

放射光高エネルギー X 線を用いた ショットピーニング処理した鉄鋼の残留応力分布の評価†

柳瀬悦也* 西尾光司** 楠見之博**
新井和夫** 鈴木賢治*** 秋庭義明****
來海博央**** 田中啓介****

Residual-Stress Distribution of Shot-Peened Steel Estimated by High-Energy X-Rays from Synchrotron Radiation Source

by

Etsuya YANASE*, Kouji NISHIO**, Yukihiro KUSUMI**, Kazuo ARAI**,
Kenji SUZUKI***, Yoshiaki AKINIWA****, Hirohisa KIMACHI**** and Keisuke TANAKA****

This paper described a new nondestructive measurement of the in-depth distribution of residual stresses by using monochromatic high energy X-rays from synchrotron radiation source of SPring-8. The measurement was carried out by using the $\sin^2\psi$ method with the Ψ -diffractometer. It was first proved to have a high accuracy in measuring the loading stress by four-point bending.

The diffractions with five different penetration depths obtained by X-rays with three energy levels, 30, 60, and 72 keV, were adapted to measure the residual stress below the surface of shot-peened steels. The residual stress distribution measured by five penetration depths agreed well with the residual stress distribution determined by the conventional Cr-K α radiation combined with the method of the successive removal of the surface layer by electropolishing. The compressive zone extended 150 and 300 μm below the surface depending on the intensity of shot peening.

Key words: X-ray stress measurement, Synchrotron radiation, Shot peening, Residual stress, High energy x-rays

1 緒 言

X線回折法は、結晶質材料の残留応力の非破壊測定法として広く用いられている。特に鉄鋼材料の熱処理や表面処理によって導入される残留応力を管理するための現場技術として定着している。¹⁾しかしながら、通常のX線法ではクロムの管球を使用しており、このときのX線の侵入深さは数 μm 程度である。そのため、疲労強度の向上において重要なショットピーニングや、レーザピーニング、ウォータージェットピーニングなどによって導入される数 100 μm 程度の領域に広がる残留応力分布を得るためには、表面層を電解研磨で除去し測定を繰り返す手法が用いられてきた。この逐次表面除去法で測定された残留応力には表面除去の補正が必要であり、かつ時間もかかり、厳密な意味では非破壊的な方法とはいえない。

このX線法が極薄い表面層の応力測定であるという欠点を補う材料内部測定手法として、中性子応力測定法が注目されている。²⁾中性子応力測定法は、X線法と同様、結晶の回折を原理としており、しかも、侵入深さはX線より約 1000 倍大きく材料内部の測定に適している。しかしながら、中性子源の強度は強くないため、測定領域

は数 mm 以上を大きく取る必要があり、測定における空間分解能が低い。さらに、表面近傍では中性子が一部表面に抜けるため照射体積に起因する表面効果の補正が必要である。このため、表面処理材の数 100 μm 領域の応力分布を決定するには限界がある。

一方、第3世代の放射光 (Synchrotron radiation: SR) 施設である SPring-8 では、高輝度でしかも高指向性でかつ任意の波長の高エネルギー X 線が得られる。エネルギーが高くなるほどつまり波長が短くなるほど、X 線の侵入深さは大きくなる。このため高エネルギー X 線は、従来の管球型の実験室 X 線測定と中性子測定の間を埋める応力測定法として注目される。

高エネルギー X 線は透過能が優れているため、材料深部の応力評価に用いることができる反面、X 線検出器そのものも透過し易くなることから、その検出効率が低くなるとともに、X 線の整形も困難となり、ハンドリングが難しくなる。また、通常、応力評価に適したひずみ感度の高い高角度側の回折線は高次の回折となり、かつ X 線の回折強度を支配する原子散乱因子が $\sin\theta/\lambda$ (θ : 回折角, λ : 波長) の関数であることから、信号強度が著し

† 原稿受理 平成 13 年 10 月 10 日 Received Oct. 10, 2001

* 正会員 川崎重工業(株)技術研究所 〒278-8585 野田市二ツ塚, Tech. Ins., Kawasaki Heavy Industries, Ltd., Futatsuzuka, Noda, 278-8585

** (財)新産業創造研究機構 〒678-1205 兵庫県赤穂郡上郡町光都, The New Industry Res. Org., Akou-gun, Hyogo, 678-1205

*** 正会員 新潟大学教育人間科学部 〒950-2181 新潟市五十嵐, Faculty of Education & Human Sci., Niigata Univ., Ikarashi Niigata, 950-2181

**** 正会員 名古屋大学大学院機械工学専攻 〒464-8603 名古屋市千種区不老町, Dept. of Mech. Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

く低くなる。³⁾よって、回折強度が比較的強い低角度の回折線を利用せざるを得ない。このため、従来の高エネルギーSRを利用した応力評価ではエネルギー分散型のX線回折が利用されている。^{4), 5)}しかしながら、現在、エネルギー分散法では応力測定精度は十分でない。一方、単色のX線も利用されているが、 $\sin^2\psi$ 法を用いていず、測定精度も十分ではない。⁶⁾

そこで本研究では、SPring-8において単色の高エネルギーX線(30~72keV)を用いた $\sin^2\psi$ 法による応力測定法を検討した。機械構造用炭素鋼を実験材料とし、ショットピーニング条件を2種類に変え残留応力分布の異なった場合について、高エネルギーSRを用いた材料深部の残留応力非破壊評価法を検討した。

2 実験方法

2.1 材料および試験片

実験材料は機械構造用炭素鋼(JIS S45C)で、試験片形状に加工後、ショットピーニングの前に、850°C 1hの焼なましを行った。材料の降伏点は319MPa、引張強さは583MPaである。試験片は、板厚4mmで、ショット面は10×56mmである。

ショットピーニングは吸引噴射式のショットピーニング機を使用した。ショットは硬さHV=400の鋳鋼を使用した。焼なましのままの試験片にTable Iに示す2条件でショットピーニングした。表中の粒子径0.4mmによるピーニングをした試験片をMP(Moderately peened)試験片(試験片No.1)、0.8mmによるものをHP(Heavily peened)試験片(試験片No.2)と称する。

2.2 特性X線Cr-K α を用いた応力測定

実験室X線装置(マックスサイエンス: MXP18)を使用して、Cr-K α 線の平行ビームによるショットピーニング試験片表面下の残留応力分布を測定した。Table IIに応力測定条件を示す。並傾法を利用し、逐次電解研磨により表面層を除去しながら応力測定を繰り返した。 $\sin^2\psi$ 法において、0から0.5まで0.1刻みで測定し、標準に従い半価幅中点法によりピーク位置を決定した。 $\sin^2\psi$ 線図の直線近似した勾配Mに応力定数Kを掛けて応力を求めた。

$$\sigma = KM$$

$$M = \partial(2\theta) / \partial(\sin^2\psi) \quad (1)$$

応力定数Kは、次のX線の弾性定数の関数である。

Table II. X-ray conditions for stress measurement by Cr-K α radiation.

Method	Parallel beam method
Characteristic X-ray	Cr-K α
Filter	V
Diffraction plane	Fe(211)
Diffraction angle (deg)	156.41
Tube voltage (kV)	30
Tube current (mA)	200
Irradiated area (mm)	2×2
Scan speed (deg/min)	1
Preset time (sec)	2
X-ray Young's modulus E_x (GPa)	222
X-ray Poisson's ratio ν_x	0.272
X-ray value $E_x/(1+\nu_x)$ (GPa)	175
Stress constant (MPa/deg)	-318

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

ここで、EがX線のヤング率、 ν はX線のポアソン比である。使用した値は標準値⁷⁾でTable II中に示す。

2.3 高エネルギー放射光を用いた応力測定

高エネルギーX線応力評価実験は、SPring-8のビームラインBL02B1⁸⁾にて実施した。本ビームラインは17keV~72keVのエネルギーを持つ高輝度X線が利用可能であるとともに、高精度の多軸ゴニオメータが整備されている。

Fig. 1に実験に用いた回折計のレイアウトを模式的に示す。高エネルギーX線を利用した場合、測定し得る回折線のブラッグ角度は小さくなり、³⁾応力測定手法として並傾法を用いると、 $\sin^2\psi$ の測定範囲が狭くなる。このため、X線応力測定法として側傾法(ψ 一定法)を採用した。試料に照射するX線は4象限スリットにより高さ0.5mm×幅2.0mmに整形し、回折線の検出にはシンチレーションカウンタ検出器を用い、蛍光X線等の影響を取り除いた。また、検出器前には分解能0.03°長さ500mmの長尺ソーラスリットを設置した。

測定に用いた放射光はSi(311)の2結晶分光器を用いて単色化されており、実験室系で用いられる管球型X線源等と比較して、その平行性、単色性は極めて高い。このため、試料の結晶粒のサイズが実験室系の実験では問

Table I. Shot-peening conditions.

Condition	Nominal shot diameter (mm)	Air pressure (atm)	Coverage (%)
Medium peening (MP)	0.4	1.5	100
Specimen No.1			
Heavy peening (HP)	0.8	3.0	100
Specimen No.2			

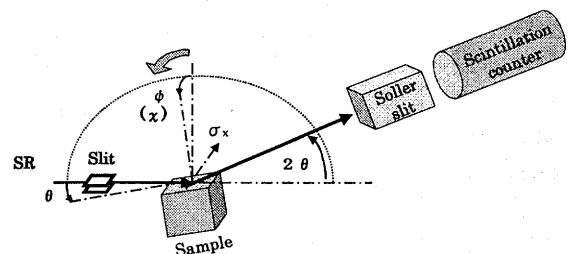


Fig. 1. Schematic illustration of X-ray stress measurement by synchrotron radiation.

題とならない程度の小ささであっても、放射光の高品質性から、直線であるべき $\sin^2\psi$ 線図に若干のうねりが見られることがある。このことから、本実験においては試料を ϕ 軸周り（試料面内）に約 1 秒に一回の速度で回転させながら、測定を行った。

本実験は比較的ブラッグ角度が小さい回折線を利用するため、 ψ 角度の変化に対して回折線シフト量が少なく、ゴニオメータ回転中心と測定点の位置ずれは、応力評価を行う上で測定精度上の問題となる。このため、試料を ψ 軸周りおよび試料面法線軸（ ϕ 軸）周りに回転させながら、光学顕微鏡で試料表面を観察し、試料表面の測定部位とゴニオメータ回転中心を $\pm 10\mu\text{m}$ 程度の精度で一致させた。

Table III に応力測定条件を示す。X線のエネルギーレベルとして、30, 60, 72keV の 3 種類として、また回折面は予めリートベルトシミュレーション RIETAN⁹⁾ により計算した強度の強い回折として、321 回折および 633, 552, 721 回折を利用した。ここで、ひずみ零のとき後者の 3 つの回折面間隔は等しく、回折角は等しい。

回折曲線は、633, 552, 721 回折は 1 つのプロファイルとしてガウス関数で近似し、そのピーク位置を回折角とした。321 回折も同様である。

2・4 X線侵入深さと測定応力値

X線強度は材料を透過するとき、透過距離 x に応じて指数関数的に減衰する。入射 X線強度を I_0 とすると、透過 X線強度は材料の線吸収係数 μ を用いて次式のように表される。^{1), 3)}

$$I = I_0 \exp(-\mu x) \quad (3)$$

X線の強度比 I/I_0 が $1/e$ の強度になる表面からの垂直深さを有効侵入深さ T とすると、側傾法に対して次式で表される。¹⁾

$$T = \frac{\sin \theta_0 \cos \psi}{2\mu} \quad (4)$$

また、並傾法については

$$T = \frac{\sin^2 \theta_0 - \sin^2 \psi}{2\mu \sin \theta_0 \cos \psi} \quad (5)$$

ここで、 θ_0 は無ひずみの回折角、 ψ は側傾法の傾斜角である。 $\psi=0$ のときの侵入深さは両者で等しく次式となる。

Table III. X-ray conditions for stress measurement by synchrotron radiation.

X-ray energy (keV)	30		60	72	
Diffraction	321	721*	321	321	721*
Diffraction angle (deg)	31.25	63.88	15.91	12.87	25.43
Preset time (sec)	2	20	1	2	10
Scan speed (deg/min)	0.3	0.03	0.3	0.06	0.018

* 633, 552, 721 diffractions

$$T_0 = \sin \theta_0 / 2\mu \quad (6)$$

Table IV には、各回折の線吸収係数 μ および T_0 に対する侵入深さをまとめる。Fig. 2 には T と $\sin^2\psi$ の関係を示す。ここで、Cr-K α 線の場合は並傾法で、その他は側傾法の侵入深さを示す。 T_0 の値は、Cr-K α 線で $5.5\mu\text{m}$ であるのに対して 72keV では最大 $186\mu\text{m}$ となり、34 倍位深く侵入する。

X線で測定される応力値は、試料厚み h とすると応力分布 $\sigma(z)$ を用いて次式で表される重み付き平均応力値である。^{1), 10)~12)}

$$\langle \sigma \rangle = \frac{\int_0^h \sigma(z) e^{-z/T} dz}{\int_0^h e^{-z/T} dz} \quad (7)$$

2・5 X線の弾性定数の測定

X線弾性定数の測定は、4点曲げ負荷状態で $\sin^2\psi$ 線図を求め、負荷応力に対する傾きおよび縦軸との交点の負荷応力に対する変化率から求めた。この実験に使用した試験片は、厚さ 2mm、幅 10mm、長さ 56mm で焼なましのままである。4点曲げにおけるピンの内スパンは 10mm、外スパンは 36mm である。圧縮側にひずみゲージを添付し、それをモニタして各設定ひずみでの $\sin^2\psi$ 線図を求めた。

3 実験結果および考察

3・1 ショットピーニングの表面下の残留応力分布

Cr-K α 線を用いて測定した残留応力分布を Fig. 3 に示

Table IV. Penetration depths of X-rays.

Energy (keV)	Linear absorption coefficient μ (cm^{-1})	Diffraction	Penetration depth T_0 (μm)
5.41*	889	211	5.51
30	63.64	321	21.2
60	9.272	633,552,721	41.6
72	5.902	321	74.6
		633,552,721	94.9
			186

*Cr-K α radiation

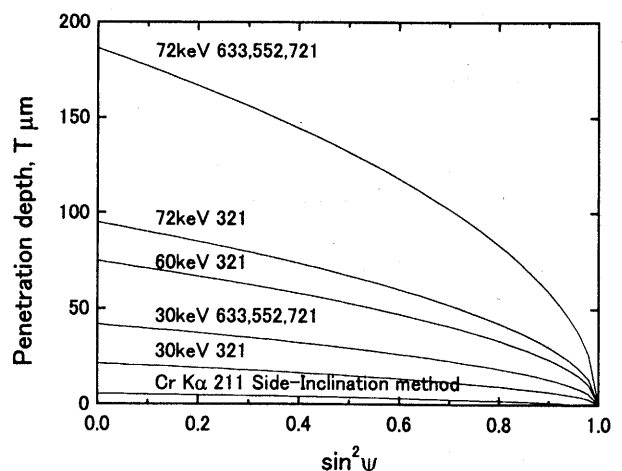


Fig. 2. Penetration depth of X-ray.

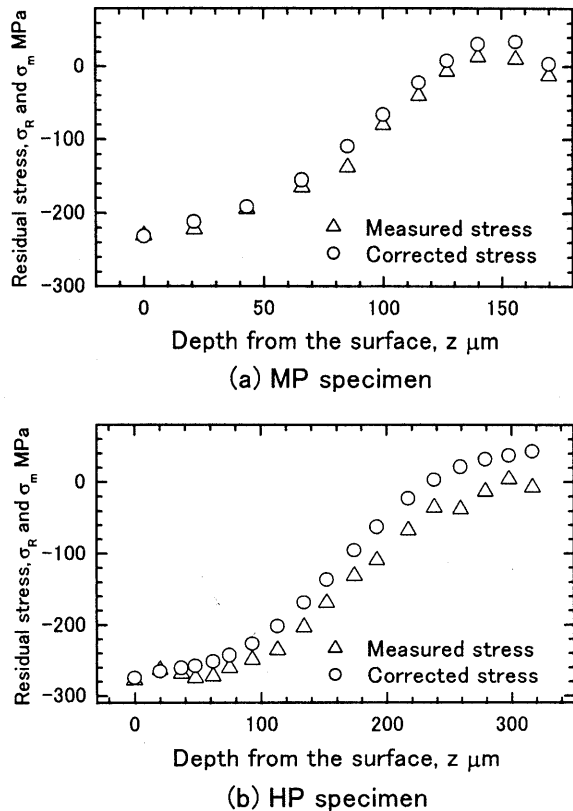


Fig. 3. Measured and corrected distributions of residual stress.

す。表面残留応力は圧縮であり、その残留応力が分布する領域深さ z_0 は MP 試験片で $150\mu\text{m}$ 、HP 試験片で $300\mu\text{m}$ である。ショット径が大きいほうが深くまで入る。¹³⁾ この z_0 の深さ以上では、ショットピーニングの影響が及んでいないので、残留応力は零と見なされる。

逐次表面層除去法で得られた残留応力の測定値から、次式を用いて表面除去の効果を補正した。¹⁴⁾

$$\sigma_R(z) = \sigma_m(z) + 2 \int_0^z \frac{\sigma_m(\xi)}{h-\xi} d\xi - 6(h-z) \int_0^z \frac{\sigma_m(\xi)}{(h-\xi)^2} d\xi \quad (8)$$

ここで、 $\sigma_m(z)$ は逐次表面層除去法で表面層 z で測定された応力、 $\sigma_R(z)$ が補正後の応力で、 h は板厚である。この補正後の残留応力値を白丸で示す。また、残留応力減衰したそれよりも内部の応力の測定値は零として補正後の応力を求めた。補正後の残留応力分布では、表面の圧縮にバランスする引張が存在する。

3・2 X線弾性定数

放射光による本光学系のアライメントを確認するため、鉄粉末を試料として $\sin^2\psi$ 法による応力測定を行った。Fig. 4 に示すように $\sin^2\psi$ の広い範囲で回折角の変化は無く応力値は零と見なすことができる。このことから逆に光学系のアライメントが達成されていることが確認できる。

放射光での測定が実験室の場合とは異なり低角の回折を利用するため、X線の弾性定数の測定をとおして精度検定を行った。また、X線弾性定数は一般に回折面に依

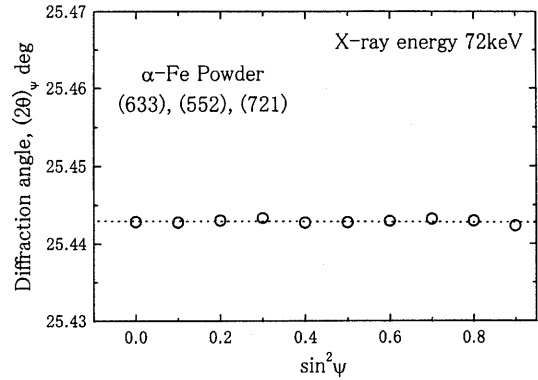


Fig. 4. $\sin^2\psi$ diagram of 633, 552, 721 diffractions for iron powder taken by high energy X-rays of 72keV.

存することが知られている。このため、X線応力評価においては、単独の回折面からの寄与のみを含む回折線を利用した測定が望まれる。しかしながら、高エネルギーX線を用いた実験においては、回折線の強度、角度、分離等を考慮すると、複数の回折面からの寄与を含む回折線の利用を余儀なくされる。本実験においても、回折角度が同じである 633, 552, 721 回折を利用することとし、この複数の回折を1つの回折と見なし、X線の弾性定数の測定を行った。なお、X線エネルギーは回折が低角となる 72keV で行った。

Fig. 5 が各負荷ひずみで得られた $\sin^2\psi$ 線図を示す。 $\sin^2\psi = 0$ から 0.5 の範囲でほぼ直線近似が成立し図中に回帰直線を示す。また、Fig. 6 には直線の勾配 M および縦軸との切片 $2\theta_{\psi=0}$ の負荷応力に対する変化を示す。ここで、負荷応力値は負荷ひずみに機械的弾性定数 $E_M = 211.4\text{GPa}$ を掛けて求めた曲げ試験片の表面における値である。Fig. 6 の関係を直線近似した回帰直線を図中に示す。ここで、切片と負荷応力の関係では、負荷応力が 80MPa 以上に対して直線近似した。これ以下の負荷応力での測定ではひずみ負荷時に回折角に移動があったものと考えられ直線近似より除外した。

X線弾性定数は、通常 $\sin^2\psi$ 線図の勾配および縦軸との切片の負荷応力に対する変化率から次式で求められる。¹⁾

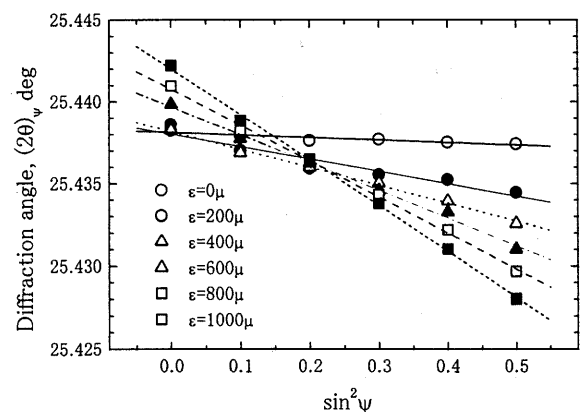


Fig. 5. $\sin^2\psi$ diagram of steel stretched to various strains. (633, 552, 721 diffraction, energy = 72keV)

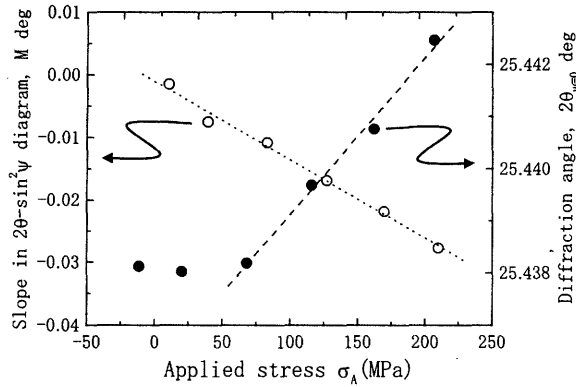


Fig. 6. Changes in slope and intercept of $\sin^2 \psi$ diagram with applied stress. (633, 552, 721 diffractions, energy = 72keV)

$$\frac{\partial M}{\partial \sigma_A} = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0$$

$$\frac{\partial \langle 2\theta \rangle_{\psi=0}}{\partial \sigma_A} = \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 \quad (9)$$

しかしながら、各負荷応力値 σ_A に対する傾き M および切片 $\langle 2\theta \rangle_{\psi=0}$ を測定された $\sin^2 \psi$ 線図より求める時、本実験の X 線エネルギーが 72keV と高く、侵入深さが深いため、4 点曲げ試験片の深さ方向の応力分布の影響を受けることが予想される。このとき、Fig. 5 を用いて直線近似により傾きと切片を求め、式 (9) により X 線の弾性定数を求めると、 $\sin^2 \psi$ 線図の非直線性の影響を若干受けることとなる。このため、付録で述べたように、 $\sin^2 \psi$ と $\langle 2\theta \rangle$ の非線形の関係について、便宜的に $\sin^2 \psi$ が 0 から 0.5 まで 0.1 刻みに対するデータ点を、最小二乗法により直線近似したものとして、X 線の弾性定数を評価した (後述の式 (20))。Fig. 6 からこの方法で評価した X 線の弾性定数は、 $E/(1+\nu) = 173.2\text{GPa}$ 、 $\nu = 0.363$ である。

一方、簡便な計算方法として、付録に述べたように 1 軸応力状態では、 $\sin^2 \psi$ の測定範囲 0 ~ 0.5 の直線近似で求まる応力は、 $\sin^2 \psi = 0.3$ での侵入深さ $T_{0.3} = 155.6\mu\text{m}$ の位置の応力値を測定していることになる。表面における応力を σ_0 とすると X 線で測定される負荷応力は $\sigma_A = 0.8444\sigma_0$ となる。この関係を使用し、式 (9) より X 線の弾性定数を求めると $E/(1+\nu) = 174.3\text{GPa}$ 、 $\nu = 0.356$ となる。この値は $\sin^2 \psi$ 線図の非線形性を厳密に考慮した場合とほぼ一致する。

Table V に示す単結晶の弾性定数¹⁵⁾から Kröner モデル¹⁶⁾を使って求めた X 線の弾性定数を Table VI に示す。表中にはリートベルトシミュレーション⁹⁾で求めた回折強度比も示す。321 回折の方位係数は、X 線標準で採用

Table V. Elastic constants of iron single and polycrystals.

Single crystal			Polycrystal		
C_{11}	C_{12}	C_{44}	E_M	ν_M	$E_M/(1+\nu_M)$
(GPa)	(GPa)	(GPa)	(GPa)		(GPa)
228.0	132.0	116.5	211.4	0.285	164.5

Table VI. X-ray elastic constants of iron polycrystals calculated by Kröner's model.

hkl	Intensity ratio	$E_x/(1+\nu_x)$ GPa	E_x GPa	ν_x
321	100	175.5	223.4	0.273
633	4.85	175.5	223.4	0.273
552	4.85	183.5	232.0	0.264
721	9.70	143.9	188.4	0.309

されている 211 回折と同一で、計算値も $E/(1+\nu) = 175\text{GPa}$ に等しい。一方、633, 555, 721 回折の X 線の弾性定数は互いに異なっている。ここで、強度比の重みを掛けて平均値を取ると計算値は $E/(1+\nu) = 162\text{GPa}$ となり、上で実測した値に非常に近い。このことより、放射光では低回折角を使用しているため、ひずみ感度が低い、入射ビームの平行性がよく強度は強いこと、さらに記録計の精度が通常の実験室の回折計より高いことから、十分の精度で応力測定が可能であると結論できる。次項の $\sin^2 \psi$ 法による応力算出においては、633, 555, 721 回折に対しては実測値 $E/(1+\nu) = 173\text{GPa}$ を、また 321 回折に対しては標準値 $E/(1+\nu) = 175\text{GPa}$ を用いて、式 (2) より計算される応力定数を用い、 $\sin^2 \psi$ 線図の直線勾配より応力値を決定した。

一方、ポアソン比は実測値のほうが計算値より大きい。これは、Fig. 6 に示すように、回折角のずれが生じており十分の数の測定点が得られていないためと考えられ、今後の再測定が必要であろう。

3・3 ショットピーニング材の残留応力非破壊測定

2 種類のショットピーニング処理を施した試験片について 3 種類のエネルギーを用いて $\sin^2 \psi$ 法による残留応力測定を行った。MP 試験片の X 線エネルギー 72keV、321 回折の $\sin^2 \psi$ 線図を Fig. 7 に示す。比較的低角度の回折であることから残留応力による回折線シフト量が小さいものの、 $\sin^2 \psi$ が 0 から 0.5 の範囲で良好な直線関係を示している。回帰直線の傾きから残留応力を評価した。また HP 試験片に対しても同様の測定を行った。

2 種類の試験片について、用いる回折線、X 線エネルギー

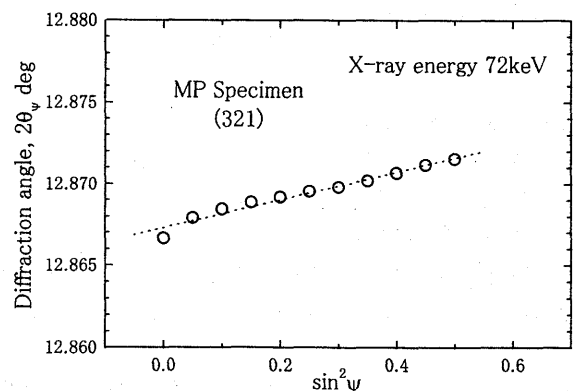


Fig. 7. $2\theta\text{-}\sin^2 \psi$ diagram of 321 diffraction of MP specimen. (energy = 72keV)

ギにより変化させた5つの侵入深さで応力評価した結果を Table VII および Table VIII に示す。表中には 68.3% 信頼限界も示すが、直線近似はほぼ成立している。本実験において観測される応力値は、式 (6) の侵入深さをパラメータとした重み付き平均値となる。ここで、 $\sin^2\psi$ 法で求まる残留応力は等 2 軸であり、このとき付録に述べるように大略侵入深さを T_0 (一定) としたときに対応するものと見なされる。つぎに、本実験結果と逐次表面除去法で得られた結果との比較を容易にするため、Fig. 3 の補正後の残留応力分布を用いて式 (7) により侵入深さ T に対する評価値 (積分応力値) を計算した。

Fig. 8 に計算値とともに、Table VII および Table VIII の実験結果を T_0 の位置にプロットした。高エネルギーの X 線を用いて、非破壊的に測定した値は、逐次表面除去法と比較して、侵入深さが浅いところではやや大きめに、一方、深いところではやや低めの圧縮応力となっているが、全体的にはよい一致が得られている。このことから、放射光高エネルギー X 線を用いた本 X 線応力評価手法が非破壊測定法として有効であることが結論づけられる。

ここまでの議論においては、試料内部の平面応力状態を仮定してきたが、本実験のように X 線侵入深さが深い X 線を使った場合、平面応力状態が内部まで成立していない可能性がある。このため、次に 3 軸応力状態であった場合について検討する。試料表面に垂直な方向に z 軸、本軸に垂直な軸を x, y 軸とする座標系をとり、それぞれの主応力値を $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ とすると、応力基礎式は、

$$(2\theta)_{\phi\psi} = 2\theta_{\phi\psi} - \frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi - \sigma_3) \sin^2 \psi - \frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \sigma_3 + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (10)$$

Table VII. Residual stress determined from $\sin^2\psi$ method for MP specimen.

Energy (keV)	Diffraction	Residual stress (MPa)
30	321	-281±19
	633, 552, 721	-242±14
60	321	-129±18
72	321	-117±7, -132±11
	633, 552, 721	-27±4

Table VIII. Residual stress determined from $\sin^2\psi$ method for HP specimen.

Energy (keV)	Diffraction	Residual stress (MPa)
30	321	-310±7
	633, 552, 721	-290±10
60	321	-243±14
72	321	-233±9, -189±31
	633, 552, 721	-111±5

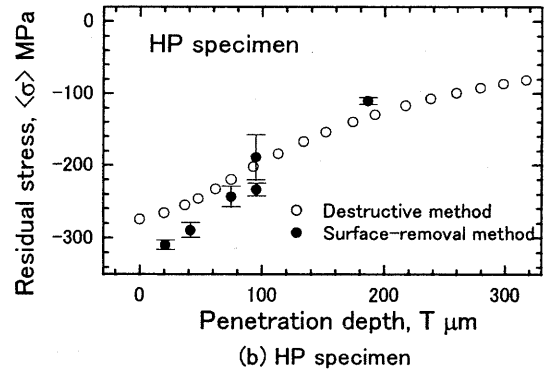
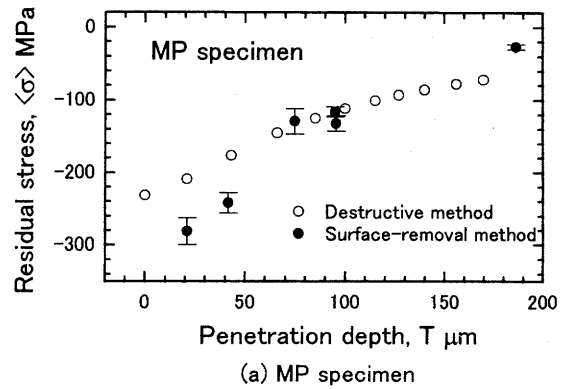


Fig. 8. Distribution of residual stress as a function of penetration depth.

で与えられる。本実験のように、測定時に試料を ϕ 軸周りに回転させている場合は、 ϕ 軸に対して平均をとり、 $(\sigma_1 + \sigma_2)/2$ を新たに σ_1 とすると、

$$(2\theta)_{\phi\psi} = 2\theta_{\phi\psi} - \frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 (\sigma_1 - \sigma_3) \sin^2 \psi - \frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \sigma_3 + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 (2\sigma_1 + \sigma_3) \quad (11)$$

となり、 $\sin^2\psi$ 線図の傾きより求めた応力値は試料面内の応力値 σ_1 ではなく $\sigma_1 - \sigma_3$ を示すこととなる。よって、Fig. 8 で示した放射光を用いた実験結果は σ_3 の効果も含んでいる可能性があるが、逐次表面除去法により得られた結果と比較すると、その効果は比較的小さいと思われる。このため、本実験における X 線侵入深さ程度においては、試験片内部の σ_3 はほぼ 0 であることが示唆され、平面応力状態を仮定した本報の結果は、非破壊応力評価値の第一近似として有効であることを示している。しかしながら、3 軸応力状態を考慮した解析・実験は高エネルギー放射光を用いた非破壊応力評価にとって重要となる可能性が高く、今後詳細な検討を進めていきたい。また、X 線侵入深さ内部で応力勾配があるとき、 $\sin^2\psi$ 線図に非線形が表れその非線形の解析を基に残留応力分布を解析する方法も提案されているが^{10)~12)}この方法についても今後検討する。

4 結 言

大型放射光施設 SPring-8 から得られる単色の高エネルギー X 線 (30, 60, 72 keV) を使用して、 $\sin^2\psi$ 法による応力測定法を開発し、ショットピーニングした炭素鋼表面下の残留応力の非破壊測定に応用した。高エネルギー X

線による非破壊測定値を, 従来の実験室 X 線を用い逐次表面除去法で測定された残留応力分布と比較した。

得られた結論は以下のとおりである。

(1) 高エネルギー X 線による高強度の回折角は低角であるが, 十分な精度での測定が可能である。

(2) 三つの回折 633, 552, 721 回折を 1 つの回折プロファイルとして解析しても, 応力測定は可能である。このとき実測した X 線の弾性定数は, 単結晶の弾性定数から Kröner モデルで求めた値に強度比の重み付き平均値に近い。

(3) 放射光を利用した高エネルギー X 線応力評価実験結果は, 逐次表面除去法により評価した結果と良い一致を示し, 本評価手法が材料深部の非破壊応力評価手法として有用であることを確認した。

付録 $\sin^2\psi$ 法の直線近似で算出した応力値

X 線侵入深さ内に応力勾配がある場合回折角と $\sin^2\psi$ の関係は非直線性を示す。しかし, この場合に対して通常の直線近似を行い, 直線の勾配に応力定数を掛けて求められる応力値がどの侵入深さの応力に対応するか検討する。ここでは, 回折角の測定は, $\sin^2\psi$ 法で 0 から 0.5 まで 0.1 刻みで行った場合を考える。

応力は 1 軸ないしは等 2 軸とし, 分布の深さ z 方向への分布が次式の直線分布で与えられるとする。

$$\sigma = \sigma(1 + Az) \quad (12)$$

例えば高さ h の平板に曲げ応力を加えたとき, 表面の応力を σ_0 として,

$$\sigma(z) = \sigma_0(1 - 2z/h) \quad (13)$$

となる。式 (10) を式 (7) に代入して,

$$\langle \sigma \rangle = \frac{\int_0^h (\sigma_0 + \sigma_0 Az) e^{-z/T} dz}{\int_0^h e^{-z/T} dz} = \sigma_0 + \sigma_0 AT \quad (14)$$

ここで, h は T に比較して十分大きいとした。測定される回折角が侵入深さの重み付き平均とすると, 次式が成立する。

$$\langle 2\theta \rangle = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \langle \sigma \rangle \sin^2 \psi + \frac{2\nu'}{E} \tan \theta_0 \langle \sigma \rangle + 2\theta_0 \quad (15)$$

ただし, ν' は 1 軸応力のとき ν で, 等 2 軸応力のとき 2ν である。ここで, $\langle \sigma \rangle$ は式 (14) で与えられる測定応力である。式 (14) を式 (15) に代入し, 次式を得る。

$$\langle 2\theta \rangle = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \sin^2 \psi (\sigma_0 + \sigma_0 AT_0 \cos \psi) + \frac{2\nu'}{E} \tan \theta_0 (\sigma_0 + \sigma_0 AT_0 \cos \psi) + 2\theta_0 \quad (16)$$

ここで, 側傾法の侵入深さ

$$T = T_0 \cos \psi \quad (17)$$

を使用した。

応力勾配が無視できないとき, 式 (9) で求まる $x = \sin^2\psi$ と $y = \langle 2\theta \rangle$ の関係は非線形となる。この非線形な関係を x_i が 0 から 0.5 まで 0.1 刻みに対して, 式 (13) より計算される $\langle 2\theta \rangle_i$ 値をデータ点として, 最小二乗法により

直線近似して評価したとき, 傾き M と切片 $\langle 2\theta \rangle_{\psi=0}$ は次式で計算される。

$$M = \frac{\sum x_i \sum \langle 2\theta \rangle_i - n \sum x_i \langle 2\theta \rangle_i}{(\sum x_i)^2 - n \sum x_i^2}$$

$$\langle 2\theta \rangle_{\psi=0} = \frac{\sum x_i \sum x_i \langle 2\theta \rangle_i - \sum x_i^2 \sum \langle 2\theta \rangle_i}{(\sum x_i)^2 - n \sum x_i^2} \quad (18)$$

上式により, M および $\langle 2\theta \rangle_{\psi=0}$ を求めると次式となる。

$$M = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 (\sigma_0 + 0.70994 \sigma_0 AT_0) - 0.58414 \frac{2\nu'}{E} \sigma_0 AT_0 \tan \theta_0 \quad (19)$$

$$\langle 2\theta \rangle_{\psi=0} = 0.020539 \sigma_0 AT_0 \frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 + 2\theta_0 + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 (\sigma_0 + 1.00628 \sigma_0 AT_0)$$

上式に, 4 点曲げの場合の $A = -2/h$, $\nu' = \nu$ を代入し, 633, 552, 721 回折の実験条件を代入し, 計算することから次式を得る。

$$\frac{\partial M}{\partial \sigma_0} = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \times 0.86795 + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 \times 0.10865 \quad (20)$$

$$\frac{\partial \langle 2\theta \rangle_{\psi=0}}{\partial \sigma_0} = \frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \times 0.0038202 + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 \times 0.81283$$

X 線の弾性定数の, 非線形性を考慮した評価では上式を使用する。

一方, $\sin^2\psi$ 法で 0 から 0.5 まで 0.1 刻みで測定した回折角と $\sin^2\psi$ の関係を, 通常の場合と同様直線近似を行い, 直線の勾配に応力定数を掛けて求められる応力値は次式となる。

$$\langle \sigma \rangle = \sigma_0 + 0.70994 \sigma_0 AT_0 + 0.58414 \sigma_0 AT_0 \nu / (1+\nu) \quad (21)$$

ここで, $\nu = 0.285$ とし, 1 軸応力状態の場合

$$\langle \sigma \rangle = \sigma_0 + 0.83950 \sigma_0 AT_0 \quad (22)$$

等 2 軸応力状態で

$$\langle \sigma \rangle = \sigma_0 + 0.96905 \sigma_0 AT_0 \quad (23)$$

となる。これらの式と, 式 (12), (14) と比較することにより, 1 軸応力状態ではほぼ $\sin^2\psi = 0.3$ の応力を測定することになる。一方, 等 2 軸応力状態では $\sin^2\psi = 0.06$ 侵入深さに対応する。この深さは応力分布にも依存しており一般的には決定できないが, 本研究ではショットピーニングは等 2 軸応力状態であるため T_0 に対応する深さの残留応力を測定していると仮定した。 T_0 と $T_{0.3}$ の比は 0.8367 である。

本研究は大型放射光施設 SPring-8 課題番号 2000 B0491 および 2001A0414 において行ったものである。また, 放射光利用実験実施にあたり, ビーム調整を始めとして様々な助言を頂いた BL02B1 担当者 JASRI 池田直

氏に深く感謝の意を表します。また、ショットピーニング処理では、(株)豊田中央研究所 小川一義博士の援助を得ました。

参 考 文 献

- 1) 日本材料学会編, “改著 X 線応力測定法”, p.54 (1981) 養賢堂.
- 2) K. Tanaka and Y. Akiniwa, *Materials Res. Inter. Special Tech. Publ.*, **1**, 412 (2001).
- 3) 菊田惺志, “X 線回折・散乱技術上”, p.80 (1996) 東京大学出版会.
- 4) D. Dantz, C. Genzel, W. Reimers and K. D. Liss, *Proc. 6th Int. Conf. on Residual Stresses, ICRS6*, 717 (2000).
- 5) T. Gnäupel-Herold, D. R. Haeffner, H. J. Prask and J. Matejiek, *Proc. 6th Int. Conf. on Residual Stresses, ICRS6*, 751 (2000).
- 6) R. A. Owen, P. J. Withers and P. J. Webster, *Proc. 6th Int. Conf. on Residual Stresses, ICRS6*, 82 (2000).
- 7) 日本材料学会 X 線材料強度部門委員会編, “X 線応力測定法標準” p.6 (1997) 日本材料学会.
- 8) 野田幸男, 菖蒲敬久, 池田 直, *日本結晶学会誌*, **42**, 12 (2000).
- 9) F. Izumi, “The Rietvelt Method”, p.236 (1995) Oxford Univ. Press.
- 10) 英 崇夫, 藤原晴夫, 西岡一水, *材料*, **30**, 274 (1981).
- 11) 吉岡靖夫, 佐々木敏彦, 倉元眞實, *非破壊検査*, **34**, 52 (1985).
- 12) 鈴木賢治, 田中啓介, 坂井田喜久, *材料*, **45**, 759 (1996).
- 13) 小川一義, 浅野高司, *材料*, **48**, 1360 (1999).
- 14) SAE, “Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction”, p.62 (1971) SAE.
- 15) A. E. Lord, Jr. and D. N. Beschers, *J. Appl. Phys.* **36**, 1620 (1965).
- 16) E. Kröner, *Zeit. Physik*, **151**, 504 (1958).