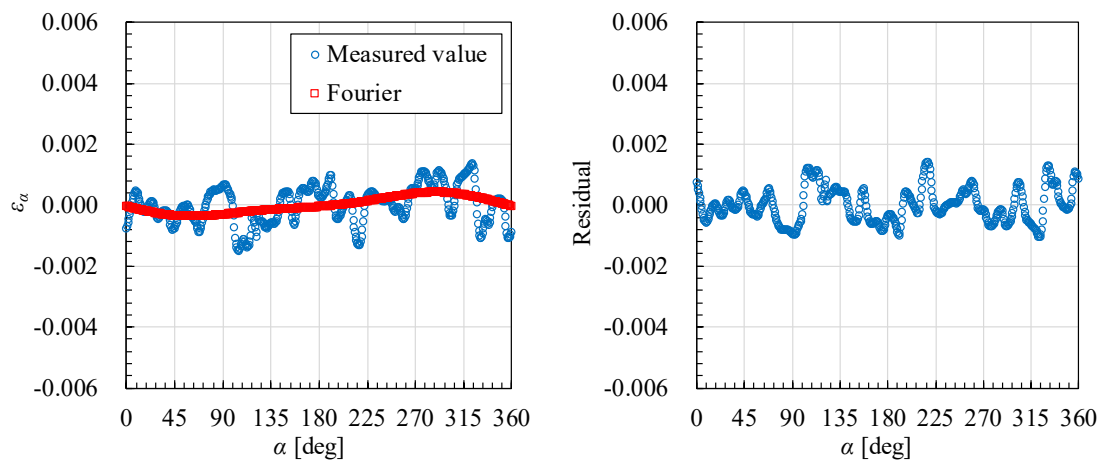
(c) E_1 - $\cos^2\alpha$ 線図



(d) E_2 - $\sin^2\alpha$ 線図

図 5.3 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の各種線図の比較 ($\sigma_A=77$ MPa)

図 5.4 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。同図の (a) は ε_α の測定値と近似値の比較であり、(b) は ε_α の測定値と近似値の差である。なお、 ε_α のフーリエ級数展開による近似には、表 5.2 に示したフーリエ係数を用いた。測定された ε_α とそのフーリエ級数展開による近似値は概ね同様の傾向を示したが、測定値と近似値の差は大きな結果となった。これは、X 線照射領域に対して結晶粒径が粗大なため、結晶粒径が十分微細な材料を測定した Miyazaki らの実験のようにコサインカーブ状の ε_α が得られなかったためであると考えられる。



(a) ε_α の測定値と近似値

(b) ε_α の測定値と近似値の誤差

図 5.4 フーリエ解析法による ε_α の近似 (測定点 5, $\sigma_A=77$ MPa)

図 5.5 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 193 GPa を用いた。また、図 5.6 に、In-plane averaging の各測定点から得られた傾き、切片および R^2 値をそれぞれ示す。これらの図より、フーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法の結果がほぼ一致していることがわかる。以上のことから、SUS304 でも、フーリエ解析法の測定精度は $\cos\alpha$ 法と同程度であることが判明した。

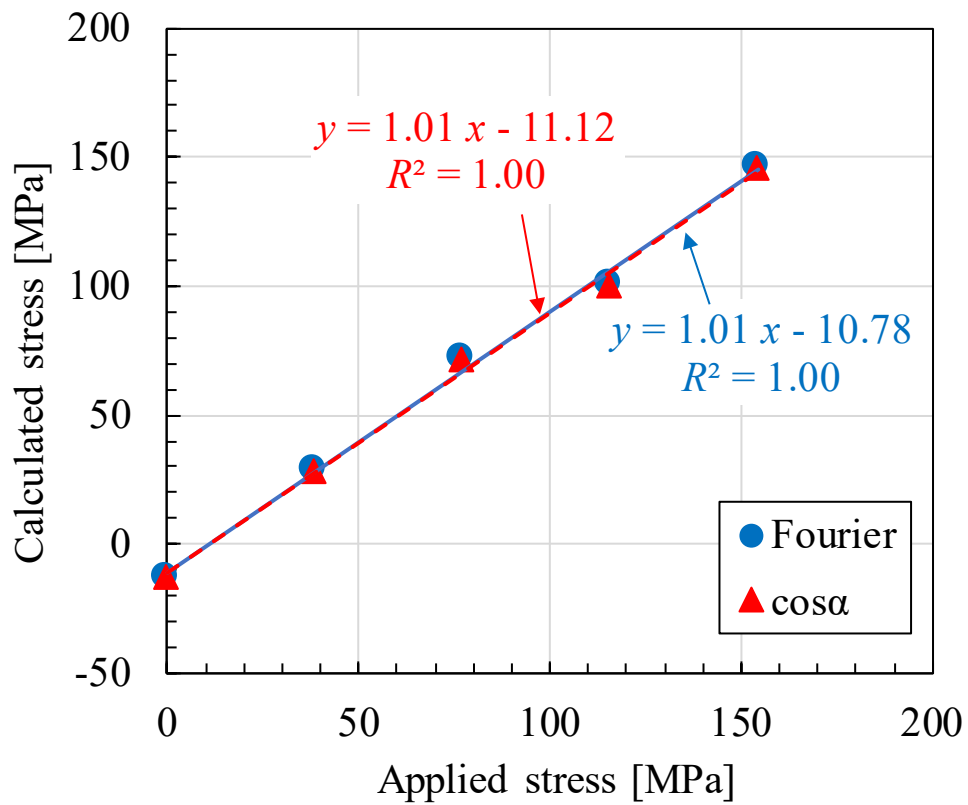
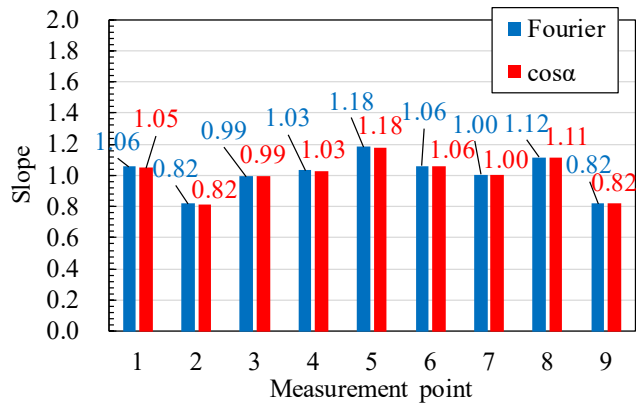
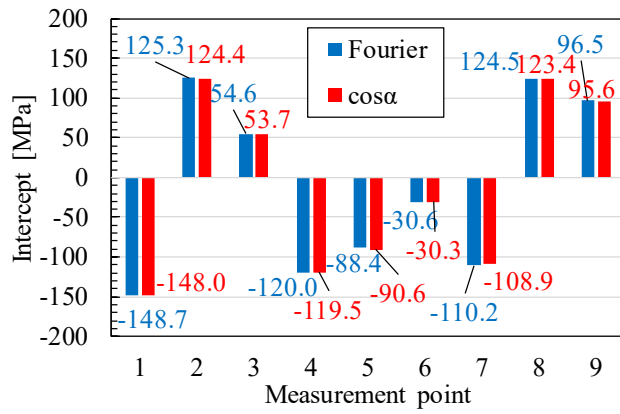


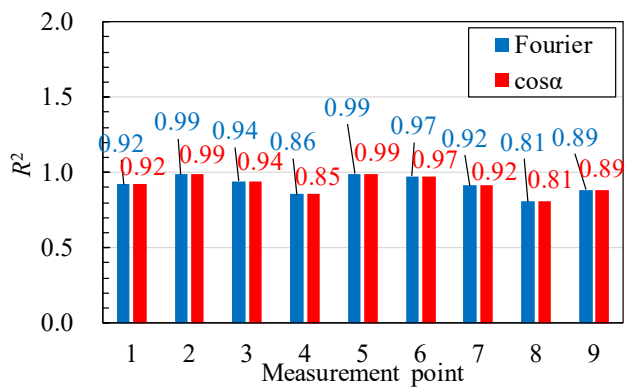
図 5.5 四点曲げ試験結果



(a) 傾き



(b) 切片



(c) R^2 値

図 5.6 In-plane averaging の各測定点の四点曲げ試験結果

フーリエ解析法の観点から、In-plane averaging により粗大結晶粒の応力測定精度が改善される理由について考える。応力測定値が粗大結晶粒の影響を受けるものとし、その効果を $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ で表す。これは、Withers ら⁴⁾により、type II、または、intergranular stresses と称されているものである。いま、 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ の影響を受けるデバイリング全周のひずみ $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ を、

$$\varepsilon'_\alpha(\alpha) = A_0 + A_1 \cos \alpha + B_1 \sin \alpha + A_2 \cos 2\alpha + B_2 \sin 2\alpha + \delta\varepsilon_\alpha(\alpha) \quad (5.1)$$

で表されるものとする。ここで、 $A_0 \sim B_2 \sin 2\alpha$ までの項が平面応力状態を表し、 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ が type II の影響による平面応力状態からのずれ（ノイズ成分）を表す。なお、type II の応力に関与する結晶粒の数は限られるため、 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ はデバイリング上では限られた α 方向のひずみのみに影響を与える。また、 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ は、平面応力状態からのずれを表すものであるため、式 (5.1) と同様にフーリエ級数で表示すると、

$$\delta\varepsilon_\alpha(\alpha) = \sum_{k=1}^{\infty} (\delta A_k \cos k\alpha + \delta B_k \sin k\alpha) \quad (5.2)$$

のように、 α の波数 k の高次の項の成分を多く含んでいると考えられる。したがって、 $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ も高次の項を多く含んでいると考えられる。

$\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ が応力値に与える影響を考察するため、結晶粒径が微細な材料を測定して得られる滑らかなデバイリングのモデルと粗大結晶粒材料を測定して得られる spotty なデバイリングのモデルについて考える。

初めに、滑らかなデバイリングから得られるひずみ $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ が次式で表されるものとする。

$$\varepsilon_\alpha(\alpha) = 0.1 \cos \alpha + 0.2 \sin \alpha - 0.01 \cos 2\alpha - 0.02 \sin 2\alpha \quad (5.3)$$

このときのデバイリングおよびデバイリング全周のひずみ分布を，図 5.7 および図 5.8 にそれぞれ示す。

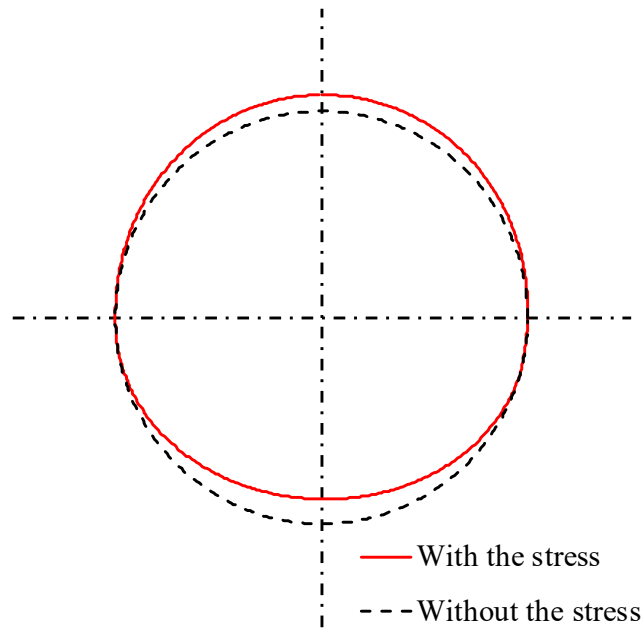


図 5.7 滑らかなデバイリングモデル

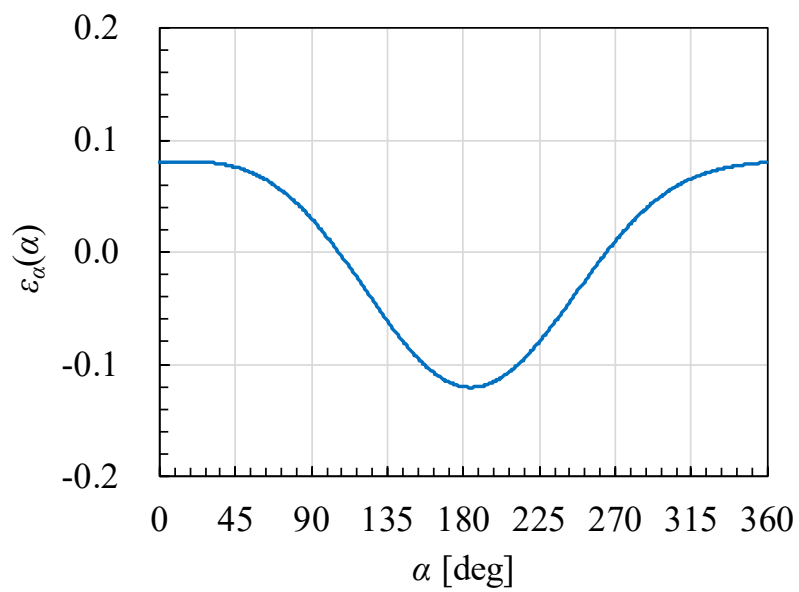


図 5.8 滑らかなデバイリングモデルのデバイリング全周のひずみ分布

次に, spotty なデバイリングから得られるひずみ $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ が次式で表されるものとする.

$$\varepsilon'_\alpha(\alpha) = 0.1 \cos \alpha + 0.2 \sin \alpha - 0.01 \cos 2\alpha - 0.02 \sin 2\alpha + \delta\varepsilon_\alpha(\alpha) \quad (5.4)$$

ここで, $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ は

$$\delta\varepsilon_\alpha(\alpha) = 0.1 \exp\left\{-\frac{(\alpha - \mu)^2}{2\sigma^2}\right\} \quad (5.5)$$

で表されるガウシアンであり, ここでは $\mu=35^\circ$, $\sigma=5^\circ$ とした. 実際に測定される $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ は式(5.5)の線形結合であると考えられ, 本モデルによる議論は十分妥当性を持つと考えられる.

このときのデバイリングおよびデバイリング全周のひずみ分布を, 図 5.9 および図 5.10 にそれぞれ示す.

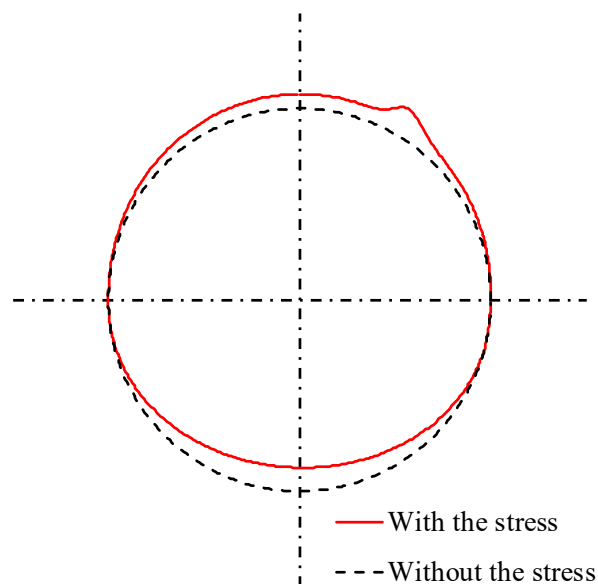


図 5.9 spotty なデバイリングモデル

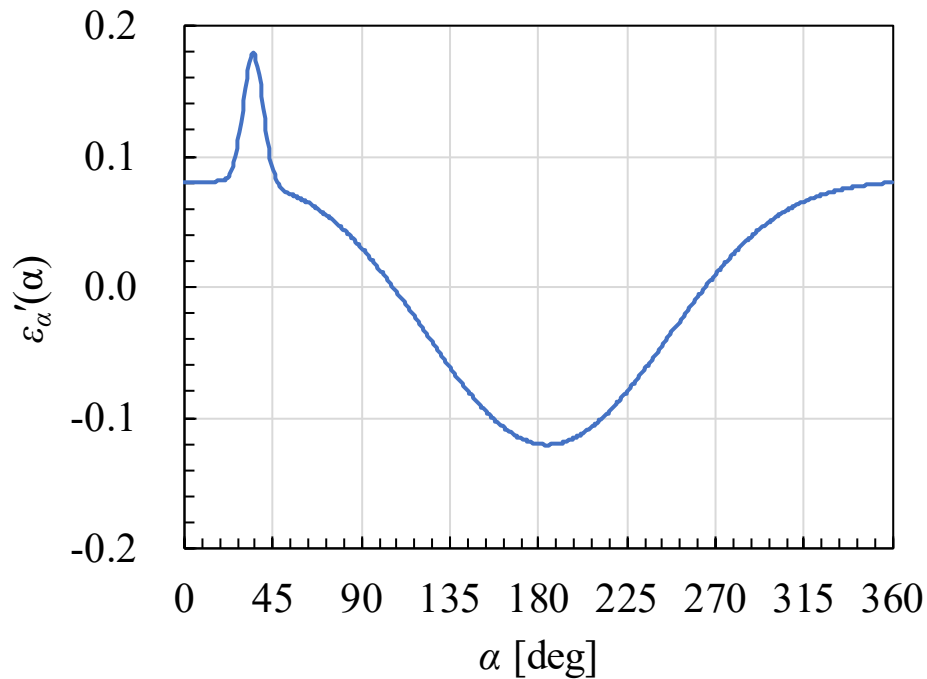


図 5.10 spotty なデバイリングモデルのデバイリング全周のひずみ分布

ここで、 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ の効果を見るため、パワースペクトル $E(k)$ および $E(k)$ に着目する。デバイリング全周のひずみのパワースペクトルは次式で得られる。

$$E(k) = A_k^2 + B_k^2 \quad (5.6)$$

$\varepsilon_\alpha(\alpha)$ と $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ のパワースペクトル $E(k)$ および $E(k)$ を図 5.11 に示す。同図には、ノイズ成分 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ のパワースペクトル $\Delta(k)$ も記載した。なお、パワースペクトルは、現実の測定に近づけるため、 $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ 、 $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ 、 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ のそれぞれの値を小数点以下 3 桁（測定精度約 0.1%に相当する）に丸めてからフーリエ級数展開し、式 (5.6) にしたがって求めた。

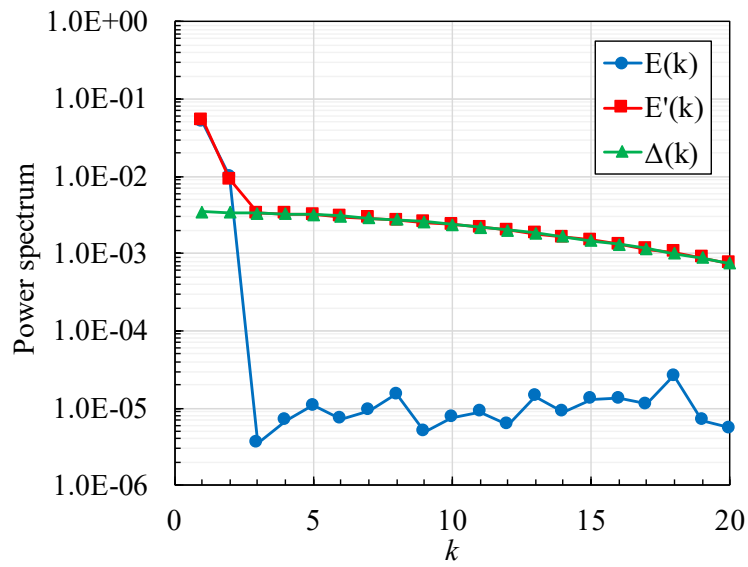


図 5.11 パワースペクトル

図 5.11 の $k=1,2$ の成分は、平面応力状態に対応する成分（以下、平面応力成分）である。同図より、滑らかなデバイリングと spotty なデバイリングの差は、 $k \geq 3$ の場合に顕著であることがわかる。ただし、滑らかなデバイリングの $k \geq 3$ の $E(k)$ の値は、主に $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ の丸め誤差から生じており、誤差が存在しない場合は 0 になる。 $\varepsilon_\alpha(\alpha)$, $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$, $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ の平面応力成分 A_1 , B_1 , A_2 , B_2 を表 5.3 にまとめる。

表 5.3 $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ と $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ のフーリエ係数

	$\varepsilon_\alpha(\alpha)$	$\varepsilon'_\alpha(\alpha)$	$\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$	Error between $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ and $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ (%)
A_1	0.100	0.106	0.006	6
B_1	0.010	0.014	0.004	40
A_2	-0.020	-0.018	0.002	10
B_2	-0.002	0.004	0.006	300

表 5.3 より，各係数の誤差が約 6~300%あり， $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ の存在が応力値に大きな影響を及ぼすことがわかる．また，フーリエ変換の線形性によってそれぞれの係数についても，

$$\varepsilon'_\alpha(\alpha) = \varepsilon_\alpha(\alpha) + \delta\varepsilon_\alpha(\alpha) \quad (5.7)$$

の関係がほぼ成り立つことがわかる．以上より， $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ のパワースペクトルは，デバイリングの spotty さを評価する指標になり得ると考えられる．

次に，In-plane averaging が $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ に与える影響について考える．いま，平面応力状態にある試料上で X 線の照射点の中心位置を x とし，その点での $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ を $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha, x)$ とする．このとき， $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha, x)$ の影響を受けるデバイリング全周のひずみ $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ は，

$$\varepsilon'_\alpha(\alpha) = A_0 + A_1 \cos \alpha + B_1 \sin \alpha + A_2 \cos 2\alpha + B_2 \sin 2\alpha + \delta\varepsilon_\alpha(\alpha, x) \quad (5.8)$$

で表される． $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha, x)$ は結晶粒スケールの応力による効果であるので，十分大きな面積 A の範囲内で In-plane averaging を行くと，

$$\frac{1}{A} \sum_k \delta\varepsilon_\alpha(\alpha, x) \rightarrow 0 \quad (5.9)$$

のように $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha, x)$ が 0 に近づく．したがって，十分大きな面積 A で式 (5.5) の平均を取ると，

$$\frac{1}{A} \sum_k \varepsilon'_\alpha(\alpha) \rightarrow A_0 + A_1 \cos \alpha + B_1 \sin \alpha + A_2 \cos 2\alpha + B_2 \sin 2\alpha = \varepsilon_\alpha(\alpha) \quad (5.10)$$

のように式 (2.49) で表される平面応力状態の $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ に収束する.

式 (5.10) の収束性を確かめるため, 本測定 of In-plane averaging により 9 点の ε_α の平均を取った結果を, 図 5.12 に示す. 縦軸のスケールは図 5.4 と同じであり, 局所的な凹凸が弱まり平面応力モデルに近い近似になっていることがわかる.

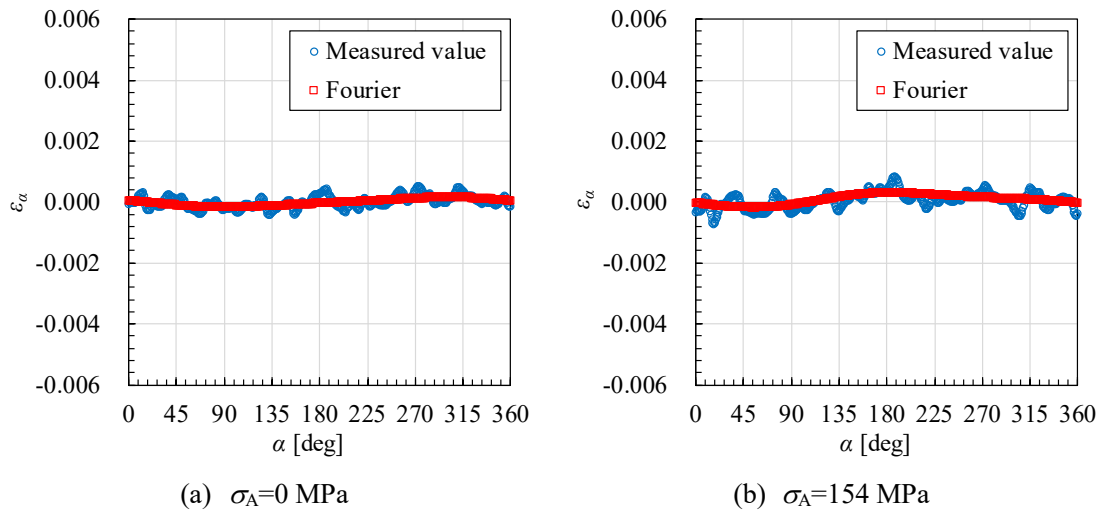


図 5.12 ε_α の 9 点平均

ε_α の 9 点平均のフーリエ解析法による近似値を平面応力モデル $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ とし, 各測定点の ε_α の測定値を $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ とすると, 式 (5.1) から,

$$\delta\varepsilon_\alpha(\alpha) = \varepsilon'_\alpha(\alpha) - \varepsilon_\alpha(\alpha) \quad (5.11)$$

のように $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ を推定することができる. このようにして求めた $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ を測定点 5 についてプロットしたのが図 5.13 である. 同図には, $\sigma_A=0$ MPa 時と $\sigma_A=154.4$ MPa 時の $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ をプロットした. 同図より, 同一の測定点では, $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ は負荷の値にほとんど依存していないことがわかる. したがって, 本研究の測定の範囲では式 (5.1) のようにマクロ的な平面応力成分と結晶粒スケールの粗大結晶粒が応力測定値に与える影響を分離するモデルは妥当である

といえる.

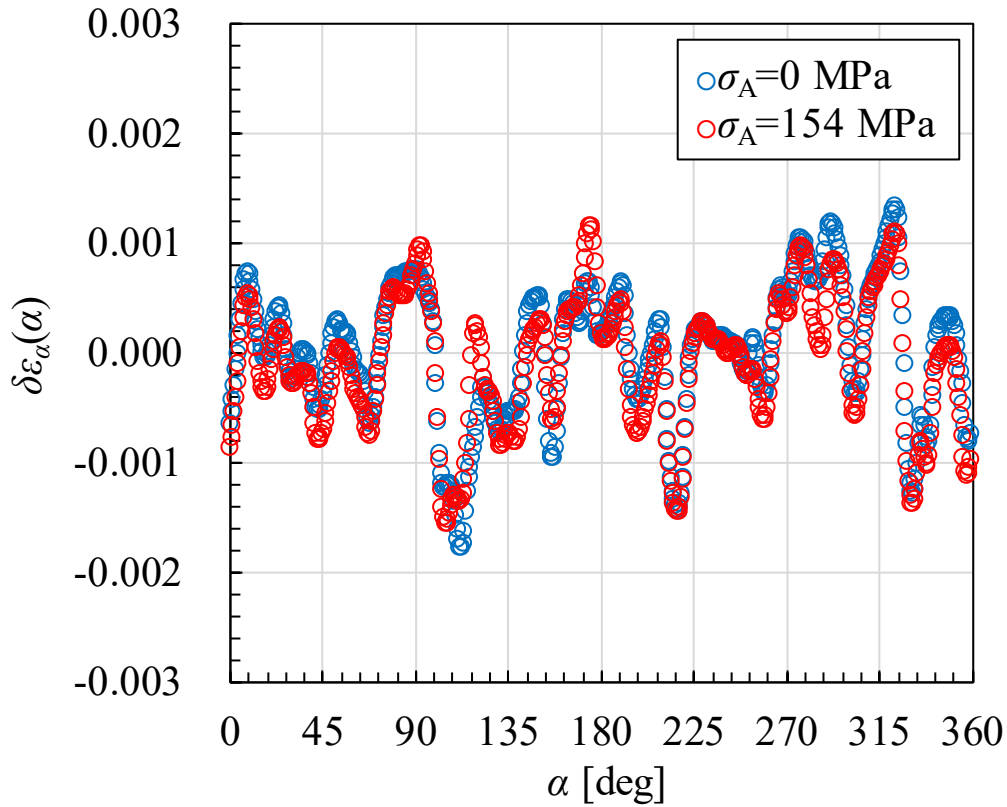


図 5.13 測定点 5 での $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$

図 5.14 に、 $\sigma_A=154$ MPa 時のパワースペクトルを示す。同図には、測定点 1 点のみの場合（測定点 5）のパワースペクトルと In-plane averaging を行った場合のパワースペクトルをそれぞれプロットした。図の横軸の $k=1,2$ の成分は平面応力成分で、理想的な平面応力状態では、 $k\geq 3$ の成分は平面応力成分よりも十分小さくなるはずである。しかし、 $n=1$ の場合は、 $k\geq 3$ の成分が平面応力成分に近い大きさを持っており、平面応力成分よりも小さな値に収束するのは $k\geq 26$ である。したがって、 $n=1$ の測定では、高次の項を含んでおり、測定精度が悪いと考えられる。一方、 $n=9$ の測定では、平面応力成分よりも小さな値となっている。したがって、 $n=1$ の場合よりも測定精度が向上していると考えられる。

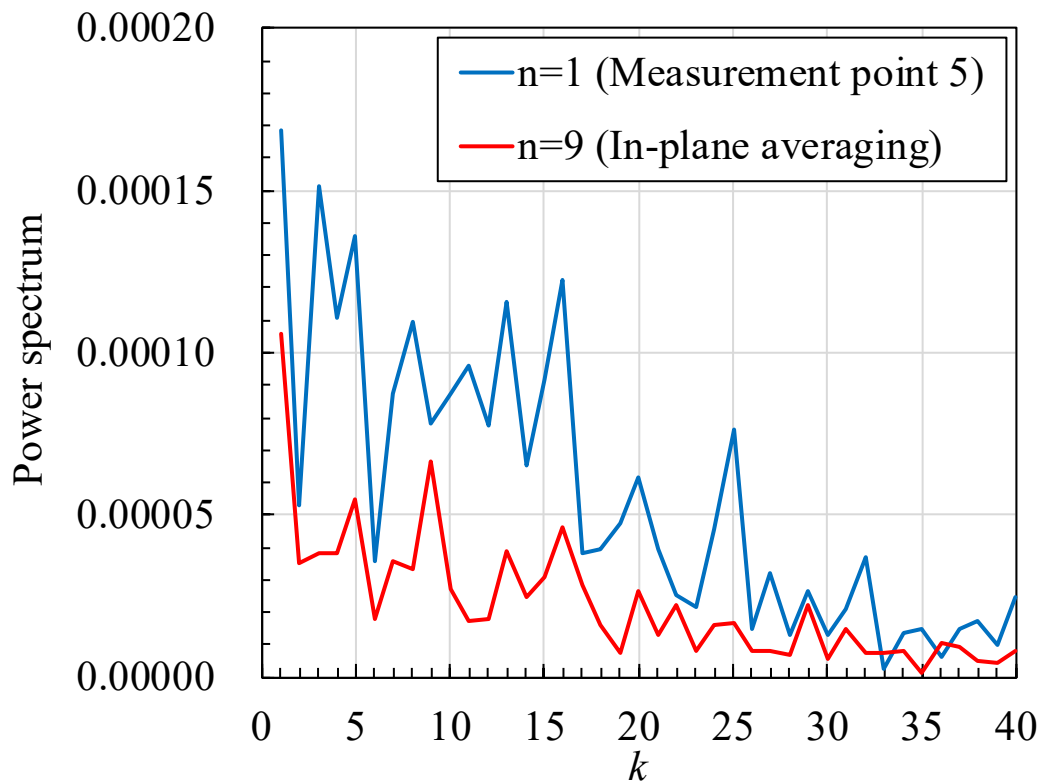


図 5.14 ε_α のパワースペクトル ($\sigma_A=154$ MPa)

この効果をさらに明瞭に示したのが図 5.15 である。同図の横軸は In-plane averaging の平均を取った測定点の数 n であり、縦軸は ε_α のパワースペクトルの $k=3\sim 26$ の項の和である。同図より、 n を増加させるにしたがってパワースペクトルの和が減少し、 $n=5$ でほぼ横ばいになることがわかる。これは、式 (5.10) の極限を取ることと対応している。なお、図 5.8 からわかるように、試料に加える負荷を変化させてもパワースペクトル $k=1, 2$ の成分しか変化せず $k\geq 3$ の成分は変化しないため、図 5.15 のように、負荷ごとの $k\geq 3$ のパワースペクトル和の収束の傾向に大きな違いは見られない。

以上より、In-plane averaging により粗大結晶粒材料の応力測定精度が向上することが判明した。

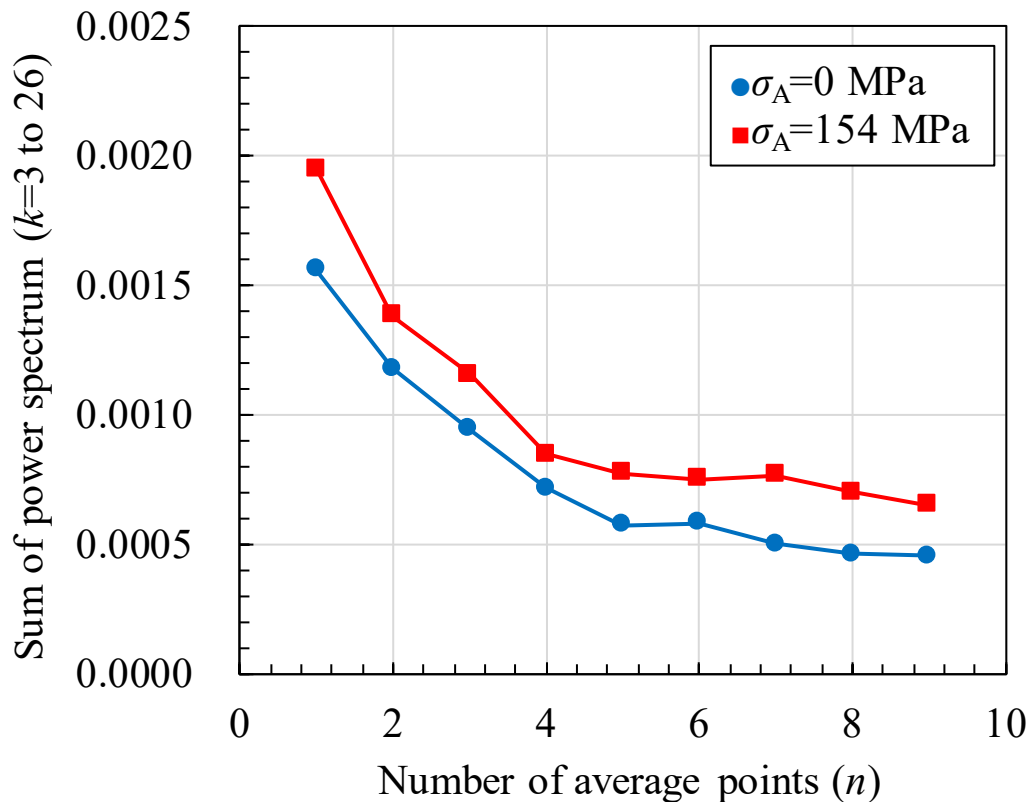


図 5.15 ε_α のパワースペクトルの $k=3\sim 26$ の項の和

5.4 結言

オーステナイト系ステンレス鋼についてフーリエ解析法を適用し、同法の適用性について検討した。得られた知見を以下に記す。

- (1) 平均結晶粒径が約 $50\mu\text{m}$ の場合、デバイリングが斑点状 (spotty) になり、測定点 1 点のみでフーリエ解析法を適用する場合、測定されたひずみ値とそのフーリエ級数展開による近似値の差が大きくなる。
- (2) In-plane averaging を行うことで粗大結晶粒の影響が低減され、測定されたひずみ値とそのフーリエ級数展開による近似値の差が小さくなり、応力測定精度が向上する。
- (3) X 線測定で得られたひずみをフーリエ解析しパワースペクトルを求め、その収束性を

観察することで In-plane averaging の測定点数が十分であるかどうかを判断でき、本研究の平均結晶粒径 $50\mu\text{m}$ の場合は、測定点数 $n \geq 5$ で十分な測定精度が得られていると判断された。

- (4) In-plane averaging により四点曲げ試験の負荷応力と X 線応力の傾き 1:1 の関係が得られ、また、SUS304 について、フーリエ解析法は $\cos\alpha$ 法と同等の測定精度で応力測定可能であることが判明した。

第 5 章の参考文献

- 1) T. Miyazaki and T. Sasaki, X-ray stress measurement with two-dimensional detector based on Fourier analysis, *International Journal of Material Research*, Vol.105, No.9 (2014), pp.922-927.
- 2) T. Miyazaki, Y. Fujimoto and T. Sasaki, Improvement in X-ray stress measurement using Debye-Scherrer rings by in-plane averaging, *Journal of Applied Crystallography*, Vol.49 (2016), pp.241-249.
- 3) 嘉村直哉, 宮崎利行, 佐々木敏彦, X 線回折環のフーリエ解析によるアルミニウム合金の応力測定, *非破壊検査*, Vol.66, No.10 (2017), pp.492-497.
- 4) P. J. Withers and H. K. D. H. Bhadeshia, Residual stress Part 1 -Measurement techniques, *Materials Sciens and Technology*, Vol.17 (2001), pp.335-365.

第 6 章 結論

機械構造物の設計では、残留応力の評価が重要となる。また、実稼働している構造物の残留応力状態を監視することが、保守の観点から重要である。実稼働している構造物の残留応力を現場で測定するためには、小型・軽量で持ち運び可能、かつ、非破壊で高速・高精度に測定可能な技術およびその装置が求められる。

本論文では、上記のニーズに応えられる応力測定技術である 2 次元検出器方式による X 線応力測定法に着目し、その理論と特に粗大結晶粒材料の測定に関する研究をまとめた。本研究により得られた知見は各章の最後にまとめられているが、各章で得られた知見を要約すると以下ようになる。

第 1 章では、残留応力が材料強度に及ぼす影響と各種残留応力測定法について概説し、X 線応力測定の歴史をまとめ、X 線応力測定法の現状と課題について説明し、本論文の目的を述べた。本論文の目的は、種々の工業材料に対する $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法の適用可否を明らかにし、その工業的な利用価値を見出すことで、機械構造物の安全性や性能の向上につなげることである。

第 2 章では、各種 X 線応力測定法の理論について概説した。X 線応力測定の従来法として $\sin^2\psi$ 法について説明した。また、本研究で主に使用した測定理論である $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法について説明した。

第 3 章では、フェライト系鉄鋼材料 S45C について、 $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法で応力測定し、それぞれの方法で得られる応力値の妥当性を検討した。その結果、フーリエ解析法の測定精度が $\cos\alpha$ 法と実用上同程度であることがわかった。

第 4 章では、粗大結晶粒を持つオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 について、Cr-K β 特性 X 線の 311 回折と Mn-K α 特性 X 線の 311 回折を利用した $\cos\alpha$ 法による応力測定を行った。その結果、粗大結晶粒材料の測定では、四点曲げ負荷中の試験片のたわみの影響等に起因する測定位置のずれの影響を受けやすく、Miyazaki らが提案した In-plane averaging を

単純に適用するだけでは負荷応力と $\cos\alpha$ 法による応力との関係が 1:1 の関係から外れる場合があることがわかった。ただし、測定位置ずれを制御し、常に同一の測定点を測定することで、In-plane averaging でほぼ 1:1 の関係が得られることを確認した。また、X 線照射中に試料または X 線装置を平行に往復移動させる試料平面揺動法を適用すると、比較的均一なデバイリングが得られ、測定位置のずれの影響が低減される結果、負荷応力と $\cos\alpha$ 法による応力がほぼ 1:1 の関係を示すようになることがわかった。In-plane averaging と試料平面揺動法は等価であるが、測定位置に影響を受け難いことや測定時間が短い点で、試料平面揺動法の方がより実用的な方法である。ただし、X 線照射領域を大きくし過ぎると残留応力の位置分解能が低下するため、X 線照射領域を大きく取っても許される場合に対して有効な方法であると考えられる。なお、Cr-K β 特性 X 線の 311 回折と Mn-K α 特性 X 線の 311 回折の測定精度はほぼ同等であるが、現場測定性を考えた場合、フェライト系鉄鋼材料の測定に連続的に使用できることから、Cr-K β 特性 X 線を用いる方が利点があると考えられる。

第 5 章では、第 4 章で用いたものと同様の試験片について、フーリエ解析法による応力測定を行った。その結果、粗大結晶粒が応力値に与える効果 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ により、デバイリング上のひずみ $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ が平面応力状態からずれ、応力の測定精度が悪化することが判明した。また、In-plane averaging を行うことで、 $\delta\varepsilon_\alpha(\alpha)$ の影響を受けたひずみ $\varepsilon'_\alpha(\alpha)$ が平面応力状態のひずみ $\varepsilon_\alpha(\alpha)$ に近づき応力測定精度が向上することが確認された。さらに、In-plane averaging により、平均結晶粒径が 50 μm 程度の SUS304 について、フーリエ解析法と $\cos\alpha$ 法の測定精度が同等になることがわかった。また、X 線測定により得られたひずみをフーリエ解析しパワースペクトルを求め、その収束性を観察することで In-plane averaging の測定点数が十分であるかどうかを判断でき、本研究の平均結晶粒径 50 μm の場合は、測定点数 $n \geq 5$ で十分な測定精度が得られていると判断された。

以上のように、本研究では、フェライト系鉄鋼材料とオーステナイト系ステンレス鋼について $\cos\alpha$ 法とフーリエ解析法を適用し、その適用性を明らかにした。本研究により、 $\cos\alpha$

法とフーリエ解析法の応力測定値の妥当性が確認され、また、粗大結晶粒材料の測定精度向上法の提案とその有効性を示すことができ、両手法の工業的利用価値を高めることができたと思われる。ただし、本研究成果は、特定の材料と特定の測定条件に限定されたものである。測定法の工業的利用価値を更に高めるためには、本研究で取り上げた材料以外の種々の材料についても適用可否を明らかにし、また、最適な測定条件についても明らかにしなければならず、今後も検討を続ける所存である。最後に、本研究成果が、X線応力測定の産業利用、機械構造物の安全性・信頼性確保の一助になれば幸いである。

謝 辞

本研究は、著者が金沢大学大学院自然科学研究科機械科学専攻博士後期課程に在籍中の成果をまとめたものです。本研究を遂行するにあたり、快く主査をお引き受けいただき、あたたかいご指導と激励を賜りました金沢大学自然科学研究科教授 石川和宏先生に心より深く感謝いたします。また、本研究の審査に際して、ご多忙中にも関わらず大変有益なご教示、ご検討を賜りました、金沢大学大学院自然科学研究科教授 細川晃先生、教授 三木理先生、教授 渡邊千尋先生、准教授 宮嶋陽司先生に厚く御礼申し上げます。

金沢大学名誉教授 佐々木敏彦先生には、博士前期課程において X 線応力測定に関して取り組む機会を与えていただき、また、社会人学生として博士後期課程入学後も、研究の計画、実施および結果の検討など、全般にわたり終始たえまないご指導、ご鞭撻を賜りました。ここに、心より深甚の謝意を表します。

アドバンスソフト株式会社 宮崎利行博士（元金沢大学佐々木研究室研究員）には、フーリエ解析法について大変有益なご指導をいただきました。ここに、謝意を表します。

また、本研究は、株式会社コベルコ科研に在籍しながら推進されたものです。社会人学生として博士後期課程で研究に取り組む機会を与えていただき、学位取得の支援をいただいた株式会社コベルコ科研ならびに同社総務部の関係者の方々に深謝いたします。さらに、様々な便宜を図っていただいた、株式会社コベルコ科研顧問 河合孝哉氏、技術本部副本部長 廣岡栄子博士、計算科学センター長 山上達也博士、マルチフィジックスグループ長 高岸洋一博士、ターゲット事業本部副本部長 井上隆夫氏、技術本部機械・プロセスソリューション事業部機械技術部長 濱田猛博士、機械試験室長 下池利孝氏、構造技術部耐久試験室長 磯本敏彦氏に感謝申し上げます。

最後に、株式会社コベルコ科研技術本部計算科学センター主任研究員 中本久志博士、振音・衝撃グループ長 石原健一博士のご両名には、著者が入社して以来、業務全般のご指導をしていただきました。心より御礼申し上げます。