

## アナライザを用いたひずみスキヤニング法の表面効果の補正†

菖 蒲 敬 久<sup>\*,\*\*</sup> 水 木 純 一 郎<sup>\*\*</sup> 鈴 木 賢 治<sup>\*\*\*</sup>  
秋 庭 義 明<sup>\*\*\*\*</sup> 田 中 啓 介<sup>\*\*\*\*</sup>

### Correction of Surface Aberration in Strain Scanning Method with Analyzer

by

Takahisa SHOBU<sup>\*,\*\*</sup>, Junichiro MIZUKI<sup>\*\*</sup>, Kenji SUZUKI<sup>\*\*\*</sup>,  
Yoshiaki AKINIWA<sup>\*\*\*\*</sup> and Keisuke TANAKA<sup>\*\*\*\*</sup>

When a gauge volume sank below a specimen surface, the diffraction angle shifts. Thus, it is required to correct the surface aberration. For the annealed specimen of S45C, the shift in the diffraction angle was investigated using a strain scanning method with Ge (111) analyzer. This phenomenon was caused by the difference in the centroid between the geometric and the instrumental gauge volumes. This difference is explained by the following factors; 1) the change in the gauge volume by the divergence of the analyzer, 2) the X-ray penetration depth, 3) the gap of the centre line between the double receiving slits due to mis-setting the analyzer. As a result, the correcting method considered into these factors was proposed. For the shot-peened specimens of S45C, the diffraction angles were measured and corrected by our method. The distribution of the residual stress agreed with that obtained by the removal method.

**Key words :** Residual stress, Hard synchrotron X-ray, X-ray stress measurement, Strain scanning method

#### 1 緒 言

機械、構造物の設計や寿命評価には、構成部材に発生する応力を正確に把握することが不可欠である。応力腐食割れ (Stress Corrosion Cracking) に対する機構説明、および安全対策は急務となっている。この SCC やコーティング材のように材料の表面から数百  $\mu\text{m}$  までの深さにおける残留応力を知ることは大変重要であるが、これまでの非破壊的に行われてきた X 線、および中性子回折において手が届かない領域とされてきた。

高エネルギー放射光 X 線は、この問題を解決する鍵を握っており、例えば鉄鋼材に 70keV の X 線を入射した場合、X 線の強度が  $1/e$  になる深さは 1.2mm であることから多大なる期待がある。しかも放射光は高輝度、高分解能であることから微小領域の測定も可能となり、これまでに測定が困難とされてきたものに手が届こうとしている。

X 線を用いた応力測定手法としては  $2\theta-\sin^2\psi$  法が最も一般的である<sup>1)</sup>が、応力値を得るために測定時間を要すること、深さ方向の応力分布を直接測定できないなどの短所もある。一方、ひずみスキヤニング法は、高エネルギーの入射 X 線束と受光側のスリットで作られるゲージ体積 (gauge volume) の平均ひずみを測定し、試料を移

動してゲージ体積を法線方向に移動させることで、表面下のひずみ分布を迅速に測定できるものである。<sup>2)</sup>

この測定手法においては、

- $2\theta-\sin^2\psi$  法に比べて測定時間が短縮できる。
- 深さ方向の応力分布など 3 次元測定が可能である。

などの優れた特徴を持っているが、

- (1) 高精度の光学系のあり方
- (2) ゲージ体積と表面の相互作用 (表面効果)
- (3) 無ひずみの格子面間隔が必要

などの課題がある。

最近、町屋らにより、光源に偏光電磁石を用いた場合におけるひずみスキヤニング法の検討がなされ、(2) および (3) についての補正方法が提案されている。<sup>3)</sup>一方、表面効果を装置により解決する方法としてアナライザの利用が報告されている。<sup>4)</sup>アナライザには Si や Ge などの完全結晶が主に使われており、エネルギー分解能や空間分解能を必要とする測定や、最近では X 線共鳴散乱など多種多様に使用されている。<sup>5)</sup>このアナライザを受光側に入れることで発散角を最小限にすることが可能となる。しかしながらアナライザを挿入することで散乱 X 線の強度は激減し、偏光電磁石を光源とするビームラインにおいてはその実現は不可能であった。

† 原稿受理 平成 17 年 5 月 6 日 Received May 6, 2005

\* 正 会 員 スプリングエイトサービス(株) 〒679-5148 兵庫県佐用郡三日月町光都, SPring-8 Service Co. Ltd., Sayo-gun, Hyogo, 679-5148

\*\* 日本原子力研究所関西研究所放射光科学研究センター 〒679-5148 兵庫県佐用郡三日月町光都, Japan Atomic Energy Res. Inst., Sayo-gun, Hyogo, 679-5148

\*\*\* 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-no-cho, Niigata, 950-2181

\*\*\*\* 正 会 員 名古屋大学工学研究科機械理工学専攻 〒464-8303 名古屋市中種区不老町, Dept. of Mech. Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

第3世代の放射光における代表的な光源である挿入光源においては偏光電磁石に比べて1000倍の輝度を持っており、しかも指向性も非常によいことから、アナライザを用いたひずみスキャンニング法の可能性を有している。本研究では、アナライザによる表面効果の補正の実効性と問題点を明確にし、アナライザを利用したひずみスキャンニング法を確立することを目的とする。

## 2 ひずみスキャンニング法

### 2.1 ひずみと応力との関係

応力  $\sigma$  とひずみ  $\varepsilon$  を Fig. 1 のように取り、3軸応力の関係は次式で与える。

$$\begin{aligned}\varepsilon_1 &= \frac{1}{E}[\sigma_1 - \nu(\sigma_2 + \sigma_3)] \\ \varepsilon_2 &= \frac{1}{E}[\sigma_2 - \nu(\sigma_3 + \sigma_1)] \\ \varepsilon_3 &= \frac{1}{E}[\sigma_3 - \nu(\sigma_1 + \sigma_2)]\end{aligned}\quad (1)$$

いま、等2軸応力状態 ( $\sigma_1 = \sigma_2$ ) とすると  $\varepsilon_1 = \varepsilon_2$  となり、

$$\begin{aligned}\sigma_1 &= \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)}(\varepsilon_1 + \nu\varepsilon_3) \\ \sigma_3 &= \frac{2\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)}\left(\varepsilon_1 + \frac{1-\nu}{2\nu}\varepsilon_3\right)\end{aligned}\quad (2)$$

さらに、等2軸平面応力状態の場合は、 $\sigma_1 = \sigma_2$ 、 $\sigma_3 = 0$  より、

$$\sigma_1 = -\frac{E}{2\nu}\varepsilon_3\quad (3)$$

にて応力  $\sigma_1$  が求められる。

一方、格子面間隔  $d$  と格子面法線方向のひずみ  $\varepsilon$  の関係は、

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0}\quad (4)$$

であり、 $d_0$  は無ひずみの格子面間隔である。格子面間隔  $d$  と回折角  $\theta$  は、以下のブラッグの条件で与えられる。

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}\quad (5)$$

### 2.2 ひずみスキャンニング法

ひずみスキャンニング法により測定する場合、ゲージ体積が重要となる。入射スリットの高さを  $t_d$  とし、受光スリット RS1、および RS2 の高さを  $t_r$  としたときの受光側の発散を考えなかった場合のゲージ体積を Fig. 2 に示す。反射法においては、 $\varepsilon_3$  方向のひずみが測定できる。ここで受光側の発散を考えない場合の公称ゲージ体積

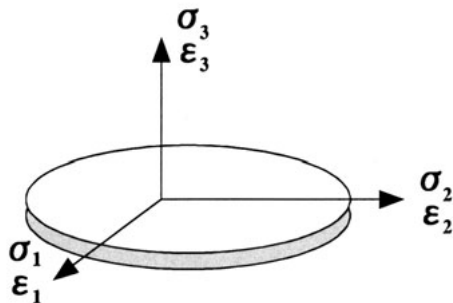


Fig. 1. Coordinate system for stress and strain.

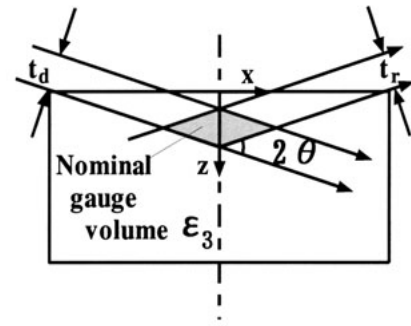


Fig. 2. Configuration of gauge volume.

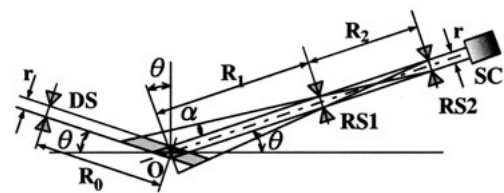
(Nominal gauge volume) はひし形で表されているが、実際の測定では光学系による X 線の発散によりゲージ体積は少し大きくなる。このゲージ体積を装置ゲージ体積 (Instrumental gauge volume) と称し、Fig. 3 (a) の通常のひずみスキャンニング法における光学系中の薄い灰色で示している。公称ゲージ体積 (灰色) に対して、装置ゲージ体積が明らかに大きいことがわかる。この時、極表面測定で装置ゲージ体積が試料からはみ出ている場合を考えると、実際の回折に与かる測定ゲージ体積 (Sampled gauge volume) の中心 (Centroid) と公称ゲージ体積の中心である光学中心とが異なるため回折ピークがシフトする。この表面効果の対策として、計算による補正方法が提案され、高精度の測定が可能である。<sup>3)</sup>

一方、Fig. 3 (b) のダブルスリットの間にはアナライザを挿入した場合にはアナライザの発散が小さいことからこのような表面効果が軽減されるはずであるが、有限な広がり存在する限り表面効果が現れることが予想される。以下ではアナライザを使用した場合の表面効果の補正について検討する。

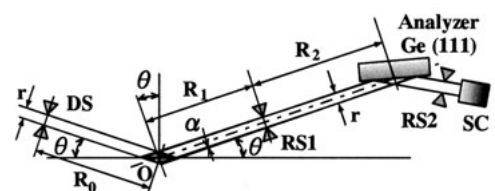
### 2.3 表面効果の補正

主な考え方はダブルスリット法とまったく一緒であるが、ここでは以下の2つのケースについて検討する。

- (1) アナライザの発散により大きくなったゲージ体積と X 線侵入深さを考慮した場合 (Divergence of Ge analyzer)



(a) Normal double slits method.



(b) Double slits method with Ge (111) analyzer.

Fig. 3. Optics for strain scanning method.

(2) (1)に受光スリット中心とアナライザ中心がずれている場合を追加した場合 (Mis-setting analyzer)

(1)については、ダブルスリットによる発散よりは十分小さいながらアナライザ自身が有限な発散を有していることからゲージ体積は公称ゲージ体積より少し大きくなるはずである。これによりゲージ体積の重心位置のシフトが考えられる。Fig. 4 (a)にアナライザの発散角  $\alpha$  だけ大きくなった場合のゲージ体積の様子を示す。アナライザの発散により拡大したゲージ体積、およびX線侵入深さの影響により Fig. 4 (b)に示すような幾何学的重心位置の移動Gが生じる。ここでGについて考える。Fig. 4 (b)内のアルファベットAからFを以下のように定義する。

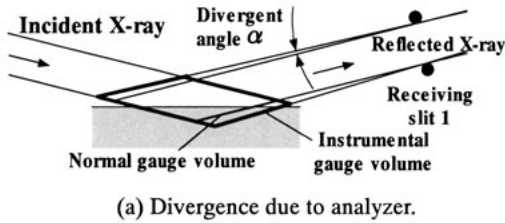
- A : 装置ゲージ体積の低点
- B : 公称ゲージ体積の幾何学的重心 O より装置ゲージ体積へ垂直に線を伸ばしたときの交点
- C : 公称ゲージ体積の低点 E より装置ゲージ体積へ垂直に線を伸ばしたときの交点
- D : O より伸ばした線と A より水平に伸ばした線との交点
- E : 公称ゲージ体積の低点
- F : OB と公称ゲージ体積との交点

ここで  $\alpha \approx 0$  なので、

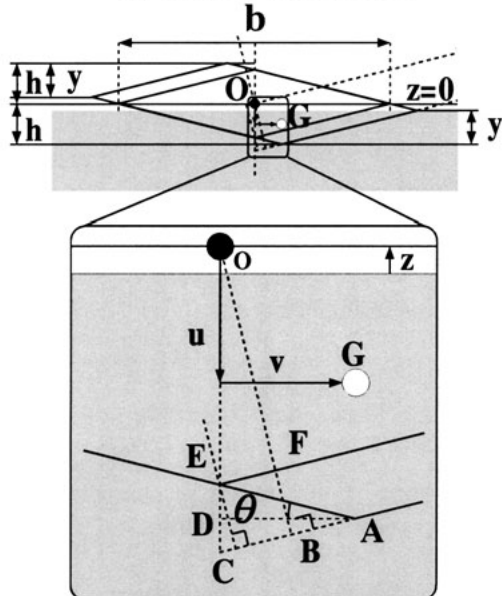
$$\begin{aligned} OF \perp EF \\ FB = EC \end{aligned} \quad (6)$$

となる。ゆえに、

$$FB = EC = \alpha R_1 \quad (7)$$



(a) Divergence due to analyzer.



(b) Centroid of gauge volume.

Fig. 4. Centroid of gauge volume and error.

となり、

$$ED = AE \sin \theta = \frac{CE}{\sin 2\theta} \sin \theta = \frac{\alpha R_1}{2 \cos \theta} \quad (8)$$

$$AD = AE \cos \theta = \frac{CE}{\sin 2\theta} \cos \theta = \frac{\alpha R_1}{2 \sin \theta} \quad (9)$$

さらに、

$$h = OE + ED = \frac{OF}{\cos \theta} + ED = \frac{r}{2 \cos \theta} + \frac{\alpha R_1}{2 \cos \theta} \quad (10)$$

$$v = OE = \frac{r}{2 \cos \theta} \quad (11)$$

となる。さらに、深さ方向  $u$  についてはX線の侵入深さを考慮する必要がある。一般的に深さ  $z$  におけるX線の強度  $I$  は、

$$I = I_0 \exp\left(-\frac{z}{T}\right) \quad (12)$$

$$T = \frac{\sin \theta}{2\mu} \quad (13)$$

で与えられる。ただし、 $I_0$ は表面での回折強度、 $T$ は有効X線深さ、 $\mu$ は材料の線吸収係数である。ゆえに、Fig. 4 (b)に示すように、公称ゲージ体積の中心と試料表面の位置を  $z$  とすると、X線の侵入深さを考慮した重心位置  $u$  は、

$$u = \frac{\int s(z) \exp\left(-\frac{z}{T}\right) l dl}{\int s(z) \exp\left(-\frac{z}{T}\right) dl} \quad (14)$$

で表される。ただし、 $S(z)$ は深さ  $z$  における装置ゲージ体積の幅である。

一方、垂直方向  $u$  の重心移動に加え、水平方向の重心移動が加わる。 $u$  および  $v$  により回折角  $2\theta$  の測定値のシフト  $\Delta 2\theta$  が生じる。 $v$  および  $\Delta 2\theta$  の詳細については後述する付録に示した。最終的に、回折角  $2\theta$  のシフト  $\Delta 2\theta$  は、

$$\Delta 2\theta = \arctan\left(\frac{w}{R_1 + R_2 - (v - u \tan \theta) \cos \theta}\right) \quad (15)$$

となる。ただし、

$$w = (u - v \tan \theta) \sin \theta + \frac{u}{\cos \theta} \quad (16)$$

である。

以上の結果を考慮したときに、ひずみスキャンニング法による無ひずみの場合の理論曲線は、Fig. 5 のようになる。ここで、アナライザの発散角度は Fig. 6 に示すように BL 22XU で実際に測定された Ge (111) 面のロッキングカーブより求めた値  $\alpha = 0.00132 \text{deg}$  を用いた。Fig. 5 中で“Double Slit Method”は従来のひずみスキャンニング法でアナライザを使用しない場合、“Penetration depth”は公称ゲージ体積とX線侵入深さを考慮した場合、“+Divergence of Ge analyzer”は上述の理論より求めた場合のそれぞれの計算結果である。アナライザの使用ありなしで深さ方向に対する回折角の変化は、アナライザを用いた場合には極表面までほとんど変化していないことがわかる。つまり、角度発散の減少がひずみスキャンニング法に大きく影響していることがこのことからわかる。

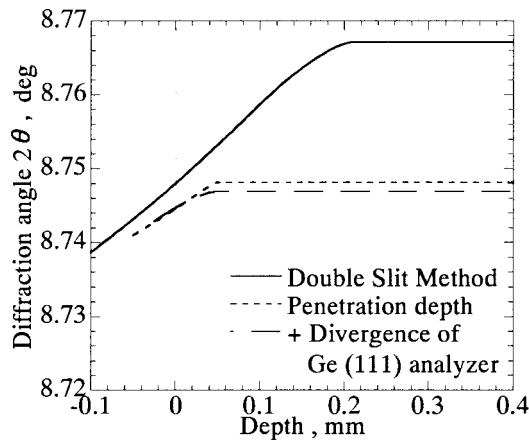


Fig. 5. Comparison of the corrected surface aberration effects.

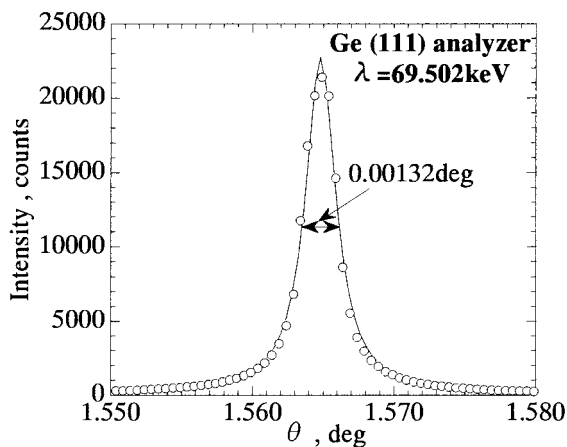


Fig. 6. Rocking curve of Ge (111) analyzer.

一方、同じアナライザを用いた場合の2つについて、深さ (Depth) が0mm 近傍における回折角の変化に注目すると、公称ゲージ体積の理論計算では回折角の変化しているところが急激に変化しているのに対して、アナライザを用いた理論計算では、ゆるやかに変化している。これはわずかながらに大きくなったゲージ体積による影響であることは明白である。

表面効果の補正の(2)は、通常のダブルスリット法では考えなかったところであり、公称ゲージ体積とスリットおよびアナライザの位置に関する。Fig. 7に示すように、スリット→アナライザ→スリットがずれていない場合には、公称ゲージ体積よりアナライザの発散分だけ大きくなった装置ゲージ体積によるずれのみを考えればよい。しかしながら、上流スリットとアナライザがずれ

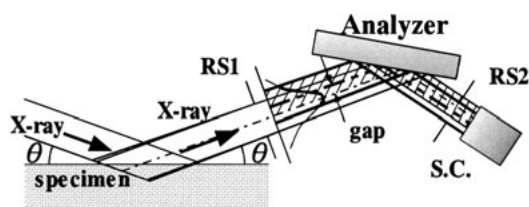


Fig. 7. Mis-setting analyzer.

た場合 (図中では gap と示した)、本当の回折角での散乱 X 線は下流スリットを通過することは不可能であり、少しずれた角度で散乱 X 線は下流スリットを通過することになる。

このようなずれを考慮した場合のひずみスキャンニング法による回折角の深さ方向の変化を Fig. 8 に示す。図中の各値は中心位置のずれを与えた場合について計算したものである。ロッキングカーブの強度中心がずれたことによりシフトしたと仮定して、ゲージ体積重心が変化し  $\Delta 2\theta$  に影響するとした。ずれが大きくなるにしたがい、表面近傍での角の丸みに影響が現れていることがわかる。このずれは、調整等においてはほとんど見つけることができない。本研究では、ひずみがない標準試料でアナライザのロッキングカーブを測定し、ひずみスキャンニングを行い、表面効果を実測して、アナライザのずれを把握した。

### 3 実験方法

#### 3.1 試験片

本研究の目的は、ひずみスキャンニング法により応力測定におけるアナライザの有効性に関する明確な実験結果を得ることである。そこで本実験で使用した試験片は、無ひずみの S45C (以下、S45C 焼鈍材) およびショットピーニングにより表面からある深さ方向の圧縮残留応力が内在し既知の S45C (以下、S45C ショットピーニング材 No. 2 および S45C ショットピーニング材 No. 3) を使用した。<sup>6)</sup>

Fig. 9 に今回使用した S45C の残留応力と深さの関係を示す。本残留応力分布は、日本材料学会の X 線応力測定法標準<sup>1)</sup>のフェライト系鉄鋼材料の標準的測定法に従い測定したものであり、Cr-K $\alpha$  線による Fe 211 回折を利用して、電解研磨しながら逐次 X 線測定して得られたものである。また、ショットピーニング表面の面内残留応力を X 線測定した結果、ほぼ等 2 軸応力状態を満たしており、直交する 2 方向の応力の平均値を表面の応力値とした。

#### 3.2 放射光応力測定

本実験には、高輝度の高エネルギー X 線を光源とする

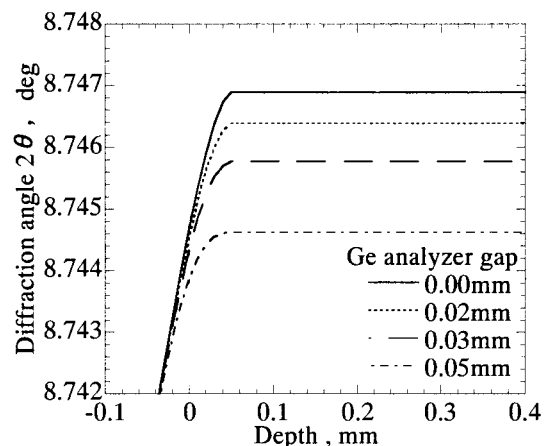


Fig. 8. Effect of off-set between the center of slits and that of Ge (111) analyzer.

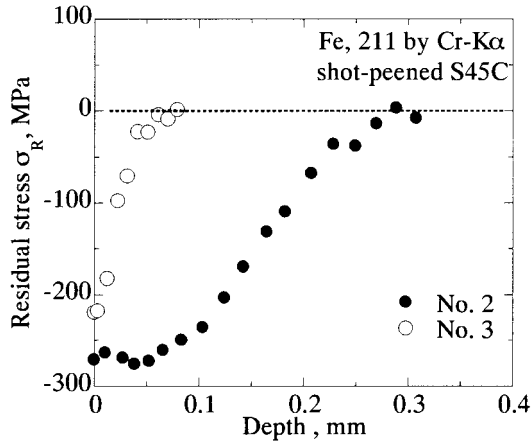


Fig. 9. Residual stress distribution in shot-peened S45C.

必要から、SPring-8の日本原子力研究所専用量子構造物性ビームラインBL22XUを使用した。<sup>7)</sup>光源は真空封止タイプのアンジュレータであり、分光器にはSPring-8標準型二結晶分光器ではなく、数値結合型二結晶分光器を使用した。標準型二結晶分光器では構造上の問題からSi(111)面では37keVまでの高エネルギーX線しか使用することができないが、数値型二結晶分光器では分光結晶間を最大600mmまで離すことができるのでSi(111)面を使用しながら70keVという高エネルギーX線を使用することができる。また分光結晶は液体窒素冷却を行っているので従来の水冷却と比較して高輝度でかつ指向性のよいX線が得られ、70keVにおける光子束(Flux)は $6 \times 10^{10}$  photons/secである。さらにMOSTAB(Monochromator Stabilization<sup>8)</sup>)を使用した振動対策も施されており、X線強度の変化は毎秒0.3%以下と非常に安定している。

さらに中流部にはBeレンズを挿入し、X線の集光を施した。このため光源から120m離れた位置におけるX線の大きさは、半価幅高さ0.6mm、幅1.2mm(レンズを挿入しない場合、高さ2.2mm、幅3.2mm)である。測定装置には横振型4軸回折計を使用した。Fig. 10に概略図を示す。偏光因子の効果を考慮して通常放射光では縦振型の回折計を使用するが、高角の反射を使用せず偏光因子の効果を気にする必要がない場合、むしろ $2\theta$ の移動に伴う重力の変動がなく、高い $2\theta$ 精度を確保できることを考えると横振型4軸回折計のほうが本測定には相応しい。Table Iに本測定条件を示す。照射領域を $0.1 \times$

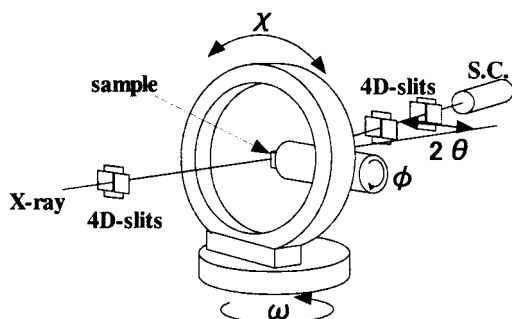


Fig. 10. Experimental set-up.

$1.0\text{mm}^2$  とするとX線強度が急激に低下するので、本実験では、照射領域を $0.2 \times 1.0\text{mm}^2$ とした。スリット幅を0.1mm以下にするには、更なるスリット、および光学系の精度が要求される。また、試料をスピナーでまわして、回折にあずかる結晶粒の数を多くした。

本測定のアナライザには結晶性の非常によいGe(111)を使用し、受光側ダブルスリットの間に設置した。これにより空間分解能の高い測定が可能となる。

#### 4 実験結果および考察

##### 4.1 ダブルスリット法におけるアナライザの効果

Geアナライザによりコリメーションをより厳密にし、ゲージ体積の拡大をなくすことで、表面効果を減少させることができる。Fig. 11に前述のS45C焼鈍材のアナライザ法による測定結果を示す。アナライザ法による測定では、回折角は表面付近まで一定となり、アナライザの効果が見れている。図中のダブルスリット法と比較すると、アナライザ法が表面効果の除去に優れた威力を発揮していることがよくわかる。Geアナライザは、ダブルスリットに比較して発散が少ないために、強いコリメーション効果を発揮するが、アンジュレータの強い光源を必要とすることは明白である。ただし、Fig. 11に示すようにごく表面部において回折角の減少が見られ、完全に表面効果を除去することはできていない。これは前述のとおり現象、つまり有限な広がりが存在するために測定ゲージ体積の中心と回折計の中心が異なり回折角のシフトが発生したと考えられる。

そこで、試料表面の決定および表面効果を考慮した補正を行った。まず、上流スリットとアナライザのずれについて理論計算と測定結果を比較した。Fig. 11の挿入図に

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

Wave length	0.1783 Å (E = 69.502keV)
Monochromatic crystal	Si (111)
Sizes of divergent slits	Height = 1.0 mm Width = 0.2 mm
Sizes of receiving slits	Height = 1.0 mm Width = 0.2 mm
Length between DS and O (R <sub>0</sub> )	6000 mm
Length between O and RS1 (R <sub>1</sub> )	300 mm
Length between RS1 and Ge (R <sub>2</sub> )	850 mm
Length between Ge and RS2	40 mm
Length between RS1 and RS2	890 mm
Analyzer	Ge (111)
Material	Annealed S45C Shot-peened S45C
Diffraction	Fe 211
Diffraction angle $2\theta$	8.7399 deg.
X-ray Young's modulus E	223 GPa
X-ray Poisson ratio $\nu$	0.273

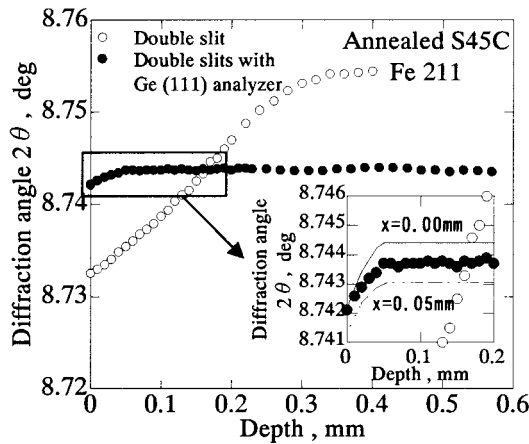


Fig. 11. Change in diffraction angle of annealed S45C.

表面近傍を拡大したものを示す。実線および点線はそれぞれ上流スリットとアナライザのずれが  $x = 0.00\text{mm}$  および  $x = 0.05\text{mm}$  である。深さ  $0\text{mm}$  から  $0.05\text{mm}$  における傾きを比較すると測定結果に対して  $x = 0.00\text{mm}$  よりも  $x = 0.05\text{mm}$  のほうが近いことがわかる。以上の比較を  $x = 0.00\text{mm}$  から  $0.01\text{mm}$  ステップで  $x = 0.1\text{mm}$  まで行った結果、もっとも測定結果に近い理論計算は  $x = 0.05\text{mm}$  であったので、本測定においては上流スリットとアナライザのずれ  $x$  は  $0.05\text{mm}$  であるとした。次に、試料の表面と Fig. 4 (b) で示した  $z = 0$  を一致させる方法として放射光 X 線においては、

- (1) X 線に対して平行に試料を設置する
- (2) ひずみスキャンニング法と同じ方法で試料を徐々に入射 X 線に近づける
- (3) 試料表面が入射 X 線の中心と一致した位置を  $z = 0$  とする

の順序を行っている。しかしながら、ひずみスキャンニング法による測定を行うときには  $\theta$  だけ試料を回転させるが、このときに試料を取り付けている回折計の中心と入射 X 線の中心がわずかながらずれていたり、回折計の公差精度によるずれなどから、試料の表面と  $z = 0$  がわずかにずれてしまう。そこでひずみスキャンニング法で得られた回折強度を調べ、理論計算の結果と比較することで本当の表面を決定した。Fig. 12 に、アナライザを用いたひずみスキャンニング法により得られた S45C の Fe211 反射のピーク強度、および半価幅の深さ依存性を示す。ピーク強度は最も強い強度を 1 として規格化して示しており、実線は理論計算から求められた回折強度である。理論計算における 84% の強度が表面に対してゲージ体積が半分入った状態に相当するので、測定では  $0.08\text{mm}$  ずれていたことがこの結果からわかる。また半価幅については表面よりも浅い位置ではかなり広がっていることがわかる。これは本来のゲージ体積と異なる位置からの回折線を検出したためである。このことからアナライザの効果も伺える。表面効果については、第 2 章の方法で補正を行った。

以上の結果から補正を施したひずみスキャンニング法に

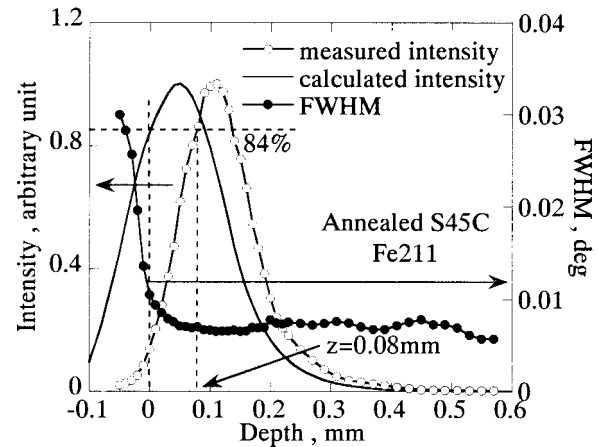


Fig. 12. Change in intensity with depth.

おける S45C 焼鈍材 (= Annealed S45C) の深さ方向に対する回折角度の変化を Fig. 13 に示す。表面近傍においても十分補正されていることが明らかである。以上の結果から、第 2 章の理論を用いることでアナライザを用いたひずみスキャンニング法に対する回折角補正ができる。

#### 4・2 ショットピーニング材の残留応力測定

前節までは、応力を含まない S45C 焼鈍材を用いた。次に本法を用いて、表面の残留応力の実測を試みた。

Fig. 14 (a) に S45C ショットピーニング材 No. 2 の測定した回折角 (黒丸) と強度 (白丸) 結果を示す。また S45C 焼鈍材の回折角の深さ変化をバツ印で示す。2 つの試験片における回折角の変化を比べると明らかに異なる結果を示しており、アナライザを用いたひずみスキャンニング法が機能している。そこで本結果から残留応力分布を求めた。まず表面位置の補正に関しては、強度結果から最高強度の 84% を表面とするのに対して、測定結果はほぼ一致しているので表面位置の補正はしなかった。ただし、Fig. 11 の S45C 焼鈍材については前述の表面位置の補正を施している。次に本測定結果より応力を求めるには式 (3) および (4) を用いるが、実材料の場合無ひずみの格子面間隔  $d_0$  は材料ごとに少しずつ異なっている。そこで従来は試験片から無ひずみの試験片を別途用

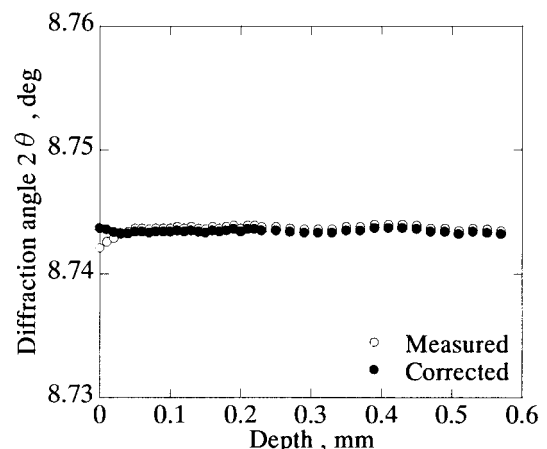
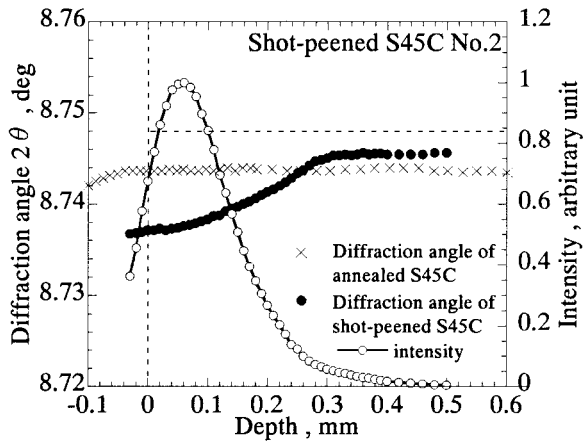


Fig. 13. Correction for strain scanning method of annealed S45C with Ge (111) analyzer.



(a) Change in diffraction angle and peak intensity.

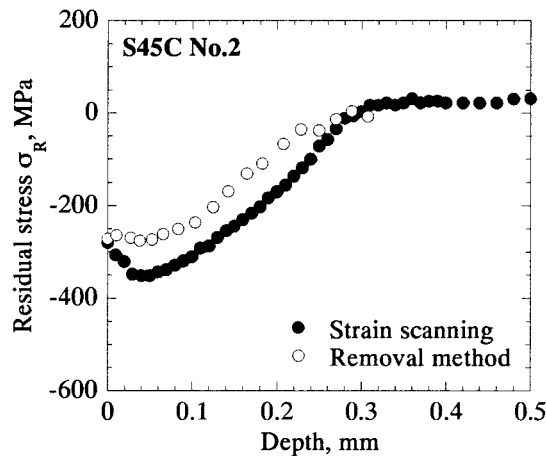
(b) Distribution of residual stress  $\sigma_R$ 

Fig. 14. Shot-peened S45C (No. 2).

意して  $d_0$  を求めていたが、別途試験片を用意することが困難な場合はこの方法は使えない。そこで以下の方法で残留応力を求める。まず同じ試験片を表面の残留応力を通常の管球を用いた X 線（以下ラボ X 線と呼ぶ）を用いて測定する。次に式 (3) および (4) より  $d_0$  について解くと

$$d_0 = -\frac{E}{E - 2\nu\sigma_0} d \quad (17)$$

が得られ、ここで試験片表面の残留応力  $\sigma_0$  にラボ X 線による残留応力値を、 $d$  にひずみスキャンニング法で得られた深さ 0mm の位置での格子面間隔を代入することで本試験片の無ひずみの格子面間隔  $d_0$  を決定する。最後に式 (3) および (4) を用いて各深さに対する応力値  $\sigma_R$  を求めた。前述より得られた結果を Fig. 14 (b) に示す。比較のために Fig. 9 のデータをあわせて示した。ひずみスキャンニングにより得られた残留応力の深さ方向の分布は、ラボ X 線によるものとよく一致し、残留応力層の深さも 0.3mm と等しくなっている。以上により表面効果の補正が、アナライザ法でも可能となり、高い空間分解能が達成できた。また緒言で述べたように、ひずみスキャンニング法では無ひずみの格子定数  $d_0$  が必要となる。しかし、表面効果の補正が可能となったことにより、無ひずみの  $d_0$  の問題が解決できる。つまり、表面の応力値をラボ X

線で測定し、アナライザにより測定した表面応力がラボ X 線の応力と等しくなるように  $d_0$  を決定すればよい。表面効果の補正ができない場合いつも無ひずみの  $d_0$  が問題となる。同様の手法により求められた S45C ショットピーニング材 No. 3 について残留応力分布を Fig. 15 に示す。黒丸が本測定より得られた結果であり、白丸が表面を研磨しながらラボ X 線により求めた残留応力である。二つを比べると本測定による結果では深いところまで残留応力が入っている結果となっている。これはショットピーニング等により試料厚さに不均一がある場合は、スピナーの回転に伴い試料表面が若干上下動し、ゲージ体積に含まれる領域が本来の測定深さの範囲より大きくなってしまふことが原因であると考えられる。試料の形状、設定などの精度が影響している可能性もあり、このようなときは試料を回転させないことも必要である。

## 5 結 言

本研究により以下の結果が得られた。

(1) アンジュレータの高輝度高エネルギー X 線を利用することで、アナライザを用いたひずみスキャンニングが可能である。

(2) アナライザの優れたコリメーション効果により、ゲージ体積の大きさが小さくなり、ダブルスリット法と比較して表面効果の大幅な改善ができる。アナライザにより高い空間分解能が達成できる。

(3) アナライザを用いたときもゲージ体積と表面の影響は現れ、アナライザの発散によるゲージ体積の拡大、X 線侵入深さおよびアナライザとスリットの光軸のずれによる強度分布を考慮して表面効果が補正できる。

(4) スピナーの利用により粗粒の問題を解決できる。

(5) 本補正によりアナライザを用いたひずみスキャンニング法においても、ラボ X 線応力と表面の測定補正された応力を一致させることで無ひずみの  $d_0$  を決定できる。

また、今後はスリットをさらに狭くしてよりゲージ体積を小さくできる優れた精度の光学系を実現すること、オーステナイトステンレスなどの粗粒材に対するひずみスキャンニング法の実現を検討することが必要である。

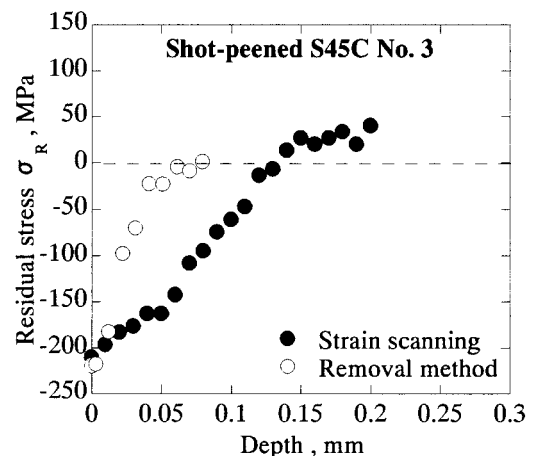


Fig. 15. Residual stress distribution in Shot-peened S45C No. 3 and Annealed S45C.

本測定を行うにあたり, 日本原子力研究所関西研究所放射光科学研究センターの稲見俊哉博士, および大和田謙二博士のご協力をいただきました. ここに記して感謝の意を表します.

付録: 水平方向の重心移動および回折角  $2\theta$  のシフト  $\Delta 2\theta$  について

回折の重心  $G$  の水平方向の重心移動  $v$  は, Fig. 4 および Fig. 16 に示すように縦縞と横縞の面積が等しくなるところに位置する. ゆえに重心位置  $v$  は, 近似的に  $-h \leq z < h+y$  のとき

$$v = AD = \frac{\alpha R_1}{2 \sin \theta} (= v_0) \quad (18)$$

$-h+y \leq z < h-y$  のとき

$$v = \frac{v_1 - v_0}{2(h-y)} z + \frac{v_1 + v_0}{2} \quad (19)$$

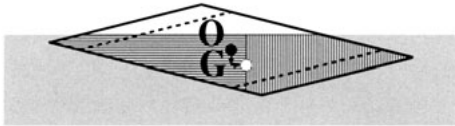


Fig. 16. The definition of the center of gravity.

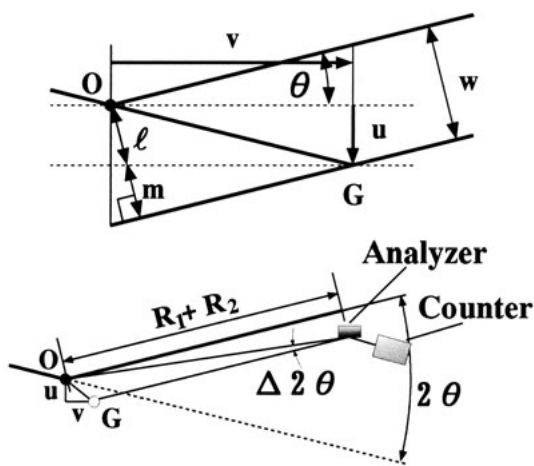


Fig. 17. Error of diffraction angle related to centroid transition.

$h-y \leq z \leq h$  のとき

$$v = -\frac{v_1}{y} z + \frac{v_1 h}{y} \quad (20)$$

となる. ただし,

$$v_0 = \frac{\alpha R_1}{2 \sin \theta}$$

$$v_1 = \sqrt{\frac{b}{\tan \theta} (4h - 3v)} - \left( \frac{b}{2} + \frac{h-y}{\tan \theta} \right)$$

である.

回折の重心が, 公称ゲージ体積の中  $O$  から  $u$ ,  $v$  だけ移動した場合, Fig. 17 の関係から

$$l = \frac{u}{\cos \theta}, \quad m = (v - u \tan \theta) \sin \theta \quad (21)$$

で表される. ただし,  $l$  および  $m$  はそれぞれ,  $O$  から Fig. 4 (b) 中の  $AD$  と  $EC$  の交点までの距離および Fig. 4 (b) 中の  $AD$  と  $EC$  の交点から  $C$  までの距離である.

ゆえに,  $2\theta$  のシフト回折角  $\Delta 2\theta$  は Fig. 17 (b) の関係から本文中の式 (15) のように表される.

#### 参考文献

- 1) 日本材料学会編, “X線応力測定法標準”, p.23 (2002) 日本材料学会.
- 2) P. J. Webster, G. B. M. Vaughan, G. Mills and W. P. Kang, Mater. Sci. Forum, **278-281**, 323 (1998).
- 3) 町屋修太郎, 秋庭義明, 鈴木賢治, 田中啓介, 栗村隆之, 小熊英隆, 材料 (投稿中).
- 4) P. J. Withers, M. Preuss, P. J. Webster, D. J. Hughes and A. M. Korsunsky, Mater. Sci. Forum, **404-407**, 1 (2002).
- 5) Y. Murakami, J. P. Hill, D. Gibbs, M. Blume, I. Koyama, M. Tanaka, H. Kawata, T. Arima, Y. Tokura, K. Hirota and Y. Endoh, Phys. Rev. Lett., **81**, 582 (1998).
- 6) 秋庭義明, 田中啓介, 鈴木賢治, 柳瀬悦也, 西尾光司, 楠見之博, 尾角英毅, 新井和夫, 材料, **52**, 764 (2003).
- 7) <http://www.spring8.or.jp/ENGLISH/facility/bl/SPring8BL/BL22XU/index.html>
- 8) 工藤統吾, 西野吉則, 鈴木基寛, 谷田 肇, 広野等子, 石川哲也, 日本放射光学会誌, **16**, 173 (2003).