

レーザーショックピーニングされたチタン合金の残留応力分布の高エネルギー放射光による測定[†]

鈴木賢治* 菖蒲敬久** 田中啓介***

Measurement of Residual Stress Distribution in Laser-Shock Peened Ti-Alloy Using Hard Synchrotron X-Rays

by

Kenji SUZUKI*, Takahisa SHOBU** and Keisuke TANAKA***

A plate of a Ti alloy, Ti-6Al-4V, with a thickness of 9mm was laser-shock peened. The distribution of the residual stress throughout the plate thickness was nondestructively measured with the transmission and reflection conditions of the strain scanning method using hard synchrotron X-rays of 70keV energy. The distributions of the in-plane and out-of-plane strains were measured by using the 004 and 112 diffractions of α -Ti phase. In-plane strains measured in two perpendicular directions were nearly identical, confirming the equi-biaxial state of residual stresses. The out-of-plane strain measured for the 112 diffraction agreed with the value calculated from out-of-plane strains based on isotropic elasticity, while that for the 004 diffraction was higher than the prediction. The discrepancy for the case of the 004 diffraction was caused by the intergranular strain due to plastic anisotropy. The use of the 112 diffraction was recommended for the stress measurement. The residual stress on the surface was compression of about -500MPa and the compression zone extended about 1.8mm below the surface. The distribution of the half-value-breadth also shows a large increase in the subsurface compression zone.

Key words : Residual stress, Ti alloy, Synchrotron, Laser-shock peening, Intergranular strain

1 緒 言

表面改質技術として各種のピーニング法が利用されているが、ピーニングにより導入される残留応力と加工硬化層の表面下の分布状態を非破壊的に把握することは新しいピーニング手法の開発において不可欠である。現在、チタン合金の表面改質法としてレーザーショックピーニング法が注目されているが、残留応力分布とピーニングとの関係は明確でない¹⁾

高エネルギー放射光の強い透過力を利用して精度よく深さ方向の残留応力を得ることが可能である。その手法としてひずみスキャン法の研究が進んでおり、試料表面からX線ビームが入射し、試料表面へX線が回折する、いわゆる反射法での表面補正により高精度の応力分布測定が可能となっている^{2), 3)}一方、放射光でもアンジュレータを光源とするものは、偏向電磁石による光源に比較して100倍以上の高輝度X線を取り出せる。このため、アンジュレータ光源による高エネルギーX線を用いれば、前述の反射法に対して、入射X線を表面から入射し厚い板を透過した背面から回折X線を取り出して測定する、いわゆる透過法による応力分布測定も十分に期待できる。さらに、応力測定の空間分解能を高めるためには、入射、

回折に伴うX線の発散を減らすためにアナライザを必要とする⁴⁾しかし、アナライザによるX線強度の減衰は非常に大きく、偏向電磁石からの光源ではX線回折を利用した内部の応力測定はあまり期待できず、アンジュレータ光源が不可欠である。

本研究では、レーザーショックピーニングされたチタン合金を対象材料として、大型放射光施設(SPring-8)においてアンジュレータから高エネルギーX線を取り出せるビームラインを利用して、アナライザを用いた透過法による応力測定を行い、表面から裏面までの応力分布を測定した。また、反射法と透過法により得られた応力分布から、透過法と反射法に現れる回折面による異方性の問題を検討し、異方性の影響の少ない回折面による実験も行った。さらに、表面から裏面までのX線回折線幅を利用して表面加工層を評価する方法も提案する。

2 実験方法

2・1 試験片および表面処理

本研究では、Fig. 1に示すように一辺50mmの正方形、厚さ9.0mmのチタン合金の板材を試験片とした。チタン合金の材質はTi6Al4Vで稠密六方晶(α -Ti)の組織が主であった。使用されたTiは、 β トランザス温度以下で

[†] 原稿受理 平成18年5月29日 Received May 29, 2006 ©2007 The Society of Materials Science, Japan

* 正会員 新潟大学教育人間科学部生活環境学科 〒950-2181 新潟市五十嵐2の町, Dept. of Tech. and Living Sci., Niigata Univ., Igarashi-2-nicho, Niigata, 950-2181

** 正会員 スプリングエイトサービス(株) 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都, SPring-8 Service Co Ltd., Koto, Sayo-gun, Hyogo, 679-5148 日本原子力研究開発機構量子ビーム応用研究部門放射光科学研究ユニット

*** 正会員 名古屋大学工学研究科機械理工学専攻 〒464-8306 名古屋千種区不老町, Dept. of Mech. Sci. Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

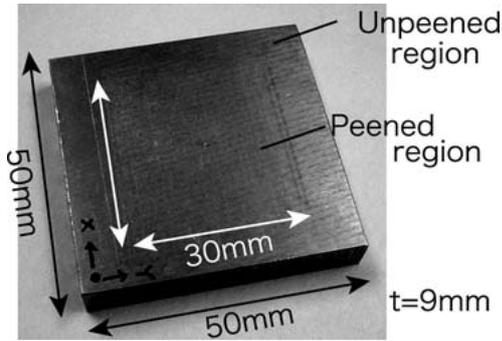


Fig. 1 Laser-shock peened Ti-alloy sample.

熱間圧延され、除冷されたものである。結晶粒径は $7.5 \mu\text{m}$ である。

この試験片の中央部 $30\text{mm} \times 30\text{mm}$ の領域にレーザーショックピーニングにより表面処理を施し、残留応力層を形成した。レーザー照射エネルギー密度は、 $180\text{J}/\text{cm}^2$ とし、カバレッジは 200% である。表面処理による大きな反りなどは見られないが、表面処理領域にはレーザー照射痕による粗さがみられた。

本実験に使用した各回折面の X 線の弾性定数は、 α -Ti の単結晶の弾性定数 c_{ij} の値⁵⁾ から計算した。多結晶体の弾性定数の計算は、Kröner モデル⁶⁾ を用いた。Table 1 にその単結晶の弾性定数 c_{ij} の値を示す。また、計算により得られた 001 回折 (004 回折) および 112 回折のヤング率 E 、ポアソン比 ν および機械的弾性定数を Table 1 にまとめた。

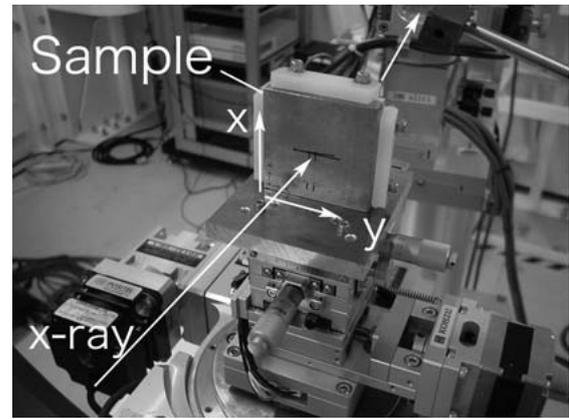
2・2 高エネルギー X 線応力測定

高エネルギー放射光実験は、大型放射光施設 (Spring-8) 内の日本原子力研究開発機構専用ビームライン BL22XU において行った。ビームライン BL22XU の 4 軸回折装置は水平ゴニオメータ式回折装置であり、ゴニオメータのカウンターが重力の影響を受けにくく、高精度の回折角測定ができ、高エネルギー放射光によるひずみスキャンニングに適している。

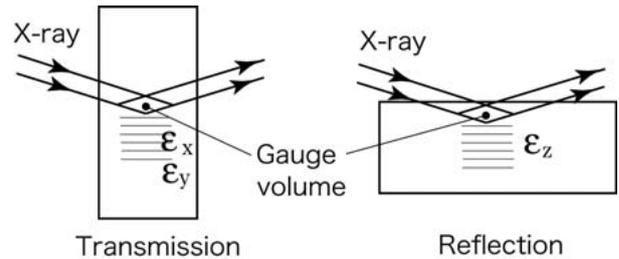
Fig. 2 (a) に試料台に装着した試験片の様子と試料座標系を示す。この試料の面内方向に x - y 軸、板厚さ方向を z 軸とし、レーザーショックピーニング面を $z = 0$ とした。試料台を xyz 軸上に移動することで、試料の任意の位置のひずみ分布を測定できる。残留応力測定した位置

Table 1 Elastic constants of α -Ti.

Stiffness (GPa)				
c_{11}	c_{12}	c_{13}	c_{33}	c_{44}
162.4	92.0	69.0	180.7	46.7
X-ray values: E (GPa), ν				
(001)	128.4	0.298		
(112)	113.2	0.324		
Mechanical values: E_m (GPa), ν_m				
	114.7	0.322		



(a) specimen on sample stage.



(b) X-ray path and configuration of specimen.

Fig. 2 Configuration of specimen.

は、レーザーショックピーニング面中心部で、深さ方向 (板厚方向) に分布を測定した。Fig. 2 (b) にはひずみスキャンニング法における透過法 (transmission) と反射法 (reflection) の光路と試験片の配置を示す。面内方向のひずみ ϵ_x, ϵ_y は透過法で、面外方向のひずみ ϵ_z は反射法で測定する。なお、図 (a) の写真は透過法で測定するために試料を設置している様子であり、反射法による測定では、試料を鉛直軸に 90° 回転した向きで測定される。

アンジュレータ光源の放射光を分光器にて単色化し、ベリリウムレンズで集光した後、ビームラインのハッチに導かれる。ひずみスキャンニング法の光学系について Fig. 3 に示す。図中の寸法の単位は mm である。入射 X 線は試験片の前の入射スリット DS1 にてビームサイズを高さ 2mm 、幅 0.2mm に制限される (112 回折による実験では、 $1.0 \times 0.2\text{mm}^2$)。O 点にある試験片のゲージ体積から回折した X 線は、入射スリットと同じ寸法に設定された受光スリット RS1 にて制限され、アナライザに導かれる。入射および受光スリットで作られる領域がゲージ体積となる。完全結晶に近く角度発散が少なく、高エネルギー X 線に適したアナライザが要求されるので、本研究では Ge (111) 結晶を使用した。Ge アナライザの優れたコリメーションにより理想的なゲージ体積の形状が

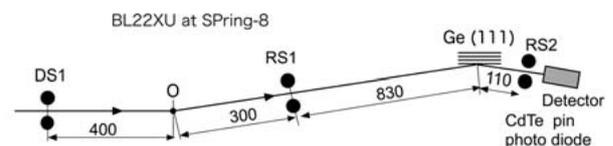


Fig. 3 Optics for stress measurement.

実現される。アナライザを通った回折 X 線は CdTe ダイオード検出器で計測した。CdTe ダイオード検出器は、通常使用される NaI 検出器に比べてエネルギー分解能が非常によいので、シグナルとノイズの比 (SN 比) のよいデータを得ることができる。

ひずみ測定に用いた格子面は、 α -Ti の 004 回折および 112 回折の 2 種類である。測定条件を Table 2 に示す。なお、004 回折と 112 回折で波長、スリットサイズが異なるのは、各回折面での測定時期がビームタイムの都合で異なったためである。

回折角はガウス関数で近似され、ブラックの条件より格子面間隔 d_{hkl} を計算した。測定方向のひずみ ε_i は回折格子面間隔 d_{hkl} から以下の式で求められた。

$$\varepsilon_i = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0}, \quad (i = x, y, z) \quad (1)$$

ただし、 d_0 は無ひずみの格子面間隔であり、Table 2 に示した各格子面に対する d_0 の値は、あらかじめ試料から放電加工で切り出した薄片 (厚さ 1.5mm, 幅 9mm, 長さ 16mm) を用いて、ひずみスキャンの前に測定して決定したものである。この d_0 から各方位のひずみを算出した。なお、本研究では反射法と透過法との違い、また回折角の違いをそのまま比較・把握するために、回折角の表面補正²⁾を施さずに格子面間隔 d を求めている。

測定に際して、位置による回折強度の変化があったので、平均化のために ± 2 mm の水平揺動を行った。揺動方位は試料面内で水平方向として、結晶粒数が増え、かつ深さ方向の応力分布測定の空間分解能が下がらないように注意した。

3 実験結果および考察

3・1 004 回折によるひずみの透過法測定

レーザーピーニング面から深さ方向の残留応力の分布を測定するために、透過法により x 方向および y 方向の回折角 2θ の変化を測定した。ゲージ体積の幾何中心の位置が試料表面にあるとき、 $z = 0$ と定義した。 α -Ti の 004 回折強度は測定に十分であり、厚さ 9mm の Ti 板を透過して表面から裏面まで測定ができた。Fig. 4 に示す x および y 方向の回折角 2θ の測定結果から、アンジュレー

タ挿入光源からの高エネルギー X 線を利用すれば、透過法による測定が可能であることがわかる。

Fig. 4 の結果をもとにブラックの条件から格子面間隔 d_{hkl} を計算し、Table 2 の無ひずみの 004 回折の格子面間隔 d_0 を用いて、ひずみを式 (1) から計算した。面内方向のひずみ $\varepsilon_x, \varepsilon_y$ を Fig. 5 に示す。Fig. 5 の x および y 方向のひずみ $\varepsilon_x, \varepsilon_y$ を比較するとほとんど差がないので、ほぼ等 2 軸応力状態であることがわかる。レーザーショックピーニング面に圧縮の残留応力が導入され、それに力とモーメントのバランスで内部に引張残留応力、背面に圧縮残留応力が生じている。

3・2 004 回折によるひずみの反射法測定

回折強度を表すものとして回折ピーク強度を例に、透過法 (x, y 方向) と反射法 (z 方向) による回折強度の違いを Fig. 6 に示した。

一般に、透過法においては板厚さが大きくなると X 線光路が長くなり、X 線強度の減衰により測定が困難になる。アンジュレータからの高エネルギー X 線を用いれば、厚さ 9mm のチタン合金の残留応力を十分に測定できる。図に示されるように、透過法による測定ではゲージ体積の位置が表面から内部に向かい試料と重なるゲージ体積が増えるので、回折ピーク強度が高くなる。試料

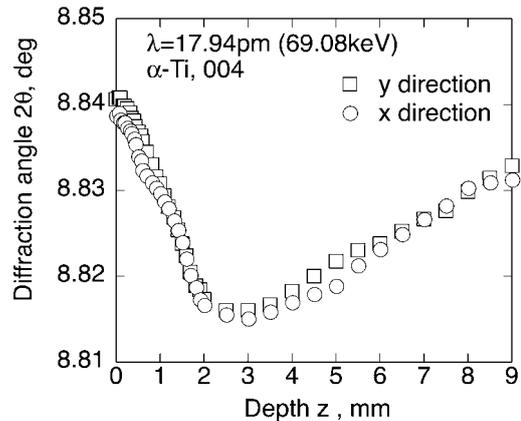


Fig. 4 Change in diffraction angle measured by transmission method.

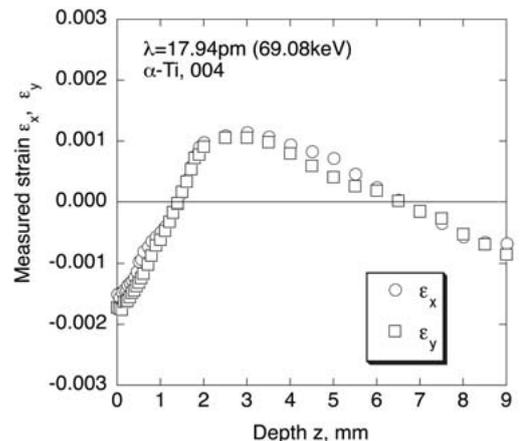


Fig. 5 Distributions of in-plane residual strain using 004 diffraction.

Table 2 X-ray conditions for strain scanning method.

Material	Ti6Al4V	
Crystal	α -Ti, hexagonal	
Surface treatment	Laser-shock peening	
Insertion device	Undulator	
Diffraction	004	112
Wavelength, keV	69.08	69.99
Slit size, mm ²	2.0 × 0.2	1.0 × 0.2
2 θ , deg	8.818	8.2040
$\Delta 2\theta$, deg/step	0.004	0.003
d_0 , pm	116.598	123.8123
Oscillation	± 2 mm	

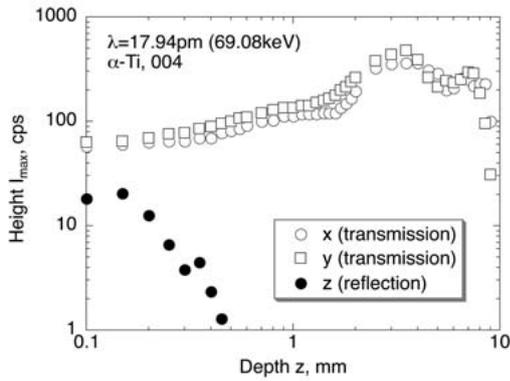


Fig. 6 Change in peak height with depth.

背面からゲージ体積が抜け始めると回折に寄与するゲージ体積が減るので、再び回折ピーク高さが減少する。透過法の場合は、X線が試料厚さを透過できれば、ゲージ体積の深さによる強度変化はあまり顕著ではない。

一方、反射法ではゲージ体積の深さ z とともに試料内のX線光路が長くなるので、反射法で測定できる深さには限界がある。図に示すようにゲージ体積が表面から内部に入ると $z = 0.1\text{mm}$ までは試料と重なるゲージ体積が増えるので、反射法による (z 方向) 回折ピーク高さは増加するが、それ以降は回折強度が急激に減少する。また、表面における回折X線強度を透過と反射と比較すると、反射法の回折強度が小さいことから、本実験で用いた試料は面内方向垂直に $\langle 001 \rangle$ 方位の結晶が少なく、集合組織を有することがわかる。

反射法により測定した面外ひずみ ε_z を Fig. 7 示す。面外ひずみ ε_z の値が極表面で急激に低下している傾向は、表面補正をしていない影響である。表面効果の影響は、反射法で顕著であるが、透過法では少ない。¹⁾ 図には、先に述べた面内ひずみ ε_x と ε_y とを併せて示した。平面応力の場合の面外ひずみ ε_z は、

$$\varepsilon_z = -\frac{\nu}{E}(\sigma_x + \sigma_y) = \frac{-\nu}{1-\nu}(\varepsilon_x + \varepsilon_y) \quad (2)$$

で与えられる。この式から計算される面外ひずみ ε_z の値

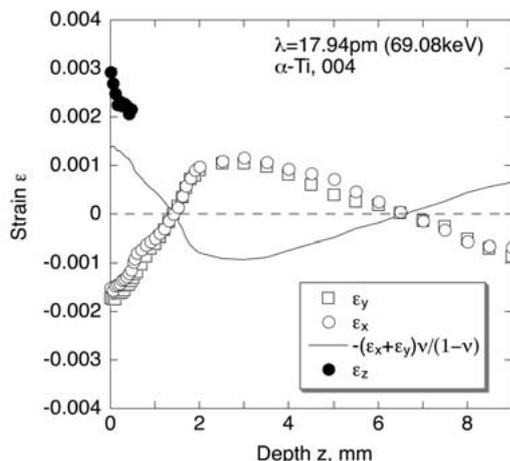


Fig. 7 Comparison between in-plane strain and out-of-plane strain.

を図中の実線で示した。面内ひずみ $\varepsilon_x, \varepsilon_y$ から計算された面外ひずみと測定された面外ひずみ ε_z の値は一致しない。

この原因については、回折格子面 004 が粒間ひずみの影響が大きいなどの原因が考えられる。なお、004 回折における ε_z と $\varepsilon_x, \varepsilon_y$ との関係の不一致の原因として面外応力成分がある場合は、後述の 112 回折でも同様の不一致を示さなければならないが、そのようなことはなかった。このことから面外応力成分の存在はなく、平面応力の仮定に問題はないと考える。

Daymond らは、単軸引張りを受ける α -Ti の負荷方向および負荷方向垂直のひずみを多数の回折面を用いて中性子回折法でその場観察し、⁷⁾ 002 回折は塑性変形下で負荷応力に対するひずみ変化の軸方向依存性が大きいことを指摘している。同様に本研究でも、004 回折はピーニング面内ひずみ (透過法) とピーニング面外ひずみ (反射法) で一致しない。これは、塑性変形の回折面依存性が影響しており、いわゆる粒間ひずみによる影響であることが予想される。粒間ひずみの影響が大きい回折面については、反射法による面外ひずみから等 2 軸平面応力を仮定して面内ひずみを求めると大きな誤差を与えるので、注意が必要である。ピーニングなどの塑性変形においては、粒間ひずみの影響が考えられるので、次に、粒間ひずみの影響の少ない回折格子面を利用することを検討した。

3・3 112 回折によるひずみ測定

回折格子面 004 については、粒間ひずみの影響、塑性変形異方性の影響が大きいことがわかったので、他の回折格子面について検討するために、112 回折を利用した。回折格子面 004 の場合と同様に測定、処理した結果を Fig. 8 に示す。ここでは、前節の結果から等 2 軸応力を仮定して面内方向のひずみは y 方向のみを測定した。図中の破線は、面内ひずみ ε_y の測定値から等 2 軸平面応力 ($\varepsilon_x = \varepsilon_y$) を仮定して式 (2) を用いて計算した面外ひずみの計算値を示している。112 回折格子面では、図からわかるように透過法および反射法で測定した面内ひずみ ε_y と面外ひずみ ε_z は、計算した結果とよく対応している。このことから、112 回折格子面は粒間ひずみの影響が少な

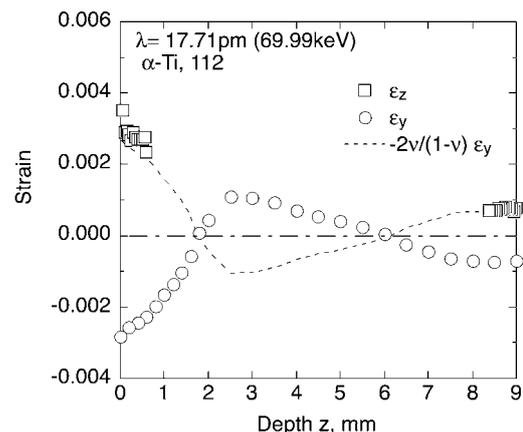


Fig. 8 In-plane and out-of-plane strain distributions measured using 112 diffraction.

く、マクロ応力を評価するのに適した回折格子面といえる。また、表面補正をしていないので、ひずみ ϵ_z は反射法の極表面で大きくなっている。

回折格子面による粒間ひずみの原因は、塑性変形による結晶変形が回折面により異なるために生じる。そのような影響の少ない回折格子面を利用することは、塑性した金属材料の残留応力の評価が必要である。

3・4 残留応力分布

透過法により測定されたひずみ ϵ_y から等2軸平面応力状態を仮定した次式、

$$\sigma_y = \frac{E}{1-\nu} \epsilon_y \quad (3)$$

を用いて面内方向の残留応力 σ_y を求めた結果を Fig. 9 に示す。この図には、112 回折および 004 回折により測定された結果を併せて示してある。応力の算出には、Table 2 に示す各回折面に対する Kröner モデルによる弾性定数を用いた。112 回折による残留応力は、前述のように粒間ひずみの影響が少なく機械的残留応力に等しい結果を与える。レーザショックピーニングを受けた表面では、圧縮で-500MPa 近い残留応力が発生しており、その圧縮残留応力層の深さも約 1.8mm となり、レーザショックピーニングは、チタン合金に対して深く大きな圧縮残留応力層を形成することができる。図には、残留応力の力による厚さ方向のバランスを求めた結果を σ_{hkl} で示した。各バランス応力をみると数十 MPa の誤差がみられるが、測定の精度としては十分と考えられる。また、断面方向のモーメントのつり合い M を以下の式で評価した。

$$M = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{\sigma_{i+1} - \sigma_i}{4} (z_{i+1}^2 - z_i^2) \quad (4)$$

ただし、 n は測定点数、 σ_i と z_i は各測定点の応力と深さである。その結果、004 回折で 4.32Nm、112 回折で 4.33 Nm であり、測定精度として十分である。

3・5 半価幅分布

X 線回折線の広がり、結晶の塑性変形量に対応している。Fig. 10 に透過法により測定した深さ $z = 0.6\text{mm}$ および $z = 5\text{mm}$ で測定された 112 回折のプロファイルを

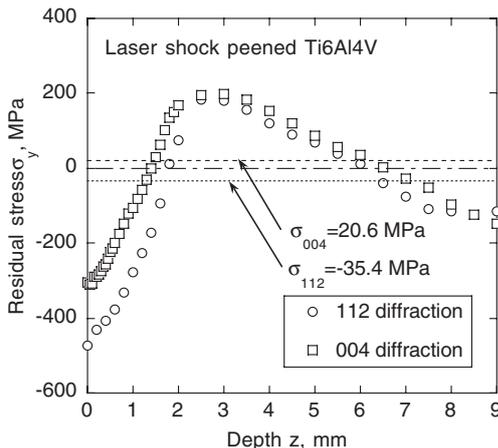


Fig. 9 Residual stress distributions by 112 and 004 diffractions.

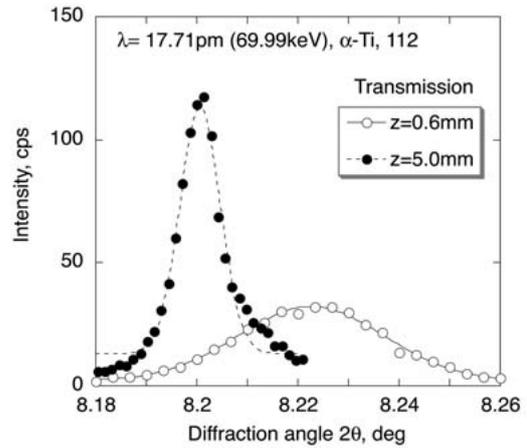


Fig. 10 X-ray diffraction profiles.

す。なお、図中の破線はガウス関数近似した結果を示している。深さ $z = 0.6\text{mm}$ の位置はレーザショックピーニング面の直下であり、大きな塑性変形を受けている。一方、深さ $z = 5\text{mm}$ の位置は試験片板厚さのほぼ中央に位置し、レーザショックピーニングによる塑性変形を受けていない位置に相当する。図からわかるように、両者の回折曲線の広がりには明らかに差があり、塑性変形を受けた領域では回折線が広がりを生じ、ピーク高さが低くなっている。深さ $z = 5\text{mm}$ の回折曲線は広がりが少なく、ピーク高さが高くなっている。以上のように、回折曲線の形状から表面処理の影響層を評価することが可能である。

112 回折および 004 回折の透過法により測定した測定された半価幅 (FWHM) の深さ方向の分布を Fig. 11 に示す。いずれの回折線の半価幅もレーザショックピーニング面付近では大きく、塑性変形層を過ぎると急激に減少する。レーザショックピーニングによる変形層は表面下約 1.8mm まで達している。この領域は、表面下の圧縮残留応力が存在する領域と一致している。また、回折面による半価幅の差は小さい。Fig. 11 において 112 回折の半価幅が 7 から 8mm 付近で増加しているのは、回折曲線の高角度側裾に小さなノイズの影響であった。レーザショックピーニングによる塑性変形の影響層は両回折面

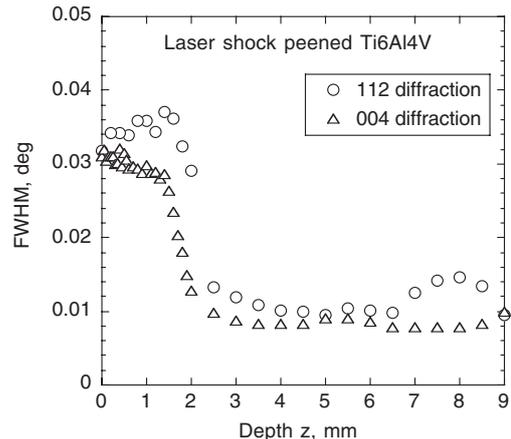


Fig. 11 Distribution of residual stress and FWHM.

で十分に評価でき、表面処理層の非破壊評価方法として利用できる。

4 結 言

本研究では、レーザーショックピーニングされた厚さ9mmのTi6Al4V板の深さ方向の残留応力分布をひずみスキャンニング法を用いて測定した。得られた結果をまとめると以下ようになる。

(1) アンジュレータからの70keV相当の高エネルギー放射光を利用する場合、Ge(111)アナライザを用いて9mm厚さのTi板を透過法で非破壊的に応力測定することが可能である。

(2) α -Tiの004回折を利用したひずみ測定では、透過法と反射法によるひずみとの関係は等方弾性の関係から外れる。これに対して、 α -Tiの112回折を利用したひずみ測定では、粒間ひずみの影響が少なく、反射法によるひずみと透過法によるひずみとが等方弾性の関係で結ばれている。

(3) レーザーショックピーニングされた表面には約-500MPaの残留応力が生じ、圧縮残留応力層の深さは約1.8mmであった。また、測定された残留応力は、板厚さ断面での力とモーメントのつり合いが満たされている。

(4) 透過法による回折曲線の広がりの変化からレーザーショックピーニングによる塑性変形層の深さの同定が可能であり、半価幅が増加している領域では、圧縮残留応力域の深さに一致した。

参 考 文 献

- 1) R. K. Nalla, I. Alten, U. Noster, G. Y. Liu, B. Scholtes and R. O. Ritchie, "On the influence of mechanical surface treatment deep rolling and laser shock peening on the fatigue behaviour of Ti6Al4V at ambient and elevated temperatures", *Materials Science and Engineering*, Vol.A355, pp.216-230 (2003).
- 2) S. Machiya, Y. Akiniwa, K. Suzuki, K. Tanaka, T. Kurimura and H. Oguma, "Measurement of residual stress distribution by strain scanning method using high energy X-rays from synchrotron source", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.71, No.711, pp.1530-1537 (2005).
- 3) T. Shobu, J. Mizuki, K. Suzuki, Y. Akiniwa and K. Tanaka, "Correction of surface aberration in strain scanning method with analyzer", *Journal of the Society of Material Science, Japan*, Vol.55, No.1, pp.101-108 (2006).
- 4) P. J. Withers, M. Preuss, P. J. Webster, D. J. Hughes and A. M. Korsunsky, "Residual stress measurement by synchrotron diffraction", *Materials Science Forum*, Vols.404-407, pp.1-12 (2002).
- 5) E. S. Fisher and C. J. Renken, "Single-crystal elastic moduli and the hcp \rightarrow bcc transformation in Ti, Zr, and Hf", *Physical Review*, Vol.135, No.2A, pp.A482-A494 (1964).
- 6) E. Kröner, "Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls", *Zeitschrift für Physik*, Vol.151, pp.504-518 (1958).
- 7) M. R. Daymond and N. W. Bonner, "Lattice strain evolution in IMI 834 under applied stress", *Materials Science and Engineering*, Vol.A340, pp.272-280 (2003).