

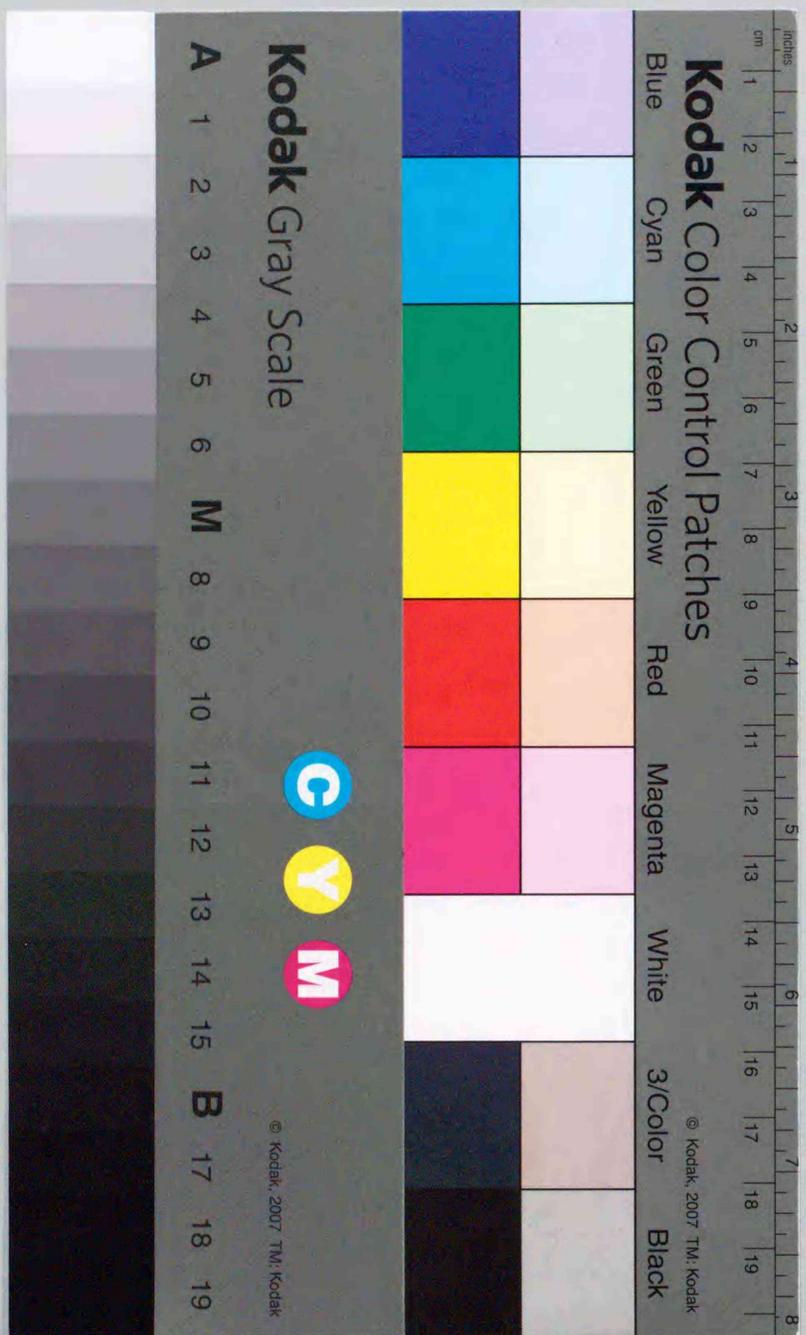


Title	白色X線による残留応力測定法に関する研究
Author(s)	柴野, 純一
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	乙第5083号
Issue Date	1996-12-25
DOI	https://doi.org/10.11501/3119595
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/51397
Type	doctoral thesis
File Information	000000304785.pdf



白色X線による残留応力測定法
に関する研究

柴野 純一



①

白色X線による残留応力測定法
に関する研究

平成 8年6月

柴 野 純 一

目 次

第1章 序 論	1
1.1 緒言	1
1.2 X線の性質	3
1.3 特性X線による応力測定の基本	16
1.4 白色X線による応力測定の基本	20
1.4.1 エネルギー分散法	20
1.4.2 測定装置の特性	20
1.5 X線の弾性定数	28
1.6 本研究の背景	31
1.7 本研究の目的	34
1.8 本論文の概要	36
第2章 X線侵入深さを利用した残留応力の深さ分布測定	38
2.1 緒言	38
2.2 測定理論	39
2.2.1 逐次薄層除去法による測定回折角に対するX線侵入深さを 考慮した補正方法	39
2.2.2 X線侵入深さを利用した残留応力の深さ分布の測定法	42
2.3 適用例 ー帯鋸用鋼材 SKS51 の残留応力測定ー	45
2.3.1 実験	45
2.3.2 測定結果と考察	47
2.4 結言	58
第3章 エネルギー分散法を利用した残留応力の深さ分布測定	59
3.1 緒言	59
3.2 測定理論	61

3.2.1 エネルギー分散法	61
3.2.2 X線の吸収を考慮した平均のひずみ	61
3.2.3 応力の算出	63
3.2.4 回折X線のピークエネルギーの決定	64
3.3 適用例1 - 研削加工されたアルミナセラミックスの残留応力測定 -	66
3.3.1 実験	66
3.3.2 結果と考察	72
3.4 適用例2	
- ラッピング処理されたオーステナイト系ステンレス鋼の残留応力測定 - ..84	
3.4.1 実験	84
3.4.2 結果と考察	87
3.5 ひずみ分布の近似におけるX線侵入深さの影響	95
3.6 結言	103
第4章 エネルギー分散法を利用した三次元残留応力測定	104
4.1 緒言	104
4.2 測定理論	105
4.2.1 X線の吸収を考慮した平均のひずみ	105
4.2.2 三次元応力の算出	106
4.2.3 ひずみ分布の近似	114
4.2.4 境界条件の考慮	115
4.3 適用例 - 研削加工された炭素鋼 S50C の三次元残留応力測定 -	117
4.3.1 実験	117
4.3.2 結果と考察	122
4.4 結言	139
第5章 エネルギー分散法を利用したコーティング界面近傍の残留応力測定	140
5.1 緒言	140
5.2 測定理論	141

5.2.1 X線の吸収を考慮した平均のひずみ	141
5.2.2 ひずみ分布	143
5.2.3 応力分布	144
5.2.4 回折X線のピークエネルギーの決定	145
5.3 適用例 - TiN コーティングされた SUS316 の残留応力測定 -	147
5.3.1 実験	147
5.3.2 結果と考察	154
5.4 結言	166
第6章 回折線プロファイルを利用した残留応力の深さ分布測定	167
6.1 緒言	167
6.2 測定理論	168
6.2.1 ひずみ分布と白色X線回折深さの関係	168
6.2.2 白色X線の回折線プロファイル	169
6.3 応力分布を求めるための解析手順	173
6.3.1 回折線プロファイルの数値シミュレーション	173
6.3.2 ひずみ分布を決定するための解析手順	176
6.3.3 応力の深さ分布の算出	179
6.4 適用例 - 平板に拘束された円筒形鋼板 SK4 の応力測定 -	180
6.4.1 実験	180
6.4.2 結果と考察	183
6.5 結言	192
第7章 結 論	193
謝 辞	198
参考文献	199
記号一覧	208

第1章 序 論

1.1 緒言

研削や圧延などの機械加工、ガス切断や溶接などの熱加工を施された材料の表層や内部に応力が残留することは古くからよく知られている。残留応力は材料の強度や形状に大きな影響を与えるため、その定量的制御が重要な課題となってきた。現在においても、新材料や新製造プロセスの開発で残留応力の制御が重要になる場合が多い。例えば、高精度な形状寸法が求められる超精密部品の加工による形状変化や高密度化が進んでいる超集積回路のストレスマイグレーションによる断線にも残留応力は大きな影響を及ぼしている。残留応力を定量的に制御するためには、まず、その定量的把握が必要である。残留応力はその分布するあるいは測定する領域の大きさを基に以下のように分類される。すなわち、(i) 第一種応力：広範囲の結晶にわたる残留応力、(ii) 第二種応力：結晶粒ごとの平均の残留応力、(iii) 第三種応力：1つの結晶粒内で変化する残留応力、の3種類である。第一種応力は巨視的（マクロ）応力、第二種・第三種応力は微視的（ミクロ）応力といわれる。これらの残留応力に対し、これまでにさまざまな測定法が提唱されている。大きく分けると、機械的方法と物理的方法がある。機械的方法にはひずみゲージなどを用いた破壊法があり、主に第一種の応力測定に用いられる。物理的方法には特性X線、中性子線、超音波や磁気ひずみなどを用いた非破壊法があり、第一種から第三種応力の測定が可能である。研究・開発段階では破壊的測定でも構わないが、製品化されたものはもちろん一般には非破壊的測定が望ましい。

非破壊法の中では単一波長からなる特性X線によるX線法が古くから用いられてきた。X線法は結晶によるX線回折を基にしており、原理的にはすべての結晶性材料に適用できる。従来のX線法は、対象材料が均質等方弾性体でありX線の侵入領域（材料表層）では平面応力の一様な応力状態を仮定している。しかし、これらの仮定が成

り立たない例として次の4つの場合が考えられる。(i) 材料表層に強い集合組織が存在する場合、(ii) 残留応力が材料表層で急こう配を有する場合、(iii) 材料表層に三次元応力が存在する場合、そして(iv) 材料成分比が表層で急激に変化する場合である。いずれの場合も先の仮定が成り立たず、残留応力を評価するためには深さに沿った格子面間隔の情報が必要となる。従来法を上記の残留応力分布の測定に適用した場合、深さに沿って変化する残留応力の平均値が求められ、表面の残留応力値や応力こう配は評価できない。特に表面の残留応力は、材料の疲労強度や破壊あるいは表面性状に影響を及ぼす重要な因子であるため、その正確な測定法が望まれている。これらの応力分布を評価するため、特性X線を用いた新たな測定法がいくつか開発されている。しかし、測定手順が煩雑であったり純粋な意味で非破壊法でないものもあり、測定法として未完成な場合が多い。このように、深さに沿って急なこう配を有する応力分布や三次元応力分布の正確な測定は材料強度の評価上たいへん重要な課題であるが、その測定法は未だ確立されておらず、現在も研究が続けられている。

一方、連続波長からなる白色X線を用いた測定は、同時に複数の格子面の面間隔情報が得られるため、深さに沿って変化する残留応力の測定にたいへん有効であるとして以前から注目されていた。しかしながら、実際に白色X線を用いて残留応力の深さ分布を測定した報告例は極めて少ない。測定装置や測定方法が特性X線を用いた場合と異なるため、従来の測定理論をそのまま使うことができず新たな測定理論の構築が必要となるが、白色X線の特色を生かした残留応力測定に関する研究はほとんど行われていない。

本研究は、さまざまな残留応力分布を白色X線を用いて測定するための理論に関する研究を行ったものである。特に、白色X線による測定の特徴である、同時に複数の格子面の面間隔情報が得られる、という利点を生かし、残留応力の深さに沿った分布を正確に評価する測定手法の確立を目指したものである。

1.2 X線の性質

(1) X線に関する歴史的背景

1895年11月、ドイツの Würzburg 大学教授 Röntgen, W. C. は、陰極線管の一つであるヒットルフ管を用いた実験中に“新しい種類の光線”を発見した。彼は、この光線の特徴を次のように記述している。(i) 目に見えない、(ii) 直進する、(iii) 電場や磁場によって影響を受けない、つまり電気を帯びていない、(iv) 光を通さない物質をも透過する、(v) 密度や原子量の異なる物質によって吸収される量が異なる、(vi) 白金シアン化バリウムなどのある種の化学物質に蛍光を生じさせる、(vii) ガスをイオン化させる、(viii) 真空管中の陰極から発しているビームのストッパーである陽極から放射されている。しかしながら、Röntgen は、この光線が波動なのか粒子なのかといった本質までは明らかにできなかったことから、未知の光線という意味で「X線」と名付けた。

1902年から1909年にかけてイギリスの Liverpool 大学にいた Barkla, C. G. は、X線を照射した物質から再放射されるX線(2次X線)の研究を行っていた。そして、2次X線には2種類あることを突き止め、一方は入射X線の散乱したものであるが、もう一方は物質に特有のX線であることを明らかにした。さらに、陰極線を用いた実験を行い、陰極線を照射した物質から、その物質を構成する元素に固有の単一波長を持つ「特性X線」が出ていることを発見した。特性X線の波長が元素に固有であったことから、元素すなわち原子の内部構造の研究への道を開くこととなった。

1912年に München 大学講師 Laue, M.T.F. は、「X線の回折」現象を予測した。Laue の考えに沿った実験が行われ、X線を照射した硫酸銅の結晶の背後に置かれた写真乾板上に、X線の回折を示す多数の斑点が見い出された。これによって、X線は波動性を有することが明らかになるとともに、固体結晶は原子が三次元的に規則正しく配列したものであることも確認された。

Laue によるX線回折の理論式に比べ平易な式で表されたX線回折に関する「Braggの条件」は、Bragg, W. L. によって1912年に導き出されている。彼は、父 Bragg,

W. H. とともに、Bragg の条件を用いてX線による結晶構造解析の方法を確立した。
以上の発見を基礎として、現在、X線はさまざまな分野で活用されている。

(2) X線の特徴

X線は可視光線と同じ電磁波（電場、磁場と、その進行方向とが互いに垂直な状態で周期的に変化している波動）であり、その波長はおおよそ $10^{-12} \sim 10^{-8}$ m である。電磁波の種類とその波長領域を図 1-1 に示す。X線は光と同様に、波動的性質と粒子的性質を有する。波動は波長 λ と振幅（電磁場ベクトルの大きさ）によって定義され、回折現象を示す。X線の粒子は光量子（photon）とよばれる。光量子は波長 λ に反比例する光量子エネルギー E によって定義され、1つ1つ数えられる性質を示す。波長 λ [Å] と光量子エネルギー E [keV] の関係は式 (1-1) で表される。

$$E = \frac{12.4}{\lambda} \text{ [keV]} \quad (1-1)$$

X線の強度は、X線を波動と考えた場合はその振幅の二乗であり、粒子と考えた場合は単位時間当たりの光量子の数である。X線の波長や光量子エネルギーの大小は、X線の強度ではなく、透過能力などの線質に影響を及ぼす。

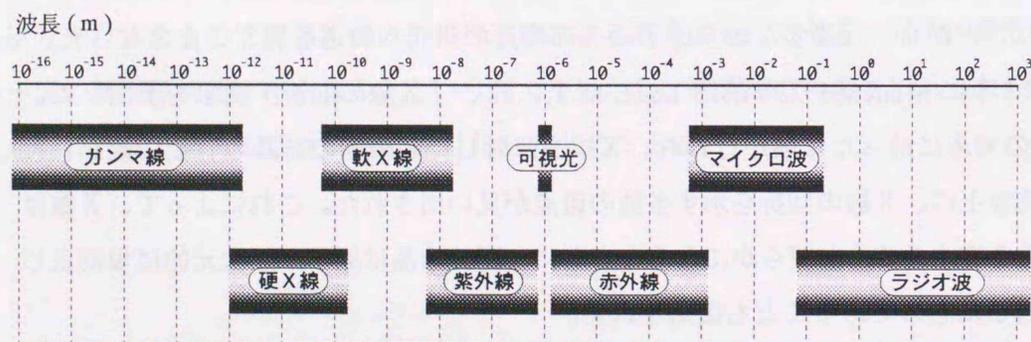


図 1-1 電磁波の分類

(3) X線の発生

X線は図 1-2 に示すように、真空中で非常に高速度の電子をターゲット（対陰極）と呼ばれる金属に衝突させて発生させる。衝突により、電子のもつ運動エネルギーの大部分は熱に変換される。X線のエネルギーに変換される割合、すなわちX線の発生効率 G は式 (1-2) で表される。

$$G = 1.1 \times 10^{-9} Z V \quad (1-2)$$

ここで、 G は発生効率、 Z はターゲット元素の原子番号、 V は加速電圧 [V] である。X線の発生効率は、通常 0.1% 程度である。

(4) X線のスペクトル

図 1-3 にX線スペクトル（波長順に並べられたX線の強度分布）の例を示す。図から、X線スペクトルは連続した分布のスペクトルと線状のスペクトルからなっているのがわかる。前者を白色X線（連続波長）または連続X線、後者を特性X線（単一波長）とよぶ。“特性”とよぶのは、この線状スペクトルがターゲットに用いる金属元素に固有であることからきている。

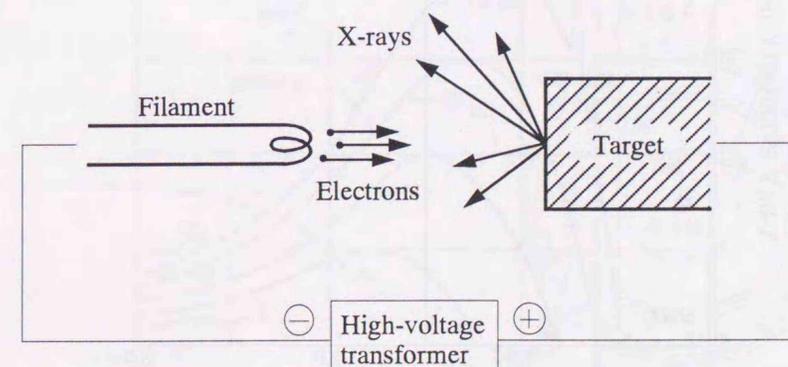


図 1-2 X線の発生

(5) 白色X線 (polychromatic X-ray)

高速電子がターゲット金属に侵入すると、電子は金属を構成する原子の原子核のクーロン力を受け、その進路が曲げられ減速する。この際、減速した電子から制動放射といわれる電磁波 (X線) が放射される。この現象を図 1-4 に模式的に示す。侵入した電子と原子核の距離によって、電子が1回の制動放射で失うエネルギーは異なる。電子は、さまざまな制動放射を何度も繰り返してエネルギーを失っていくので、放射されるX線の波長は連続的な分布となる。これが白色X線である。

図 1-3 の白色X線スペクトルにみられる最短波長 (図中SWL) は、電子が原子核との1回の衝突で全運動エネルギーを失う場合に放射されるX線の波長に対応する。電子の全運動エネルギーは加速電圧 V [V] と電子の電荷 e [C] によって eV で表される。X線の波長 λ [Å] と光子エネルギー E [keV] の関係は式 (1-1) で表されるので、X線の最短波長 λ_{SWL} [Å] は式 (1-3) で表される。

$$\lambda_{SWL} = \frac{12.4 \times 10^3}{V} \quad [\text{Å}] \quad (1-3)$$

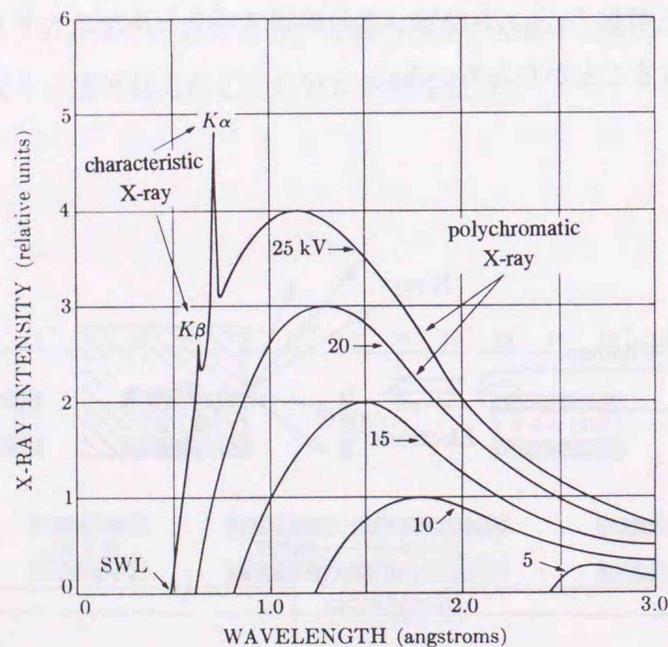


図 1-3 X線スペクトル (ターゲット Mo) [57]

白色X線の全強度 I は、ターゲット金属に与えられるエネルギー、すなわち電子の加速電圧 V と電流 i の積に比例するが、実際には式 (1-2) に示したX線発生効率を考慮して式 (1-4) で表される。

$$I \propto i V^m Z \quad (1-4)$$

ここで、 m は約 2 である。したがって、電圧、電流の一定条件では、原子番号 Z の大きい金属をターゲットに用いることによって強度の大きい白色X線が得られる。

(6) 特性X線 (characteristic X-ray)

原子は原子核とそれを取りまく K 殻、L 殻、M 殻などにある電子から構成されている。高速の電子がターゲット金属の原子に衝突した場合、その電子の運動エネルギーが原子を構成する電子の結合エネルギーより大きければ、原子核を取りまきいずれかの電子がはじき出されて空孔を生じる (光電効果)。その空孔に外側の殻の電子が遷移するときにX線が放射される。この現象を模式的に図 1-5 に示す。これが特性X線である。電子が K 殻、L 殻、M 殻などのエネルギー準位に遷移するときに放射されるX線を、それぞれ K、L、M 系列のX線とよぶ。例えば、K 系列のX線の波長は式 (1-5) で求められる。

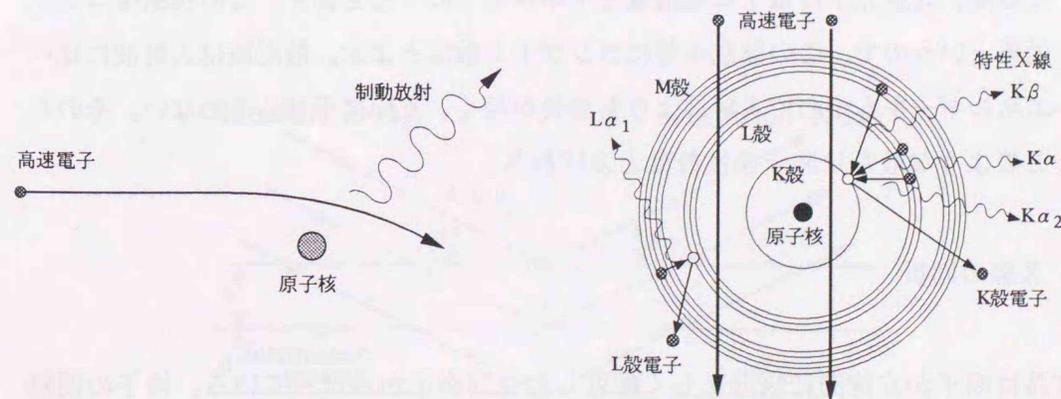


図 1-4 白色X線の発生

図 1-5 特性X線の発生

$$\frac{hc}{\lambda_{K\alpha}} = E_K - E_L \quad (1-5)$$

ここで、 h は Planck の定数、 c は光速、 $\lambda_{K\alpha}$ は $K\alpha$ の波長、 E_K と E_L はそれぞれ K 殻と L 殻の電子の結合エネルギーである。各殻の電子の結合エネルギーの違いから、各系列の特性 X 線の波長は、 K 系列 $<$ L 系列 $<$ M 系列 $<$ \dots の順になる。

K 系列の特性 X 線の強度 I は、実験的に求められた式 (1-6) で表される。

$$I \propto i(V - V_K)^n \quad (1-6)$$

ここで、 i は電流、 V は電圧、 V_K は K 系列の特性 X 線の励起電圧である。 n は管電圧に関する定数で、 $V < 4V_K$ では $n \approx 2$ 、 $V > 4V_K$ では $n \approx 1$ である。

(7) X 線の散乱

物質に侵入した X 線の電磁場と物質中の電子の電荷との間に電氣的相互作用が働き、電子に双極子的な振動が誘起される。振動によって加速度を得た電子から、入射 X 線と同じ振動数をもつ新たな電磁波が球面波状に放射される。このように散乱体が電子の場合を、特にトムソン散乱という。散乱波は入射波と同じ振動数をもつので、波長が同じとなり互いに干渉しあう。そのため、このような散乱は干渉性散乱とよばれる。

物質に侵入した X 線の一部は、X 線光子として物質中の電子と粒子的な衝突を起こす。その際、X 線光子は電子に運動量とエネルギーの一部を移す。この現象をコンプトン効果というので、この散乱を特にコンプトン散乱とよぶ。散乱波は入射波に比べ低いエネルギーをもつので入射波よりも波長が長く、互いに干渉しあわない。そのため、このような散乱は非干渉性散乱とよばれる。

(8) X 線の回折

結晶は原子が立体的に規則正しく配列した空間格子からなっている。格子の間隔は、通常、数 Å である。波長が結晶の格子間隔と同程度あるいは短い X 線が結晶に

入射すると、結晶格子が回折格子の役目をして特定の方向の散乱波が互いに強めあう。この干渉現象を回折という。X 線が回折する条件は Laue, M.T.F. によって初めて示されたが、Bragg, W. L. はより簡潔な式 (1-7) を提示した (図 1-6)。

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (1-7)$$

ここで、 λ は X 線の波長、 d は格子面間隔、 θ は Bragg 角、 n は回折次数を表し通常は 1 である。式 (1-7) は X 線回折に関する「Bragg の条件式」として知られている。

Bragg の条件から、格子面間隔 d を一定に保ち Bragg 角 θ を測定すれば X 線の波長 λ を知ることができる。これは X 線の分光に利用され、元素分析の一種である蛍光 X 線分析の基本原則となっている。逆に波長 λ を一定に保てば、Bragg 角 θ の測定から格子面間隔 d がわかる。これは結晶の状態分析である X 線回折分析の基本原則となっている。

(9) X 線の吸収

X 線は物質中を通過するとき、図 1-7 に示すように種々のエネルギーに変換され、その強度は徐々に減少する。X 線強度の減少の割合は通過した距離に比例する。X 線が物質中を 1 cm 通過する間に吸収される割合は線吸収係数 μ [1/cm] で表される。物質の表面から深さ x cm で、強度 I_x の X 線が dx cm 進む間に弱められる強度 dI_x は

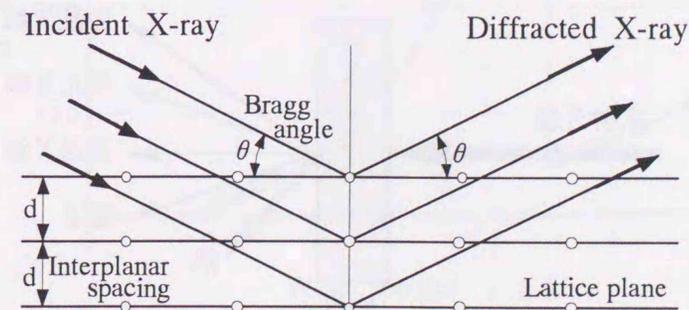


図1-6 X 線の回折

式(1-8)で表される。

$$-\frac{dI_x}{I_x} = \mu dx \quad (1-8)$$

強度 I_0 のX線が物質の表面から深さ x cm に侵入した場合の強度 I_x は、式(1-8)を積分して式(1-9)で表される。

$$I_x = I_0 \exp(-\mu x) \quad (1-9)$$

線吸収係数 μ はX線の波長と物質によって決まるが、同じ物質でも状態によって異なる。線吸収係数 μ を物質の密度 ρ で割った μ/ρ [cm^2/g] は質量吸収係数とよばれ、物質固有の値をもち、X線の波長に対して物質ごとに一定の値となる。質量吸収係数を用いて式(1-9)を書き換えると、式(1-10)が得られる。

$$I_x = I_0 \exp\left(-\frac{\mu}{\rho} \rho x\right) \quad (1-10)$$

質量吸収係数とX線波長の関係(吸収曲線)を、吸収物質がFeの場合について図1-8に示す。吸収曲線には吸収端と呼ばれる不連続点が存在する。この点では、X線のエネルギーがK殻、L殻、M殻にある電子の結合エネルギーと等しくなるため、X線によって電子がはじき出される現象(光電効果)が急激に増加する。そのため入射X線の強度が急激に減少する。これは逆から見るとX線の吸収が急激に増加することを示す。吸収曲線は近似的に式(1-11)で表される。

$$\frac{\mu}{\rho} \propto Z^3 \lambda^3 \quad (1-11)$$

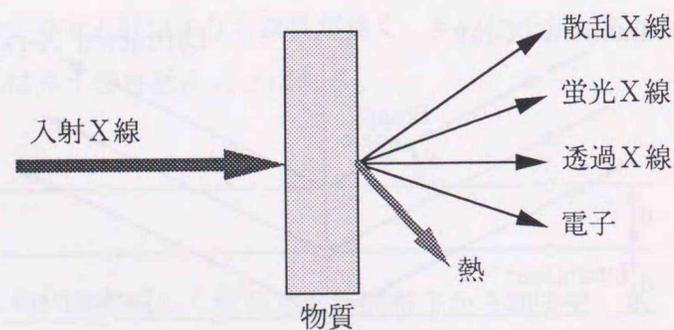


図1-7 X線の吸収

ここで、 Z は吸収物質の原子番号、 λ はX線の波長である。さらに、厳密な吸収曲線の式は Victoreen によって実験的に求められており、式(1-12)で表される。

$$\mu(E) = \rho \left[C \left(\frac{hc}{E} \right)^3 - D \left(\frac{hc}{E} \right)^4 + \sigma_{K-N} \frac{N_A Z}{A} \right] \quad [1/\text{cm}] \quad (1-12)$$

ここで、 C 、 D は Z の関数で吸収端で大きく変化する。 N_A はアボガドロ数、 A は原子量、 σ_{K-N} は Klein-Nishina のコンプトン散乱全断面積の式であり式(1-13)で表される。

$$\begin{aligned} \sigma_{K-N} = \frac{8\pi}{3} \frac{e^4}{m^2 c^4} \frac{3}{4} \left\{ \frac{1+\alpha}{\alpha^2} \left[\frac{2(1+\alpha)}{1+2\alpha} - \frac{1}{\alpha} \ln(1+2\alpha) \right] \right. \\ \left. + \frac{1}{2\alpha} \ln(1+2\alpha) - \frac{1+3\alpha}{(1+2\alpha)^2} \right\} \quad (1-13) \\ \alpha = \frac{E}{m c^2} \end{aligned}$$

ここで、 e は電子の電荷、 m は電子の質量である。

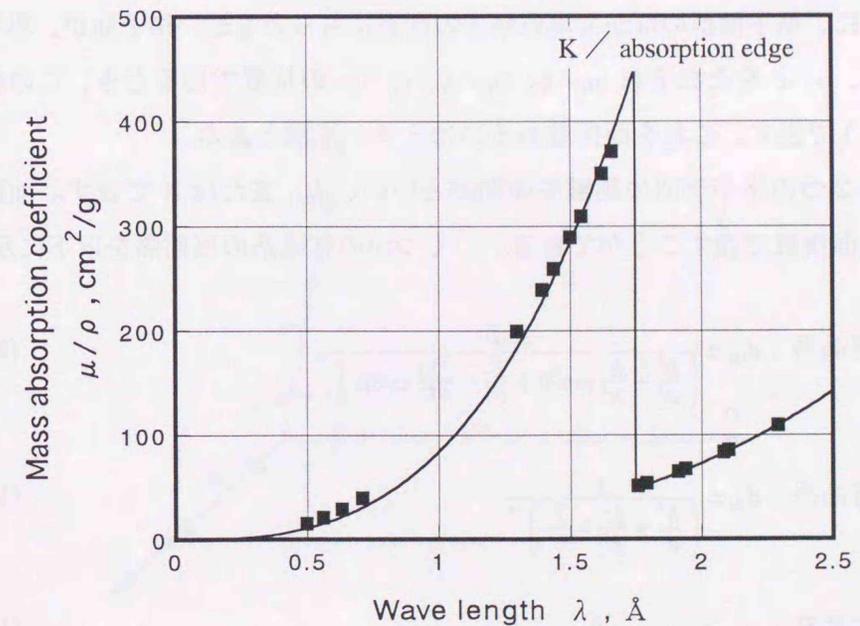


図1-8 質量吸収係数とX線波長の関係(吸収体がFeの場合)

(10) 測定対象材料の結晶構造

結晶は図 1-9 に示すように、その物質を構成する 1 個あるいは一定の配列をもった複数個の原子が 3 次元的に周期的に配列したものである。これを空間格子あるいは点格子という。空間格子の中で隣接する 8 つの格子点を結んで作られる最小単位の平行六面体を単位格子あるいは単位胞とよぶ。図 1-9 に示すように単位格子のとり方は無数にあるが、通常は結晶の対称性をよく表すようにとる。

図 1-10 に単位格子を示す。単位格子の基本となる 3 軸 a 、 b 、 c を結晶軸という。そして、単位格子の 3 軸の長さ a_0 、 b_0 、 c_0 と軸角 α 、 β 、 γ を格子定数とよぶ。

結晶はその対称性から分類すると、表 1-1 に示すように 7 種類の結晶系に分類できる。さらに、いくつかの結晶系には、基本となる空間格子（単純単位格子）の他に同一の対称性をもつ数種類の空間格子が存在する。これらは単純単位格子と異なり、底面の中心、全体を中心（体心）あるいは各面の中心（面心）に新しい格子点をもっている。これらの単位格子は 7 種類あり、単純単位格子と合わせた 14 種類の空間格子はブラベー格子とよばれる。それらを表 1-1 に示す。

格子点は互いに等間隔で平行な平面（格子面）にまとめることができる。図 1-11 に示すように、格子面群のなかで単位格子の原点にもっとも近い格子面が、単位格子の結晶軸 a 、 b 、 c をそれぞれ a_0/h 、 b_0/k 、 c_0/l の位置で切るとき、この格子面群を (hkl) で表す。これを面指数あるいはミラー指数とよぶ。

隣りあう 2 つの格子面間の距離を面間隔といい、 d_{hkl} または d で表す。面間隔は格子定数と面指数で表すことができる。いくつかの結晶系の面間隔を以下に示す。

$$\text{単斜晶系} : d_{hkl} = \frac{\sin\beta}{\left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} \sin^2\beta + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl}{ac} \cos\beta\right)^{1/2}} \quad (1-14)$$

$$\text{斜方晶系} : d_{hkl} = \frac{1}{\left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}\right)^{1/2}} \quad (1-15)$$

$$\text{正方晶系} : d_{hkl} = \frac{a}{\left\{h^2 + k^2 + \frac{a^2}{c^2} l^2\right\}^{1/2}} \quad (1-16)$$

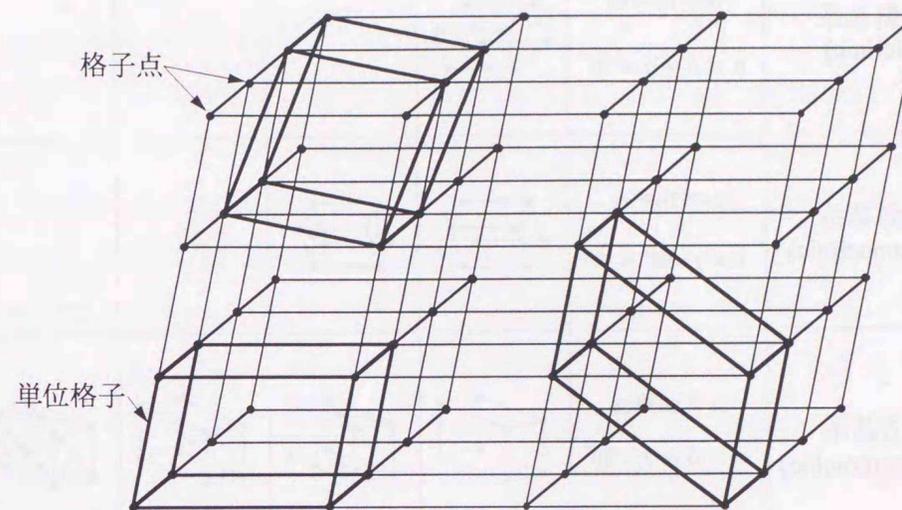


図 1-9 空間格子

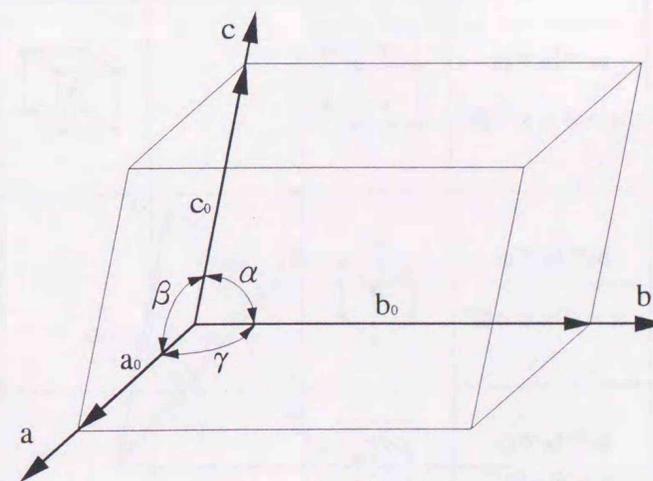
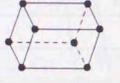
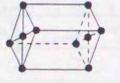
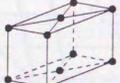


図 1-10 単位格子

表 1-1 結晶系とブラベー格子

	結晶系	結晶軸	単純格子(P)	底心格子(C)	体心格子(I)	面心格子(F)
1	三斜晶系 (triclinic)	$a_0 \neq b_0 \neq c_0$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$				
2	単斜晶系 (monoclinic)	$a_0 \neq b_0 \neq c_0$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$				
3	斜方晶系 (orthorhombic)	$a_0 \neq b_0 \neq c_0$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$				
4	正方晶系 (tetragonal)	$a_0 = b_0 \neq c_0$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$				
5	立方晶系 (cubic)	$a_0 = b_0 = c_0$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$				
6	菱面体晶系 (rhombohedral) 三方晶系 (trigonal)	$a_0 = b_0 = c_0$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$				
7	六方晶系 (hexagonal)	$a_0 = b_0 \neq c_0$ $\alpha = \beta = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$				

立方晶系: $d_{hkl} = \frac{a}{(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}}$ (1-17)

六方晶系: $d_{hkl} = \frac{a}{\left\{ \frac{4}{3}(h^2 + hk + k^2) + \frac{a^2}{c^2} l^2 \right\}^{1/2}}$ (1-18)

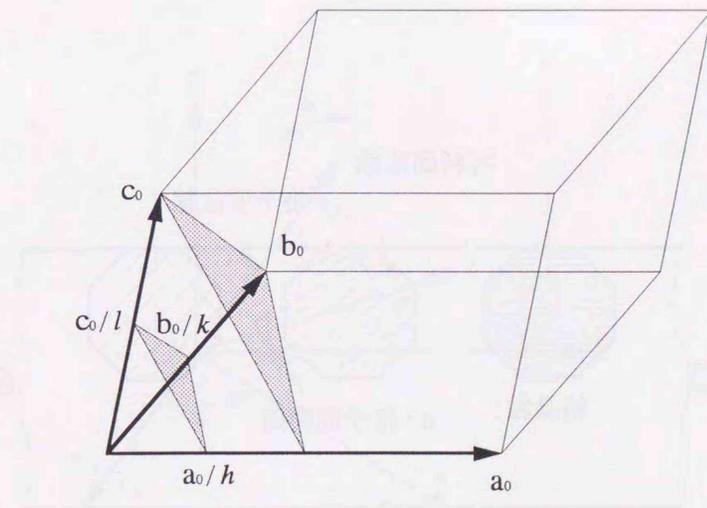


図 1-11 面指数

1.3 特性X線による応力測定的基础

(1) 応力測定の原理

工業用・生体用材料として広く用いられている金属やセラミックスは、一般に多結晶材料であり、各結晶粒はランダム方位を示す。これらの材料に応力が生じると、各結晶内では格子面間隔が変化する。図1-12に示すように、例えば材料表面に平行に一樣な引張り応力が生じている場合、結晶粒の格子面の法線方向が応力方向に近い結晶粒ほど格子面間隔が広がる。すなわち、材料面法線と格子面の法線のなす角を ψ とすると、 ψ 角が大きい結晶粒ほどその格子面間隔 d が広がる。逆に、一樣な圧縮応力が生じている場合、 ψ 角が大きい結晶粒ほどその格子面間隔 d が狭くなる。一樣な応力場では、種々の ψ 角に対する格子面間隔 d の変化割合と応力の大きさには一対一の関係がある。結晶粒の格子面間隔 d は、Braggの条件式(1-7)より、単一波長のX線を材料に照射して得られる回折X線のBragg角 θ から求められる。したがって、特性X線を用いれば、種々の ψ 角におけるBragg角 θ を測定することにより、 ψ 角と格子面間隔 d の関係が得られるので、その変化割合から応力を非破壊的に求めることができる。

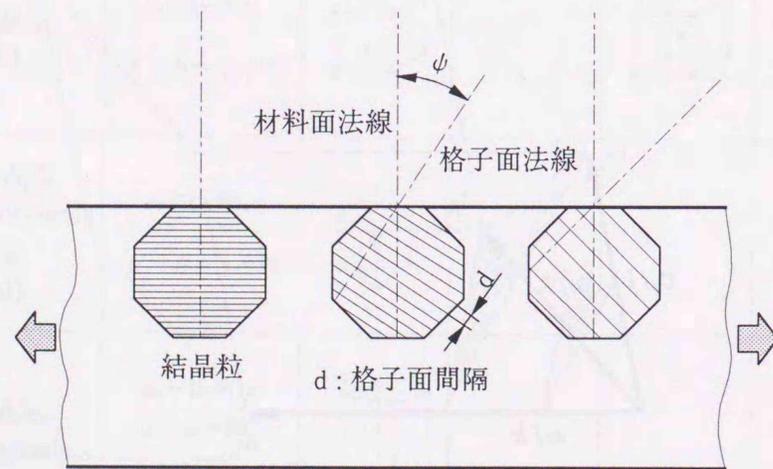


図1-12 ψ 角と格子面間隔の関係

(2) 応力測定理論

まず、以下の仮定をおく。

- (i) 材料は多結晶であり、各結晶粒はランダム方位を示す。
- (ii) 材料は応力評価領域で等方弾性体とみなす。
- (iii) 平面応力状態、すなわち材料の表面法線方向の応力成分は零である。

図1-13で材料表面のO点を測定位置とする。主応力を σ_1 、 σ_2 および σ_3 、主ひずみを ϵ_1 、 ϵ_2 および ϵ_3 とする。 σ_1 と σ_2 および ϵ_1 と ϵ_2 を材料表面上の平面内にあるとした場合、式(1-19a)~(1-19c)が成立する。

$$\epsilon_1 = (\sigma_1 - \nu \sigma_2) / E_M \quad (1-19a)$$

$$\epsilon_2 = (\sigma_2 - \nu \sigma_1) / E_M \quad (1-19b)$$

$$\epsilon_3 = -\nu (\sigma_1 + \sigma_2) / E_M \quad (1-19c)$$

ここで、 E_M は縦弾性係数、 ν はポアソン比である。

材料表面上O点で互いに直交する2方向の応力を σ_x 、 σ_y 、ひずみを ϵ_x 、 ϵ_y とすると、次式の関係が成り立つ。

$$\epsilon_x = (\sigma_x - \nu \sigma_y) / E_M \quad (1-20a)$$

$$\epsilon_y = (\sigma_y - \nu \sigma_x) / E_M \quad (1-20b)$$

$$\epsilon_z = \epsilon_3 = -\nu (\sigma_x + \sigma_y) / E_M \quad (1-20c)$$

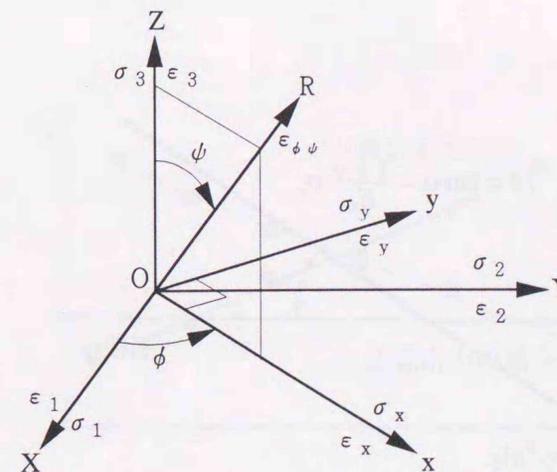


図1-13 応力とひずみの方向

図 1-13 の OR 方向のひずみ $\varepsilon_{\phi\psi}$ は、主ひずみを用いて式 (1-21) で表される。

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi} &= \varepsilon_1 \cos^2\varphi \sin^2\psi + \varepsilon_2 \sin^2\varphi \sin^2\psi + \varepsilon_3 \cos^2\psi \\ &= (\varepsilon_1 \cos^2\varphi + \varepsilon_2 \sin^2\varphi) \sin^2\psi + \varepsilon_3 (1 - \sin^2\psi) \end{aligned} \quad (1-21)$$

ここで

$$\varepsilon_x = \varepsilon_1 \cos^2\varphi + \varepsilon_2 \sin^2\varphi \quad (1-22)$$

式 (1-22) を式 (1-21) に代入すると式 (1-23) となる。

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \varepsilon_x \sin^2\psi + \varepsilon_3 (1 - \sin^2\psi) \quad (1-23)$$

式 (1-23) に式 (1-20a)、式 (1-20c) と式 (1-19c) を代入すると式 (1-24) となる。

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E_M} \sigma_x \sin^2\psi - \frac{\nu}{E_M} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (1-24)$$

式 (1-24) が先の仮定の下における X 線応力測定の基本式である。

式 (1-24) を図示すると図 1-14 のようになる。ひずみ $\varepsilon_{\phi\psi}$ は $\sin^2\psi$ に対して直線となっている。直線のこう配を M とすると次式で表される。

$$M = \frac{\partial \varepsilon_{\phi\psi}}{\partial \sin^2\psi} \quad (1-25)$$

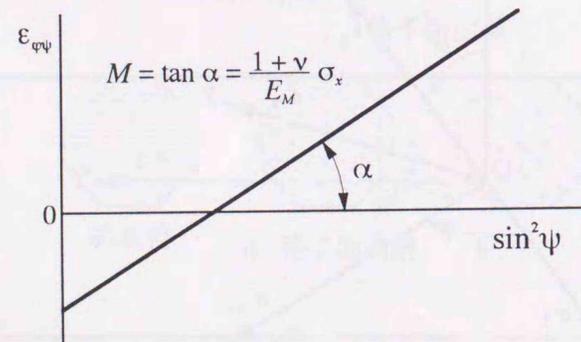


図 1-14 $\varepsilon_{\phi\psi} - \sin^2\psi$ 線図

式 (1-25) に式 (1-24) を代入して、 σ_x について整理すると式 (1-26) が得られる。

$$\sigma_x = \frac{E_M}{1+\nu} M \quad (1-26)$$

したがって、こう配 M が得られれば σ_x が求められる。

X 線応力測定では、ひずみを回折面間隔 d の変化から求める。図 1-13 で、回折面の法線が OR と一致する回折面の間隔を $d_{\phi\psi}$ とし、無応力状態でのそれを d_0 とすると、ひずみの定義から式 (1-27) が得られる。

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \quad (1-27)$$

式 (1-24) に式 (1-27) を代入して、面間隔 $d_{\phi\psi}$ について整理すると式 (1-28) となる。

$$d_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E_M} d_0 \sigma_x \sin^2\psi + \left\{ 1 - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \right\} d_0 \quad (1-28)$$

実際の測定では、種々の ϕ 方向の回折面間隔 $d_{\phi\psi}$ を求めて $d_{\phi\psi} - \sin^2\psi$ 線図を作成する。材料が均質な等方弾性体で表層が平面応力状態にあれば、 $d_{\phi\psi} - \sin^2\psi$ 線図は直線となり、そのこう配から応力を求めることができる。 $d_{\phi\psi} - \sin^2\psi$ 線図を模式的に図 1-15 に示す。 $d_{\phi\psi} - \sin^2\psi$ 線図を作成して応力を求める方法を $\sin^2\psi$ 法という。

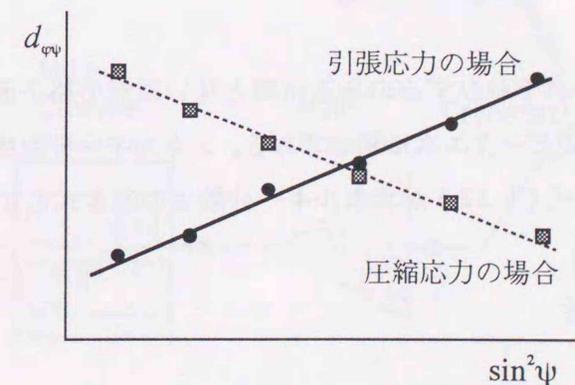


図 1-15 $d_{\phi\psi} - \sin^2\psi$ 線図

1.4 白色X線による応力測定的基础

1.4.1 エネルギー分散法

ひずみのある試料とない試料の格子面 (hkl) の間隔をそれぞれ d_{hkl}^s 、 d_{hkl}^n とすると、ひずみは式 (1-29) で表わされる。

$$\epsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl}^s - d_{hkl}^n}{d_{hkl}^n} \quad (1-29)$$

ここで d_{hkl}^s 、 d_{hkl}^n に対して、式 (1-7) の Bragg の条件を満たすX線の波長をそれぞれ λ_{hkl}^s 、 λ_{hkl}^n とすると、ひずみは式 (1-30) となる。

$$\epsilon_{hkl} = \frac{\lambda_{hkl}^s - \lambda_{hkl}^n}{\lambda_{hkl}^n} \quad (1-30)$$

さらに、X線の波長 λ とエネルギー E の関係は式 (1-31) で表わされる。

$$\lambda = \frac{hc}{E} \quad (1-31)$$

ここで、 h は Planck 定数、 c は光速度を表わす。

式 (1-31) より、式 (1-30) をX線のエネルギーで表わすと式 (1-32) となる。

$$\epsilon_{hkl} = \frac{1/E_{hkl}^s - 1/E_{hkl}^n}{1/E_{hkl}^n} = \frac{E_{hkl}^n - E_{hkl}^s}{E_{hkl}^s} \approx \frac{E_{hkl}^n - E_{hkl}^s}{E_{hkl}^n} \quad (1-32)$$

ここで、 E_{hkl}^s 、 E_{hkl}^n はそれぞれひずみのある試料とない試料の格子面 (hkl) で回折するX線のプロファイルのピークエネルギーである。エネルギー分散法では、式 (1-32) からひずみを求める。式 (1-32) がエネルギー分散法の基本式となる。

1.4.2 測定装置の特性

(1) 測定システム構成

図 1-16 に、本研究に用いた白色X線測定システムの概略を示す。まず、非常に高速の電子を銅 (Cu) やタングステン (W) のターゲットに衝突させ白色X線を発生させる。発散角が 0.16° のソーラースリット (Soller Slit) を通り平行ビームとなった白色X線を試料に照射する。試料で回折したX線は、再びソーラースリットを通り平行ビームとなり、半導体検出器 (Solid-state Detector, Semiconductor Detector, SSD) に入射し検出される。入射したX線は、多重波高分析器 (Multi Channel Analyzer, MCA) によって、その連続波長が 4096 チャンネルに分割され、それぞれのチャンネルにその強度情報が保存される。

(2) X線受光効率

本研究における測定では、X線の試料への入射方法として側傾法を用いる。試料表面に垂直な面内および法線に対し角度 ϕ 傾いた面内で白色X線を入射し回折X線を

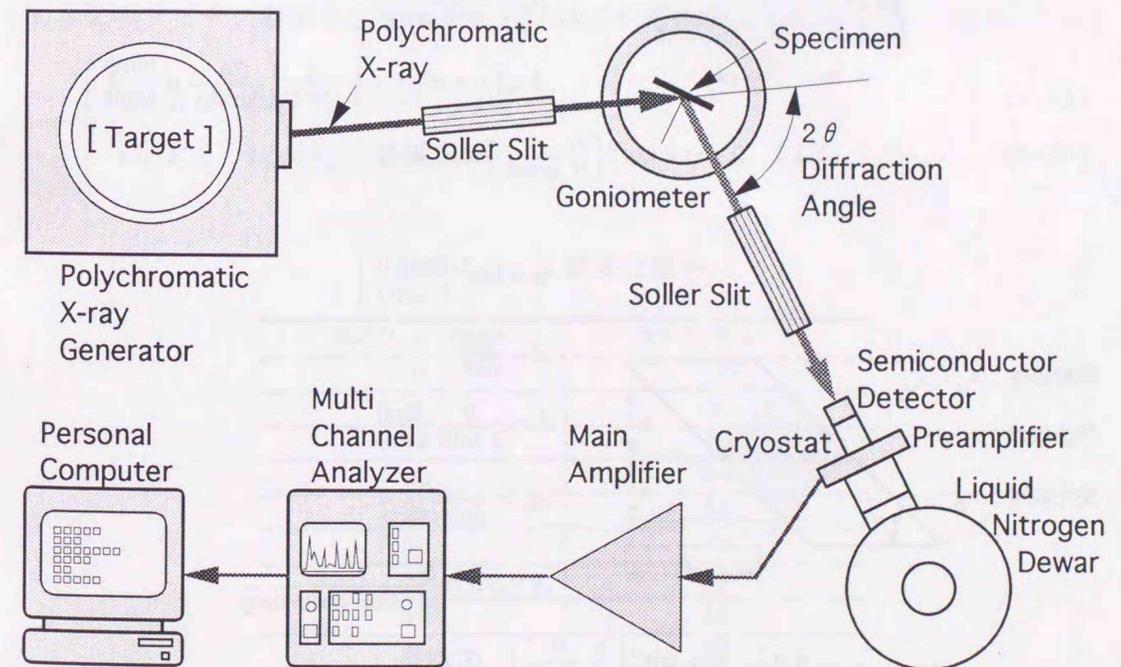
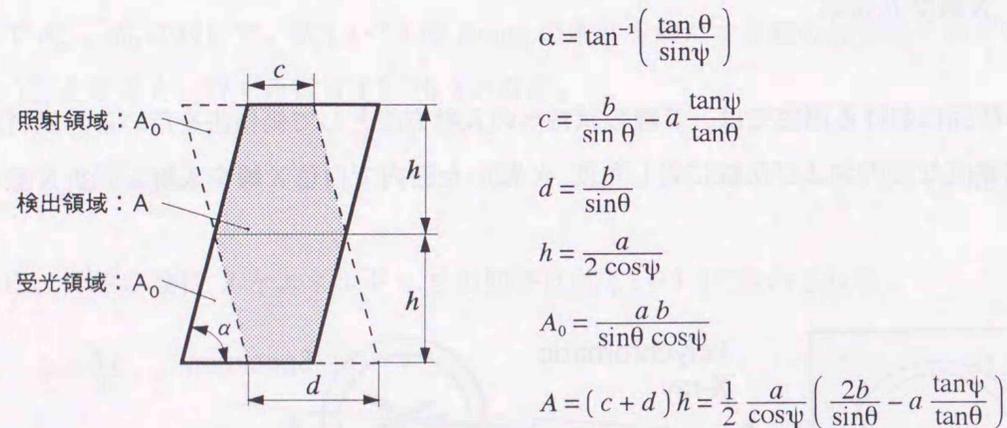


図 1-16 白色X線測定システム

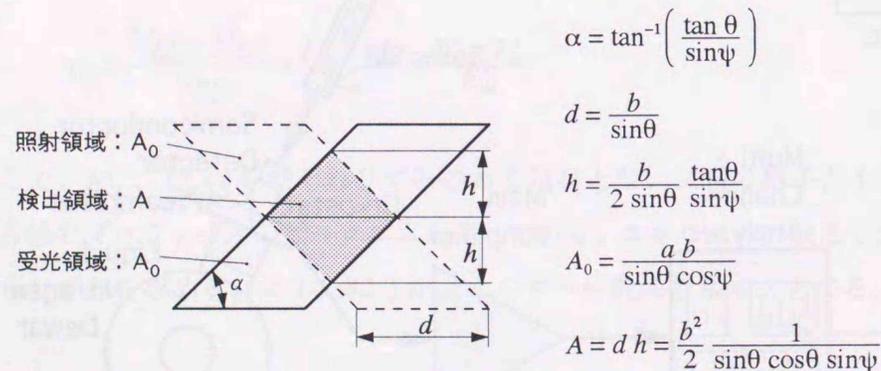
検出する。ところが角度 ψ 傾けたとき、本測定装置では図 1-17 に示すように、X線照射領域に対し回折X線検出領域が減少するため、回折X線の受光効率が低下する。以下に、X線照射側と受光側のスリット形状を高さ $a \times$ 幅 b とし、Bragg 角を θ とした時の ψ 角による受光効率 η を示す。

$$(i) \quad 0 \leq \psi \leq \tan^{-1}\left(\frac{b}{a} \frac{1}{\cos\theta}\right) \quad \text{の場合} : \quad \eta = \frac{A}{A_0} = \frac{\sin\theta}{2b} \left(\frac{2b}{\sin\theta} - a \frac{\tan\psi}{\tan\theta} \right) \quad (1-33)$$

$$(ii) \quad \psi > \tan^{-1}\left(\frac{b}{a} \frac{1}{\cos\theta}\right) \quad \text{の場合} : \quad \eta = \frac{A}{A_0} = \frac{b}{2a} \frac{1}{\cos\theta \tan\psi} \quad (1-34)$$



$$(i) \quad 0 \leq \psi \leq \tan^{-1}\left(\frac{b}{a} \frac{1}{\cos\theta}\right) \quad \text{の場合}$$



$$(ii) \quad \psi > \tan^{-1}\left(\frac{b}{a} \frac{1}{\cos\theta}\right) \quad \text{の場合}$$

図 1-17 X線の照射領域、受光領域と検出領域

Bragg角 $\theta = 10^\circ$ 、照射側および受光側スリットの幅が 2mm、高さが 4mm とした場合の ψ 角による受光効率の変化を表 1-2 に示す。表 1-2 より、 $\psi = 25^\circ$ の時には、受光効率が $\psi = 0^\circ$ の時の約半分になることがわかる。受光効率が低下すると、比例的に単位時間当たりの回折X線の強度が低下する。強度が低下すると、回折X線プロファイル全体の統計的誤差が増大するため、測定精度に重大な影響を及ぼす。したがって、角度 ψ ごとに測定時間を調整することが必要となる。

(3) エスケープ現象

本研究で使用した SSD は、X線の検出にピュア Ge 型の半導体を用いている。この場合、Ge の K 吸収端 (11.1 keV) より高エネルギーのX線が入射すると Ge の蛍光X線が励起され、その $K\alpha$ 線 (9.87 keV) や $K\beta$ 線 (11.0 keV) が SSD の外部に放出されるエスケープ現象が生じる。このとき図 1-18 に示すように、回折X線のピークエネルギーから Ge- $K\alpha$ あるいは Ge- $K\beta$ のエネルギーの分だけ低エネルギー側にエスケープピークが現われる。回折X線のエネルギーを E_{hkl} [keV] とすれば、エスケープピークの出るエネルギー E_{hkl}^e はそれぞれ次式となる。

$$\text{Ge-K } \alpha : E_{hkl}^e = E_{hkl} - 9.87 \quad [\text{keV}] \quad (1-35)$$

$$\text{Ge-K } \beta : E_{hkl}^e = E_{hkl} - 11.0 \quad [\text{keV}] \quad (1-36)$$

表 1-2 X線受光効率

傾斜角 ψ degree	受光効率 η %
0	100
5	91
15	74
20	64
25	54
30	44
35	36
40	30
45	25
50	21

Bragg 角の設定によっては、エスケープピークが測定格子面の回折線ピークと重なることが考えられる。それによって測定データの精度が減少することもあるので、Bragg 角の設定にはエスケープピークの位置を十分考慮しなければならない。

(4) SSD のエネルギー検出効率

SSD は検出に用いる半導体によって検出効率が 100% となるエネルギー領域が異なる。本研究で用いたピュア Ge 型の SSD は、上述したエスケープ現象によって、図 1-19 に示すように Ge の K 吸収端より約 20keV の高エネルギー側まで検出効率の低下がみられる。そのため、X線のエネルギーで約 25 keV~60 keVの範囲が検出効率 100%となる。測定では、回折X線のエネルギーがその範囲に入るように Bragg 角を設定することが、測定精度の点からも望ましい。

(5) MCA におけるひずみ感度

SSD に入射したX線のエネルギーは、MCA によって 4096 チャンネルに分けら

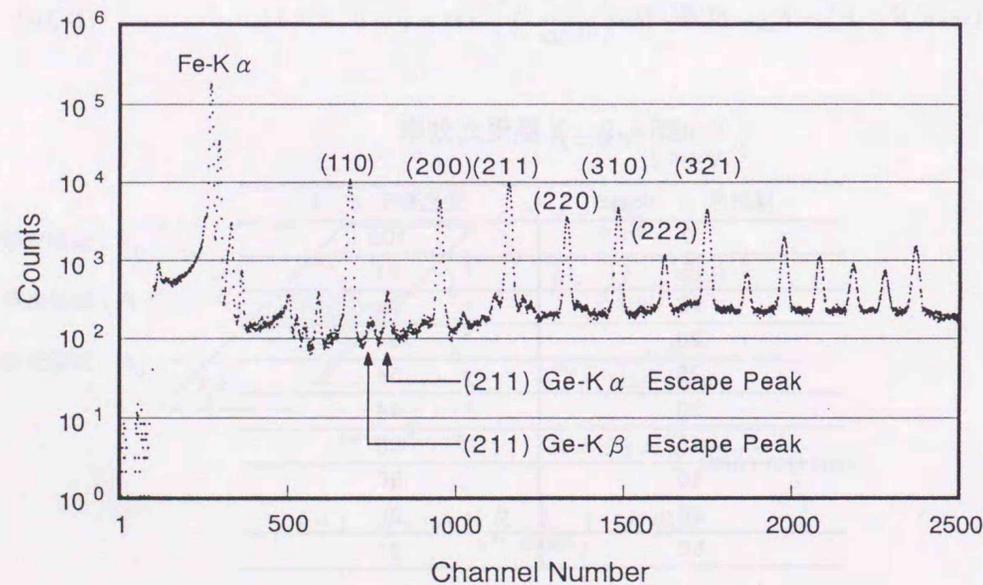


図 1-18 エスケープピーク (α -Fe: Bragg 角 $\theta = 10^\circ$)

れる。MCA の各チャンネルは、ある一定のエネルギー幅を有する。本研究で使用した MCA は、1チャンネルが約 27eV に対応している。上述した SSD の検出効率が 100%の範囲でひずみ感度を計算すると以下ようになる。

- X線のエネルギーが 25keV の場合：ひずみ感度 = $1080 \times 10^{-6} / \text{Channel}$
- X線のエネルギーが 60keV の場合：ひずみ感度 = $450 \times 10^{-6} / \text{Channel}$

回折X線のエネルギーが高くなるほど1チャンネルあたりのひずみ感度が増大している。したがって、X線応力測定において、回折X線のエネルギーがより高エネルギー側になるように Bragg 角 θ を設定すれば、測定精度の向上が期待できる。

(6) Bragg 角 θ によるピークエネルギーとピーク強度の変化

式 (1-7) から明らかなように、同一の格子面間隔 d に対して Bragg 角 θ を変化させると、回折する X線の波長すなわちエネルギーが変化する。図 1-20 に鉄鋼材料の例を示す。また、それと同時に、先に述べた SSD の検出効率から、Bragg 角 θ を変化させると測定される回折X線のピーク強度が変化する。図 1-21 に Bragg 角 θ に

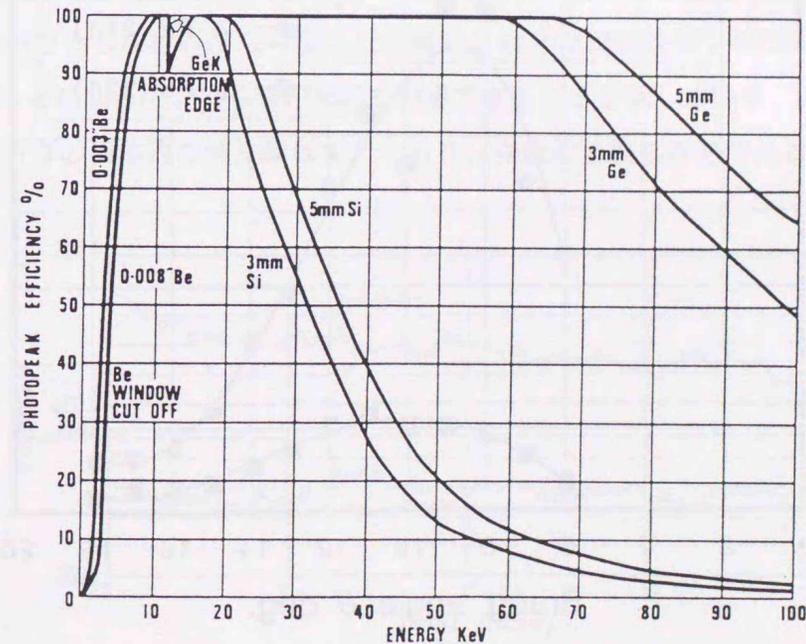


図 1-19 SSD のエネルギー検出効率 [45]

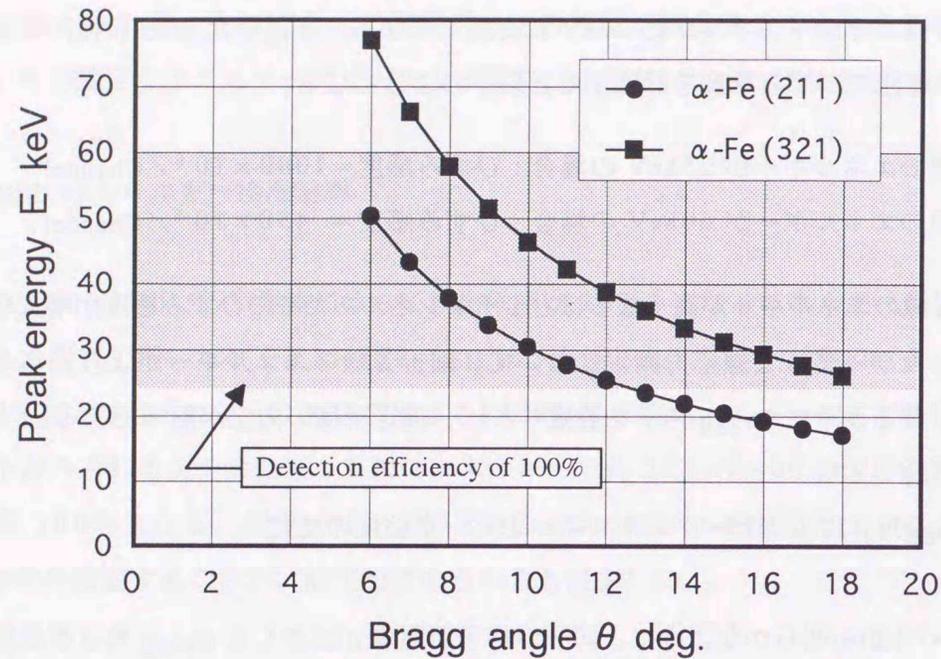


図 1-20 Bragg 角 θ による回折 X 線ピークエネルギーの変化

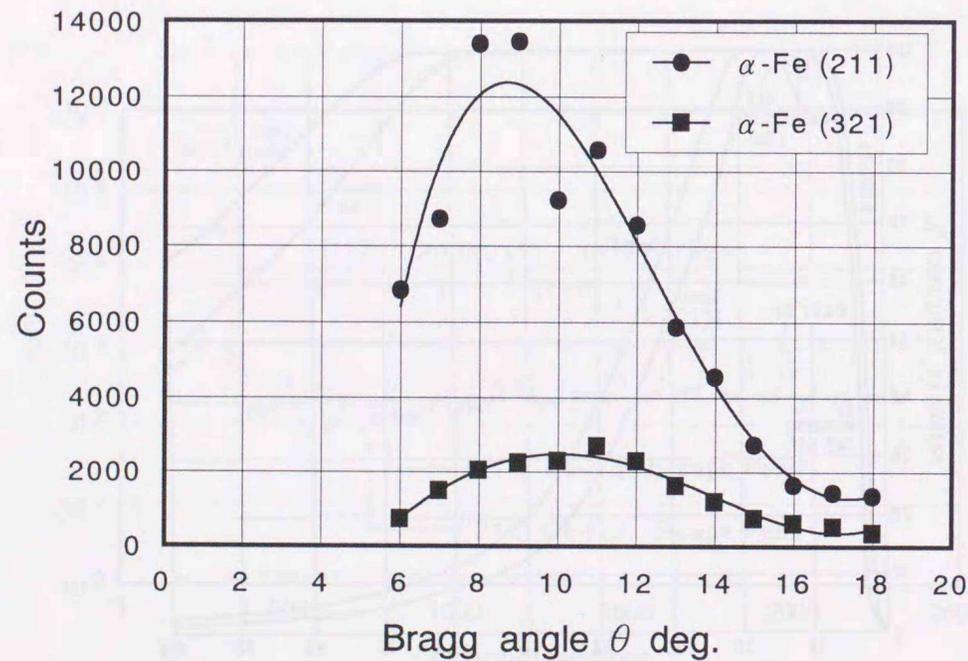


図 1-21 Bragg 角 θ による回折 X 線ピーク強度の変化

よる回折 X 線のピーク強度の変化を示す。SSD の検出効率 100% の範囲で強度が大きくなっているのがわかる。強度が小さくなると回折 X 線のプロファイルの統計的誤差 (カウントを n とした場合; \sqrt{n}/n) が増大するため、ピークエネルギーの測定精度が下がる。したがって、ピークエネルギーの測定精度を上げるためには、測定対象とする回折面の最適な Bragg 角を事前にチェックする必要がある。

(7) 測定ピークエネルギーのゆらぎ

白色 X 線による測定では、かねてより測定ピークエネルギーのゆらぎの問題が指摘された [51][54]。これは、白色 X 線測定装置を構成する回路素子の特性が温度によって変動することが原因と考えられる。そのため、本研究に用いた白色 X 線測定装置は恒温室に設置されている。したがって、温度変化によるゆらぎの影響はほとんど無いものと考えられたが、固有のエネルギー値をもつ Am241-49 γ と Fe-K α のピークチャンネル (ピークエネルギーに 1 対 1 対応) を 15 分間隔で 24 時間測定したところ、測定時刻により図 1-22 のようなゆらぎを示した [103]。図 1-22 をみると、両者はそれぞれ独立かつ不規則にゆらいでいる。装置個々の温度制御が必要であることがわかる。ゆらぎはピークエネルギーの測定精度を低下させるため、できるだけその影響を小さくしなければならない。高間ら [51] は試料を短い時間間隔で交互に測定することによって、ゆらぎの影響を回避できることを示している。ピークエネルギーのゆらぎの根本的な解決策はまだであり、今後の重要な課題である。

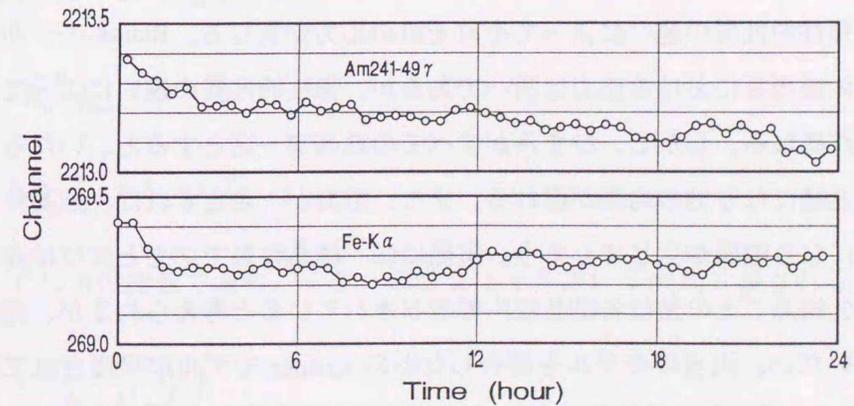


図 1-22 ピークチャンネルのゆらぎ

1.5 X線の弾性定数

一般に、物質は多結晶体である。多結晶体は文字どおり多くの結晶粒からなる。一つの結晶粒は単結晶と同じである。多結晶が単純に結晶粒（単結晶）の集まりであり結晶粒の間に連結が無いとすれば、各結晶粒の任意の方向の弾性定数は、単結晶そのものの弾性定数から方向を考慮して求めればよい。しかしながら、実際が多結晶体では、隣り合う結晶粒が結晶粒界を介して連結し、お互いを拘束している。したがって、多結晶体の弾性的性質は、それを構成する結晶粒の単結晶単体の弾性的性質と同一ではなく、連結によって生じる結晶粒相互の拘束により弾性的性質が再構築され、全体として新たな弾性的性質が形成されていると考えられる。多結晶体を構成する結晶粒の間に連結があったとしても、各結晶粒がその単結晶としての基軸を揃えて連結している場合、多結晶体でありながら単結晶と同じ弾性的性質を示すはずである。しかし、ランダム方向を向いた結晶粒が連結した多結晶体を考えた場合、単結晶とは異なった弾性的性質を示すと考えられる。そして、単結晶単体が弾性異方性を示すように、多結晶体においてもそれを構成する結晶粒のある方向に注目した場合、その弾性定数は他の方向のものとは異なると考えられる。それに対し機械的な弾性定数は、ランダムな方向を向いた結晶のそれぞれの弾性定数の平均値と考えられる。

結晶粒の連結（拘束）形態として、Voigt モデル（ひずみ一定）や Reuss モデル（応力一定）が提唱されている。結晶粒を一つのバネと考えた場合、Voigt モデルはバネ定数の異なったバネの並列であり、Reuss モデルはそれらのバネの直列と考えられる。すなわち、Voigt モデルでは各結晶粒の全体座標系におけるひずみは同一であるが、弾性的性質の違いによってそれぞれの応力が異なる。Reuss モデルでは各結晶粒の全体座標系における応力は同一であるが、弾性的性質の違いによってそれぞれのひずみが異なる。しかし、ひずみがすべての結晶で一定とすると、いたるところで応力が不連続になり力の均衡が崩れる。また、応力が一定とすれば、結晶粒界で変位が不連続になり隙間が生じてしまう。実際には、結晶粒界で応力と変位は連続ではなく、各結晶ごとの差は各結晶粒内で吸収されていると考えられるが、完全には解決されていない。両者のモデルを混合した形の Kröner モデルが提唱されている。現在、Kröner モデルが結晶粒の応力-ひずみ関係をよく表していると考えられている。

X線による測定では、多結晶体を構成する結晶粒のうち Bragg の条件を満たす格子面を有する結晶粒を選択し、その格子面間隔を得ている。上記のように、選択された結晶粒の弾性的性質は、単結晶そのものの弾性的性質から得られるものではなく、測定格子面の方向を基軸とした単結晶がランダムな方向を向いて連結した多結晶体の弾性的性質から得なければならない。このように、X線による測定では測定する格子面によって弾性定数が異なるので、X線応力測定で用いる弾性定数をX線の弾性定数と呼び機械的弾性定数と区別している。本研究でも、Kröner モデルを使ってX線の弾性定数を算出している。以下に、上記の3つのモデルによるX線の弾性定数を、立方晶系の場合について弾性コンプライアンス定数（ S_{ij} ; $i, j = 1, \dots, 6$ ）を用いて示す [62]。

(i) Voigt モデル（ひずみ一定）

$$\left(\frac{1+\nu}{E_M} \right)_{\text{Voigt}} = \frac{5(S_{11}-S_{12})S_{44}}{6S_0+5S_{44}} \quad (1-37)$$

$$-\left(\frac{\nu}{E_M} \right)_{\text{Voigt}} = \frac{2S_0(S_{11}+2S_{12})+5S_{12}S_{44}}{6S_0+5S_{44}} \quad (1-38)$$

ここで、 E_M は縦弾性係数、 ν はポアソン比であり、 S_0 は次式で表わされる。

$$S_0 = S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44} \quad (1-39)$$

(ii) Reuss モデル（応力一定）

$$\left(\frac{1+\nu}{E_M} \right)_{\text{Reuss}} = S_{11} - S_{12} - 3\Gamma S_0 \quad (1-40)$$

$$-\left(\frac{\nu}{E_M} \right)_{\text{Reuss}} = S_{12} + \Gamma S_0 \quad (1-41)$$

ここで、 Γ は方位関数であり、ミラー指数 h, k, l を用いて次式で表される。

$$\Gamma = \frac{h^2k^2 + k^2l^2 + l^2h^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (1-42)$$

また、 S_0 は式 (1-39) と同様である。

(iii) Kröner モデル

$$\left(\frac{1+\nu}{E_M}\right)_{\text{Kröner}} = \gamma \left(\frac{1+\nu}{E_M}\right)_{\text{Voigt}} + (1-\gamma) \left(\frac{1+\nu}{E_M}\right)_{\text{Reuss}} \quad (1-43)$$

$$-\left(\frac{\nu}{E_M}\right)_{\text{Kröner}} = -\gamma \left(\frac{\nu}{E_M}\right)_{\text{Voigt}} - (1-\gamma) \left(\frac{\nu}{E_M}\right)_{\text{Reuss}} \quad (1-44)$$

ここで、 γ は混合比である。鋼の場合 $\gamma = 0.583$ とされている [61]。

1.6 本研究の背景

特性X線による応力測定原理は、1930年 Sachs, G. と Weerts, J. [1] により初めて提唱された。今日用いられている $\sin^2 \phi$ 法の基礎となる測定原理は、1935年 Glocker, R.ら [2] や 1936年 Gisen, F.ら [3] によって提案された。以上はすべて写真法によるものであるが、1953年 Christenson, A.L. ら [5] は、初めてガイガー計数管とゴニオメーターを用いて鉄鋼材料のX線残留応力測定を行っている。ガイガー計数管は、X線による気体の電離作用を利用したX線検出器である。ゴニオメーターを用いればX線検出器を試料を中心に回転走査させることができるので、試料からさまざまな角度で回折してくるX線を自動的に検出できる。1958年 Moore, M.G.ら [6] は、表面硬化処理された鉄鋼材料（中実、中空円筒や平板）の表層を逐次薄層除去しX線応力測定を行い、薄層除去による応力緩和を考慮して深さに沿って変化する残留応力を求めている。この頃から、X線応力測定は工業的に実際に応用されるようになった。日本でも、1961年に日本材料試験協会にX線応力測定部門委員会が設けられ、X線応力測定の本格的な実用化研究が始まった。1962年には、平・有馬 [7]、平・吉岡 [8]、蒲地・渡辺 [9] によって研究成果が発表されている。また、種村・中島 [10] は平行ビーム法によるX線応力測定装置を日本で初めて製作し、応力測定を行っている。1970年代には、現場でも十分な精度が得られる測定機器が開発され、工業的な実用化に大きく寄与した。

特性X線による応力測定法は、今日、残留応力の非破壊測定法として重要な役割を担っている。特性X線法は、単一波長 λ を有する特性X線を試料に入射し、試料内部の格子面の変化に対応して Bragg 角 θ が変化することを利用して、角度分散法とも呼ばれている。特性X線法の代表的測定法である $\sin^2 \phi$ 法の適用対象は、多結晶の等方均質材料で結晶粒がランダムに方位分布し、表層の応力状態が平面応力状態とみなせる材料である。この時、測定によって得られる回折角 2θ と $\sin^2 \phi$ (ϕ は試料法線と回折面法線との成す角) の関係線図は直線となる。この方法は、金属材料の加工や製造時に生じた残留応力の評価に用いられ成果を上げてきた。

ところが、研削や圧延加工された材料のX線応力測定においては、かねてから応力

こう配や三次元応力状態を考慮すべきことが指摘されていた。この場合、回折角 2θ と $\sin^2\phi$ の関係線図が直線とならないため、従来より使われている $\sin^2\phi$ 法では正確な評価が困難となった。そのような応力状態を評価するために、特性X線によるさまざまな測定法が提案されている [4], [11]~[41]。石井 [4] は金属材料加工層のX線応力測定においては三次元応力を考慮すべきことを指摘し、写真法による三次元応力測定の可能性を提唱した。Lode, W.ら [11][13] は、三次元応力状態にある材料の ϕ 方向のひずみを ϕ を含んだ三角関数で表し、それを $\phi = -45^\circ \sim 45^\circ$ の範囲で積分することで三次元ひずみ分布を求める積分法を示した。Dölle, H. [12] は z 方向応力成分を考慮した $\sin^2\phi$ 法を開発し、非線形となった $\varepsilon - \sin^2\phi$ 線図から三次元応力分布を求めた。さらに、Noyan, I.C.ら [30]、Hauk, V.M. [31]、Coppa, P.ら [32] や Gola, M.M.ら [33] は、Dölle の方法を改良あるいは応用した測定法を示した。英ら [14][15] は、表層の急なひずみこう配を直線で近似し、X線の吸収を考慮した重み付き平均ひずみと湾曲した $\varepsilon - \sin^2\phi$ 線図から応力こう配を評価する重み付き平均解析法を提示した。佐々木ら [18] および吉岡ら [19][20] は Dölle の方法に Lode の積分法を応用して、表層の三次元応力の各成分の深さに沿った分布を直線で近似して求めている。また、吉岡ら [21] は、ひずみを $\sin^2\phi$ の多項式で表して三次元応力の各成分と直線的応力こう配を求める方法を示した。佐々木ら [22] は、三次元応力状態にある材料の ϕ および ψ (ひずみ測定方向の xy 面投影軸が x 軸となす角) 方向のひずみを ϕ を含んだ三角関数で表し、 ϕ を変化した測定から三次元応力の各成分と直線的応力こう配を求める方法を示した。また、機械加工された材料の表層を逐次薄層除去してX線測定によって求めた残留応力を、X線の侵入深さを考慮して補正した土肥・鶴飼 [24]~[27] や Kooi, B.J.ら [37] の測定法がある。加工表面層の急な応力こう配を評価する方法として、Predecki, P.らの低角入射法 [38][41]、照射領域を一部制限してX線の侵入深さを変化させ残留応力の深さ分布を求めたマスク法 [39] がある。

一方、白色X線は、当初、特性X線に比べ強度が弱いことや適当な検出装置が無かったこともあり、結晶構造解析や応力測定の分野ではほとんど利用されなかった。1956年に、 α 線 (原子核が α 崩壊する際に放出されるヘリウム原子核) のスペクトロメータとして半導体検出器 (SSD) が開発された。その後、改良が重ねられ、 β 線 (原子核が β 崩壊する際に放出される電子線)、 γ 線 (波長がX線より短い

電磁波) や中性子の検出器としても利用されるようになった。1966年、細谷 [42] は国際結晶学連合装置委員会の報告書の中で、X線の新しい検出器としての半導体検出器の可能性を述べている。その2年後の1968年、Science誌に Giessen, B.C.ら [43] が、白色X線とSSDを用いた初めての測定例として、白金の格子面間隔を測定した結果を発表している。その後、SSDの性能向上 [44][45] とともに、白色X線とSSDを用いた測定が行われ、結晶などの微視的構造解析 [46]~[49] の分野で広く活用されるようになった。

白色X線を用いたひずみや応力の測定が、最近いくつか報告されている。佐藤 [50]、高間・佐藤 [51][54] は、Bragg角 θ を固定して得られる白色X線の回折X線エネルギーが各格子面毎に異なることを利用して、試料表面から内部に至る残留ひずみの分布を非破壊的に測定する理論を提唱した。実際に圧延工具鋼板の測定を行い、深さ方向ひずみの分布を求めている。また、回折線プロファイルのピーク位置のゆらぎについて詳しく考察を行っており、測定精度向上のための方法を述べている [51]。長尾ら [52] は、白色X線を用いた側傾法による $\sin^2\phi$ 法とその基礎的実験を示している。また、X線の侵入深さが回折面によって異なるのを利用して、旋削加工されたSUS304鋼の残留応力の深さ分布を複数の回折面のひずみ情報から求めている。Bechtoldt, C. J.ら [53] や Black, D. R.ら [55] は、強度の強い白色X線を金属材料に入射し、透過した回折X線から材料の厚さ全体にわたる応力分布を測定している。

以上のように、残留応力分布の非破壊測定に関する研究は、そのほとんどが特性X線を用いて行われてきた。一方、白色X線を用いた残留応力測定例がいくつか報告されており、今後の発展が期待されている。このように、X線は金属やセラミックスなどに存在する応力の非破壊測定のための強力な手段であり、現在においてもX線を利用した残留応力測定に関する研究が多くの研究者により遂行されている。

1.7 本研究の目的

前節で述べたように、近年問題となっている深さに沿って変化する残留応力の測定は、主に特性X線を用いて行われてきた。しかしながら、石井[4]の方法はX線が侵入しうる表層全体が同一の三次元応力状態にある場合に限定されており、応力分布が深さに沿って変化する実際的な分布の測定には適用できない。また、他の方法においても単一波長のX線を用いているため、一回の測定では一格子面の面間隔情報しか利用できず、深さに沿った格子面の面間隔情報を得るためには、入射X線の傾き角を種々変えたり、表面を被覆あるいは除去してX線の侵入深さを変えなければならない。そのため、測定時間が多くかかったり測定手順が煩雑になるなどの欠点や非破壊的測定法とはいえない場合が生じている。

一方、最近、白色X線を用いた残留応力測定が注目されている。白色X線はさまざまな波長のX線からなる。したがって、Braggの条件を用いて格子面間隔情報を得るためには、特性X線の場合と異なり測定中はBragg角を一定としなければならない。この時、各格子面の間隔に対応して回折するX線の波長、すなわちエネルギーが分散する。これらの特徴から、白色X線を応力測定に用いた場合、次のような利点が考えられる。

- (i) 白色X線の波長領域は広範囲であるので、複数の格子面の面間隔情報が同時に得られる。
- (ii) 通常使用される特性X線に比べ短波長のX線を含むため、より深い位置における格子面間隔の情報が得られる。
- (iii) 白色X線の波長領域が広範囲で短波長のX線を含むことから、例えばコーティング材料のコーティング層と基材両者の格子面の面間隔情報を同時に得られる可能性がある。
- (iv) ステンレス鋼のような合金鋼の測定において、試料から放射される蛍光X線がバックグラウンドとはならず1つのピークとして検出されるため、 I_P/I_B 比（回折線ピーク強度とバックグラウンド強度の比）の大きい精度のよいデータが得られる。
- (v) 測定中はBragg角を一定とするので、X線源、試料や検出器を固定したまま

で測定できる。そのため、高温・低温環境下のX線応力測定が容易となる。

しかしながら1.4節で述べたように、X線検出器にSSDを用いるため、測定条件によってはエスケープピークが回折線ピークと重なり測定に支障が出る。また、現在の測定装置では、装置の回路特性が時間や温度変化によって変動しやすく、その影響で測定ピークにゆらぎが生じ精度が低下しやすい。しかし、これらの欠点は測定方法や測定条件を工夫することによって影響を小さくすることが可能である[51]。

以上のことから、白色X線による応力測定は、特性X線法では測定が難しい三次元残留応力測定やコーティング界面残留応力測定などにたいへん高い可能性を持つ。

白色X線によるひずみや応力の測定は、佐藤、高間や長尾らの先駆的な研究がある。しかしながら、佐藤[50]、高間・佐藤[51][54]は応力分布を求める方法の開発までには至っていない。長尾ら[52]は、各回折面のひずみに対応する深さを、X線が材料内に侵入する際に生じる強度減衰だけを考慮して得られる有効侵入深さから求めており、ひずみ分布とX線侵入深さの関連を考慮していない点で正確とはいえない。また、Bechtoldt, C. J.ら[53]やBlack, D. R.ら[55]は、測定ひずみの深さ方向の位置決めを、試料を測定毎に移動しX線が回折する位置を変えることで行っている。これは、白色X線による測定で得られる複数の格子面の深さに沿った面間隔情報を有効に利用していない。以上のように、白色X線の特徴を生かした残留応力測定法の開発はまだ十分なされていない。

そこで本研究は、白色X線を用いた残留応力測定法の開発を行うことを目的とする。まず、白色X線による測定法の開発に先立ち、2種類の特性X線の侵入深さの違いを利用して残留応力の深さ分布を非破壊的に求める方法を開発する。次に、1.4節に示したエネルギー分散法を利用し、白色X線による測定で同時に得られる複数の格子面の面間隔情報から各格子面の平均のひずみを表す式をX線の吸収を考慮して求める。そして、それらに対応した深さを表す式を定める。これらの基本式から、応力こう配、三次元応力やコーティング界面近傍の残留応力を評価するための理論を構築する。さらに、白色X線の回折線プロファイル形状とひずみ分布の関係を数値シミュレーションにより考察し、回折線プロファイルから深さ方向の応力こう配を評価するための理論を構築する。これらのことから、白色X線による測定の利点を生かし、残留応力の深さに沿った分布をより精度よく測定する手法の確立を目指す。

1.8 本論文の概要

本論文は、白色X線を用いた残留応力測定法に関する研究について述べている。全体の構成は7章から成っており、第1章は序論、第2章から第6章は各測定法、第7章は結論である。

第1章では、X線の性質に関する基礎事項、特性X線および白色X線応力測定における基礎事項、本研究の背景と目的などについて述べている。

第2章では、2種類の特性X線を用いて、表層の残留応力の深さに沿った分布を非破壊的に測定する方法を提示している。通常、特性X線による測定応力は材料表面の応力として評価されている。しかし、この応力はX線の侵入深さに関する重み付き平均値である。侵入深さは使用する特性X線の波長と測定対象材料によって異なる。同一材料に対しては、波長の短いX線の方がより深く侵入する。したがって、残留応力分布が深さに沿って変化している場合、測定に使用する特性X線によって、得られる残留応力値とそれに対応する深さは異なる。そこで、2種類の特性X線を用いて得られる残留応力値とその深さから、直線的な応力こう配と表面の残留応力値を非破壊的に評価する方法を示している。この方法は、複数の波長のX線を利用する点で白色X線によるエネルギー分散法と共通している。適用例として、(a) 圧延加工、熱処理、さらに研削加工を施された製材用帯鋸材 (JIS SKS51) の残留応力を測定している。

第3章では、白色X線によるエネルギー分散法を利用した残留応力の深さ分布測定理論を提唱している。深さ方向に応力こう配が有る場合、得られるひずみは深さ全体にわたる平均値であり、表面からある深さにおける値となる。その深さは回折面によって異なる。そこで、まず、ひずみ分布が深さに沿って変化している場合に得られる平均のひずみとその深さの関係を、X線が材料内部に侵入する際に生じる強度減衰を考慮して求めている。そして、2面以上の回折面のひずみとその深さ情報を使って、応力の深さ分布を求める方法を示している。適用例として、(a) 研削加工したアルミナセラミックス Al_2O_3 の残留応力、(b) ラッピング処理したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 の残留応力を測定している。

第4章では、エネルギー分散法を利用した三次元残留応力測定理論を提唱してい

る。材料加工層では、かねてより、三次元応力状態を考慮すべきことが指摘されていた。そこで、6方向のひずみの深さ分布を第3章で示した方法で求め、それらより三次元残留応力分布を計算する方法を示している。適用例として、(a) 研削加工を施した炭素鋼 S50C の残留応力を測定している。

第5章では、エネルギー分散法を利用したコーティング界面近傍の残留応力測定理論を提唱している。まず、第3章で示した方法を利用して、コーティング層と基材それぞれの平均のひずみとその深さの関係を、コーティング層の厚さを考慮して求めている。そして、2面以上の回折面のひずみと深さ情報を使って、コーティング界面近傍の残留応力の深さ分布を求める方法を示している。適用例として、(a) 窒化チタン TiN を PVD 法でオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 にコーティングした試料の残留応力分布を測定している。

第6章では、白色X線の回折線プロファイルがひずみの深さ分布によって変化する現象を利用した測定理論を提唱している。まず、白色X線の回折線プロファイルに影響を及ぼすであろうパラメータとして、X線の強度、線吸収係数、X線検出装置の特性、ひずみの深さ分布を考慮し、回折X線プロファイルを定式化している。得られた式を用いて数値シミュレーションを行い、回折線プロファイルに影響を及ぼすパラメータを明らかにしている。そのパラメータを利用して、複数の格子面の回折線ピークから応力こう配と表面応力を評価する方法を示している。適用例として、(a) 円筒形に成型された SK4 鋼板を平板に拘束した場合の応力分布の測定を行い、本法の有効性を検証している。

第7章では、本研究で得られた結果の総括を行うとともに、白色X線法の今後の発展についても述べている。

第2章 X線侵入深さを利用した残留応力の深さ分布測定

2.1 緒言

第1章において、特性X線による残留応力測定法の発達の歴史を述べ、その適用の限界と問題点を指摘した。特に、圧延や研削加工などにより表層に応力こう配をもつ材料の残留応力分布を測定する場合、従来より使われている $\sin^2\psi$ 法をそのまま用いては正確な評価が困難であることを述べた。通常、X線による測定応力は材料表面の応力として評価されている。実際は、X線の侵入深さにわたる一種の重み付き平均値である。侵入深さは使用する特性X線の波長と測定対象物の材質によって異なる。一般に、同一材料に対しては、波長の短いX線の方がより深く侵入する。したがって、残留応力分布が深さに沿って変化している場合、測定に使用する特性X線によって、残留応力値とそれに対応する深さは異なっていると考えられる。このことは、2種類以上の特性X線を用いることにより、応力こう配を非破壊的に評価できる可能性を示している。

そこで本章では、2種類の特性X線を用いて、表層の残留応力の深さに沿った分布を非破壊的に測定する方法を示す。適用例として、圧延加工、熱処理、さらに研削加工を施された製材用帯鋸材 (JIS SKS51) の残留応力を測定する。本法の実用性を検討するために、深さ方向に沿って変化する残留応力分布の厳密な評価法である逐次薄層除去法による測定も行う。その際、逐次薄層除去法による測定値に対して、使用するX線の侵入深さに基づく補正を行う。その方法についても併せて述べる。

2.2 測定理論

理論解析にあたり、試料平板は等方弾性体とし、残留応力は板厚方向 z のみの関数であり平面応力状態を考える。

2.2.1 逐次薄層除去法による測定回折角に対するX線侵入深さを考慮した補正方法

図2-1に示すように、入射角 ψ_0 で試料内部に侵入したX線の経路長さを $l_1 + l_2$ 、侵入深さを z とする。 z は試料表面を原点とし、深さ方向を正とする。X線は試料内部で吸収の影響を受けて減衰するため、試料表面で検出される回折X線強度 I は、X線の入射強度を I_0 とすると式(2-1)で表わされる。

$$I = I_0 \exp[-\mu(l_1 + l_2)] \quad (2-1)$$

ここで μ は線吸収係数であり、その値は使用する特性X線の種類と測定対象となる金属の組合せによって決まる。図2-1から、回折X線の経路長さは、X線の侵入深さ z 、入射角 ψ_0 、Bragg角 θ を用いて式(2-2)のように表される。

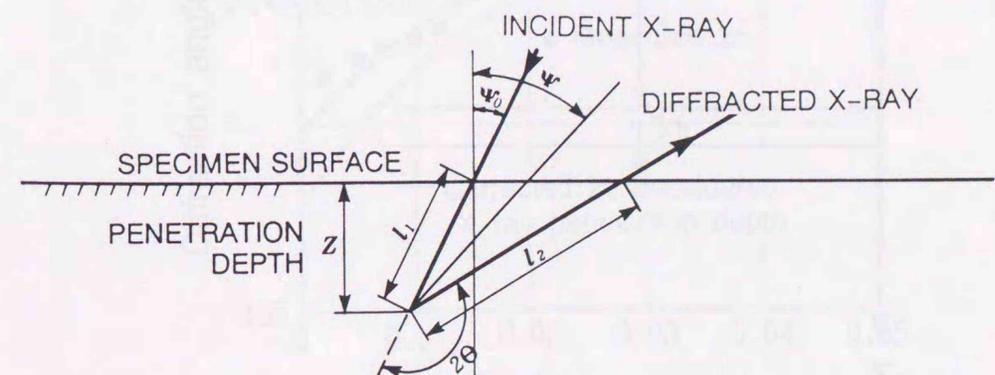


図2-1 X線の回折経路

$$L = l_1 + l_2 = z [\sec \psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta)] \quad (2-2)$$

式(2-1)、(2-2)から、X線が深さ z まで侵入した場合の回折強度は式(2-3)のように得られる。

$$I = I_0 \exp\{-\mu z [\sec \psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta)]\} \quad (2-3)$$

したがって、図2-2に示す表面から深さ z まで薄層を除去された試料を考えると、この試料のX線による測定回折角 $2\theta_M(z)$ は、深さ $\zeta (> z)$ に存在する結晶による回折角 $2\theta(\zeta)$ の式(2-3)による重み付き平均値を示し、式(2-4)で表される。

$$2\theta_M(z) = \frac{\int_z^\infty 2\theta(\zeta) \exp\{-\mu(\zeta - z) [\sec \psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta(\zeta))]\} d\zeta}{\int_z^\infty \exp\{-\mu(\zeta - z) [\sec \psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta(\zeta))]\} d\zeta} \quad (2-4)$$

式(2-4)の指数関数項にある $2\theta(\zeta)$ は本来変数であるが、その変化量は 0.01° 程

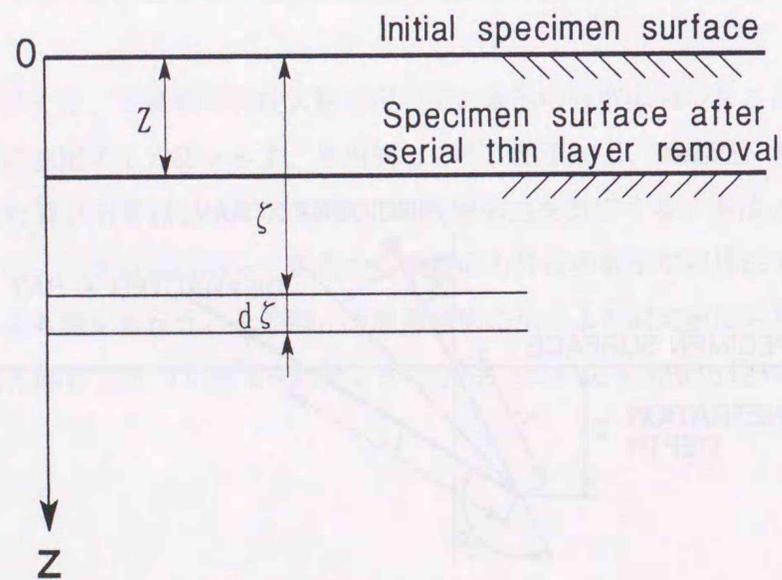


図2-2 逐次薄層除去

度であり極めて小さいので定数として取り扱うこととする。そこで、指数関数項にある $2\theta(\zeta)$ を $2\theta_M(z)$ に置き換えて式(2-4)の両辺を z で微分し、深さ z における真の回折角 $2\theta(z)$ を求めれば式(2-5)が得られる。

$$2\theta(z) = 2\theta_M(z) - \frac{1}{\mu [\sec \psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta_M(z))]} \times \frac{d[2\theta_M(z)]}{dz} \quad (2-5)$$

式(2-5)は測定される $2\theta_M(z)$ の他に $2\theta_M(z)$ の z に関する微分項を含んでいるから、逐次薄層を除去しながら測定される $2\theta_M(z)$ に基づいて補正計算を行わなければならない。入射角 ψ_0 毎に $2\theta_M(z)$ を求め、図2-3に示す $2\theta - z$ 線図を作成する。逐次薄層除去して測定した回折角 2θ と深さ z の関係を適切な曲線を使って最小二乗近似する。その近似曲線と式(2-5)を使って、回折角 2θ の補正值を求める。補正された回折角 2θ は、深さ z まで薄層を除去された試料の表面におけるX線の回折角である。この補正值を基に深さ z における真の残留応力を計算する。

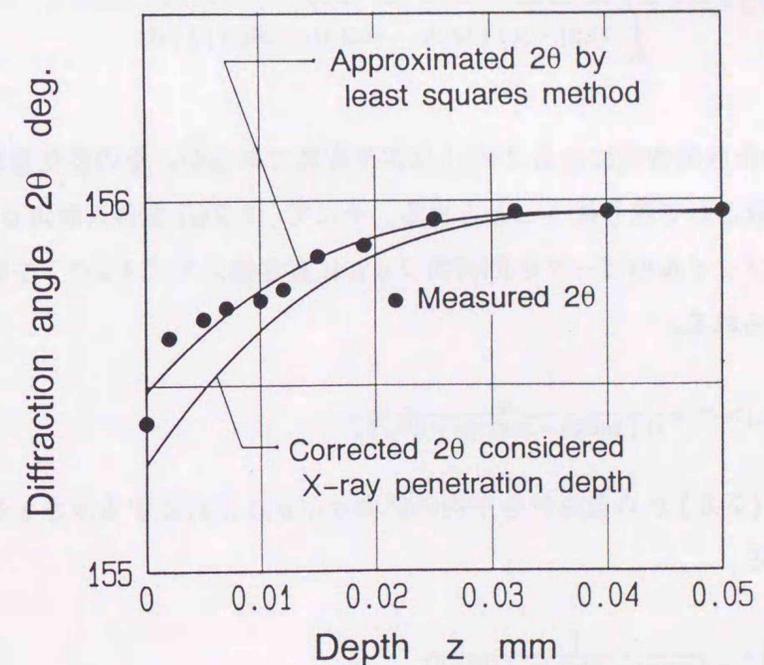


図2-3 回折角の補正方法

2.2.2 X線侵入深さを利用した残留応力の深さ分布の測定法

研削や圧延加工された材料では、X線が侵入するようなく表層の残留応力は深さ方向に直線的に変化している場合が多い。そこで、残留応力の深さ方向分布を直線近似し、そのこう配を a 、表面応力を σ_0 とすれば、表層に分布する残留応力 $\sigma(z)$ は式(2-6)のように表される。

$$\sigma(z) = \sigma_0 + az \quad (2-6)$$

式(2-6)で表される応力分布が存在する試料では、回折X線のプロファイルは回折面の深さによって異なった Bragg 角を持つ回折X線を加え合わせたものになる。したがって、回折線プロファイルのピーク位置の回折角から計算される応力 $\sigma_M(\psi_0)$ は、式(2-3)によって重み付けされた深さ z の応力 $\sigma(z)$ のX線の侵入深さ全体にわたる平均値に対応し、式(2-7)で得られる。

$$\sigma_M(\psi_0) = \frac{\int_0^{\infty} (\sigma_0 + az) \exp\{-\mu z [\sec\psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta(z))]\} dz}{\int_0^{\infty} \exp\{-\mu z [\sec\psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta(z))]\} dz} \quad (2-7)$$

式(2-7)の指数関数項にある $2\theta(z)$ は本来変数であるが、その変化量はたいへん小さいので定数として取り扱うこととする。そこで、 $2\theta(z)$ を各入射角 ψ_0 で得られる回折線プロファイルのピークの回折角 $2\theta_M$ に置き換えて式(2-7)を計算すると式(2-8)が得られる。

$$\sigma_M(\psi_0) = \sigma_0 + \frac{a}{\mu [\sec\psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta_M)]} \quad (2-8)$$

式(2-6)、(2-8)から重み付き平均の応力 $\sigma_M(\psi_0)$ に対応する深さ z を求めると式(2-9)となる。

$$z(\psi_0) = \frac{1}{\mu [\sec\psi_0 - \sec(\psi_0 - 2\theta_M)]} \quad (2-9)$$

したがって、入射角 ψ_0 毎に深さ z の異なった重み付き平均の応力 σ_M を測定していることになる。これを模式的に図2-4に示す。

実際のX線測定応力は $2\theta - \sin^2\psi$ 線図から最小二乗法を用いて求めるが、この値は $\psi_0 = 0^\circ \sim 45^\circ$ に対応したX線侵入深さにわたる応力の平均値になる。この値に測定に使用した特性X線を表わす添字をつけて、例えば Cr 特性X線によって測定された応力を σ_{cr} と表わすことにする。応力こう配を直線と仮定したことにより、 σ_{cr} に対応する深さも $\psi_0 = 0^\circ \sim 45^\circ$ に対応する深さの平均値 z_{cr} として求まる。したがって、1種類の特性X線による測定で応力値とその深さを1組定めることができるので、2種類のX線を使用してそれぞれの応力と深さを求めれば、図2-5に示すように表面応力 σ_0 と応力こう配 a を決定することができる。この方法によって表層に存在する残留応力の深さに沿った分布を非破壊的に評価することができる。

例えば、Cr および Co の2種類の特性X線を用いた場合、それぞれの測定結果から深さと応力の関係 (z_{cr}, σ_{cr}) 、 (z_{co}, σ_{co}) が得られるので、式(2-6)から表層の残留応力の深さ分布は次式のように求められる。

$$\sigma(z) = \frac{\sigma_{cr} - \sigma_{co}}{z_{cr} - z_{co}} (z - z_{cr}) + \sigma_{cr} \quad (2-10)$$

あるいは

$$\sigma(z) = \frac{\sigma_{cr} - \sigma_{co}}{z_{cr} - z_{co}} (z - z_{co}) + \sigma_{co} \quad (2-11)$$

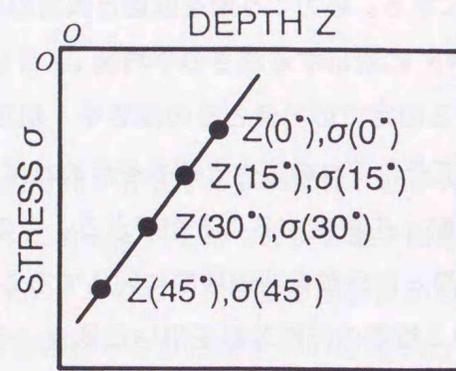


図 2-4 傾き角 ψ による異なった深さからの応力情報

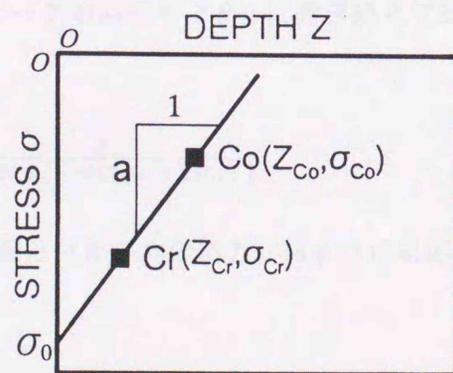


図 2-5 2種類の特徴X線によって測定される応力とその深さ

2.3 適用例 一帯鋸用鋼材 SKS51 の残留応力測定一

2.3.1 実験

(1) 測定試料

供試材は帯鋸用鋼材 (JIS SKS51) を用いた。試料は幅 130mm、厚さ0.91mm の帯鋸材から圧延方向に直角に長手方向をとり、長さ 130mm、幅 40mm に切り出して試験片とした。試験片形状を図 2-6 に示す。化学成分を表 2-1 に示す。なお、この帯鋸材は圧延加工後、表 2-2 に示す熱処理、さらに砥粒 WA、粒度 46 の砥石を用いて、周速 380m/min の条件で湿式加工を施されている。

表 2-1 試験片の化学成分

Chemical compositions %							
Fe	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
98.81	0.76	0.32	0.39	0.014	0.009	1.49	0.21

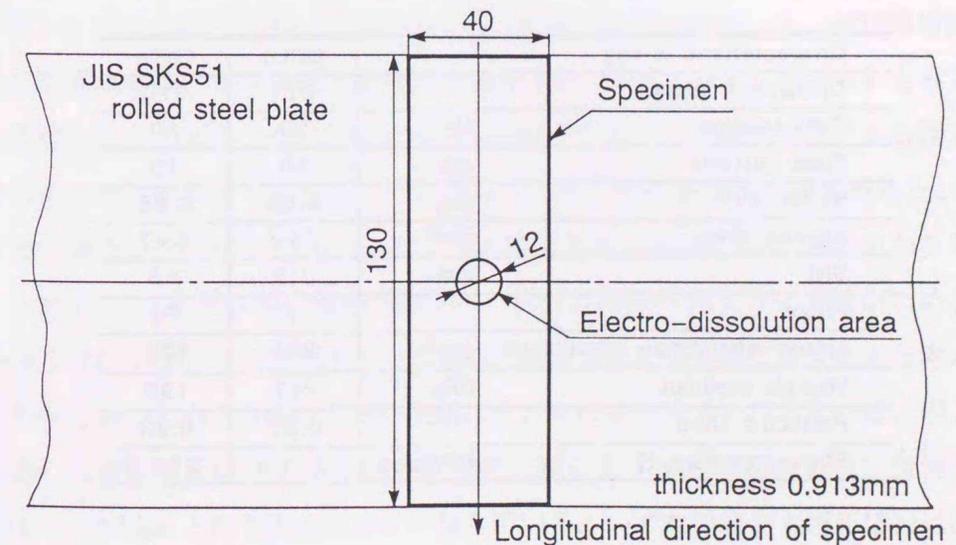


図 2-6 試験片

(2) 応力測定

応力測定は特性X線応力測定装置 MSF-2M (リガク製) を使い、Cr および Co 特性X線を用いて行った。回折角 2θ のピーク位置は半価幅法によって求めた。測定は逐次薄層除去ごとにX線管球を交換して行った。X線応力測定条件を表 2-3 に示す。線吸収係数は、試料の化学成分の組成を考慮して求めた [57]。縦弾性係数とポアソン比は、弾性的性質の回折面依存性を考慮したX線的弾性定数 [61] を用いた。薄層除去は電解研磨装置 (リガク製 CN2904D1) を用いて試料中央部の円形領域 ($\phi 12\text{mm}$) に行った。薄層除去は試料のごく一部について行ったので、除去に伴う試料の変形は考慮していない。

表 2-2 試験片の熱処理条件

	Quenching	Tempering
Temperature °C	890	485
Holding sec.	120	50

表 2-3 X線応力測定条件

Characteristic X-ray		CrK α	CoK α
Diffraction plane		211	310
Tube voltage	kV	30	30
Tube current	mA	10	10
Soller slit	deg.	0.68	0.68
Applied area	mm ²	3×7	3×7
Slit	mm	7.5	7.5
Filter		V	Fe
Linear absorption coefficient	cm ⁻¹	881	472
Young's modulus	GPa	217	190
Poisson's ratio		0.27	0.33
Stress constant K	MPa/deg.	-311.4	-212.5

2.3.2 測定結果と考察

逐次薄層除去法により、Cr および Co 特性X線を用いて測定した回折角 2θ とX線侵入深さ z を考慮した補正回折角 2θ を、入射角 $\phi_0 = 0^\circ$ の場合について、それぞれ図 2-7 (a)、2-7 (b) に示す。回折角の補正は次のように行った。まず、測定した回折角 2θ と深さ z の関係を3次曲線を使って最小二乗近似する。その近似曲線と式 (2-5) を使って、回折角 2θ の補正値を求めた。同様に、入射角 $\phi_0 = 0^\circ \sim 45^\circ$ の場合の補正回折角 $2\theta - z$ 線図を、それぞれ図 2-8 (a)、2-8 (b) に示す。

$2\theta - \sin^2\phi$ 線図の測定値と補正値を、薄層除去をしていない場合 ($z = 0\text{mm}$) について図 2-9 (a)、2-9 (b) に示す。図 2-9 (a)、2-9 (b) の補正値は、図 2-8 (a)、2-8 (b) の補正回折角と深さの関係を示す $2\theta - z$ 線図より求めている。同様に $z = 0 \sim 0.05\text{mm}$ まで薄層除去した場合の補正 $2\theta - \sin^2\phi$ 線図を図 2-10 (a)、2-10 (b) に示す。図 2-10 (a)、2-10 (b) を見ると、逐次薄層除去して測定した $2\theta - \sin^2\phi$ 線図の傾きが除去層が厚くなるほど小さくなっていることから、応力こう配の存在が確認できる。しかし、図 2-9 (a)、2-9 (b) をみると、 $2\theta - \sin^2\phi$ 線図の測定値に応力こう配を示す顕著な非線形性はみられない。

残留応力は $\sin^2\phi$ 法を用いて求めた。逐次薄層除去法では、図 2-10 (a)、2-10 (b) に示した補正 $2\theta - \sin^2\phi$ 線図から各深さの残留応力を求めた。また、簡易測定法では、図 2-9 (a)、2-9 (b) に示した $2\theta - \sin^2\phi$ 線図の測定値を用いた。逐次薄層除去法および簡易測定法により求めた残留応力分布を図 2-11 に示す。図 2-11 をみると、逐次薄層除去法の場合、Co 特性X線による測定応力が Cr 特性X線による測定応力より深さ全域にわたって小さいものとなっている。特に表面応力値をみると、Cr 特性X線の場合 -481MPa なのに対し、Co 特性X線の場合 -392MPa とかなり小さい。これは、Co 特性X線の吸収係数が Cr 特性X線のそれよりも小さいため、より深い侵入深さに対応したより小さい残留応力をも含めた平均値を示すためと考えられる。そのため、応力こう配の大きい表層ほど、その差が大きくなっている。侵入深さを考慮した補正表面応力をみると、Cr 特性X線の場合は -588MPa 、Co 特性X線の場合は -600MPa となり両者はよく一致している。いずれの場合も補正応力は測定応力よりも大きい圧縮応力を示しており、侵入深さの影響を考慮すべきことがわかる。

本法によって測定された Cr 特性 X 線による平均の応力は -481MPa 、対応する平均の深さは $4.3\ \mu\text{m}$ であり、Co 特性 X 線による平均の応力は -389MPa 、対応する平均の深さは $8.5\ \mu\text{m}$ である。これらの値を式 (2-10) あるいは式 (2-11) に代入し残留応力分布を求めると、表面残留応力が -573MPa 、応力こう配が約 $22\text{MPa}/\mu\text{m}$ となった。図 2-11 から明らかなように、深さ $10\ \mu\text{m}$ 程度までは逐次薄層除去法による厳密な測定結果とほぼ一致することがわかる。

なお、Cr や Co 特性 X 線の侵入深さの範囲では、応力こう配が比較的小さいことから、 $2\theta - \sin^2\psi$ 線図に顕著な非線形性が現われなかったものとする。

また、測定された回折角 $2\theta_M(z)$ から測定表面の回折角 $2\theta(z)$ を導出する過程において、式 (2-4) 中の指数関数項にある $2\theta(\zeta)$ を $2\theta_M(z)$ で置き換えたことによる影響を検討した。式 (2-5) 中の右辺第 2 項の分母にある sec 関数項の $2\theta_M(z)$ は、置き換え操作によって出てきた項である。そこで、sec 関数項の $2\theta_M(z)$ を解析によって得られた $2\theta(z)$ に置き換えて繰り返し計算した。計算結果の一例を表 2-4 に示す。表から明らかなように、 $2\theta(z)$ の補正值の 1 回の計算で得られた値と収束値の差はたいへん小さく、1 回の計算でも十分な精度が得られているのがわかった。したがって、本研究で用いた近似は十分実用性があると思われる。

表 2-4 Cr-K α による測定 $2\theta(z)$ の補正值の繰り返し計算例
(薄層除去層 $10\ \mu\text{m}$ の場合)

入射角 ψ_0	測定値 2θ	近似値 2θ	補正 2θ [1]	補正 2θ [2]	補正 2θ [収束]
0.00	155.73	155.76	155.65	155.65	155.65
5.00	155.77	155.79	155.69	155.69	155.69
10.00	155.81	155.82	155.75	155.75	155.75
15.00	155.86	155.86	155.81	155.81	155.81
20.00	155.90	155.90	155.87	155.87	155.87
25.00	155.96	155.95	155.94	155.94	155.94
30.00	156.05	156.02	156.03	156.03	156.03
35.00	156.15	156.11	156.14	156.14	156.14
40.00	156.23	156.18	156.22	156.22	156.22
45.00	156.32	156.25	156.30	156.30	156.30

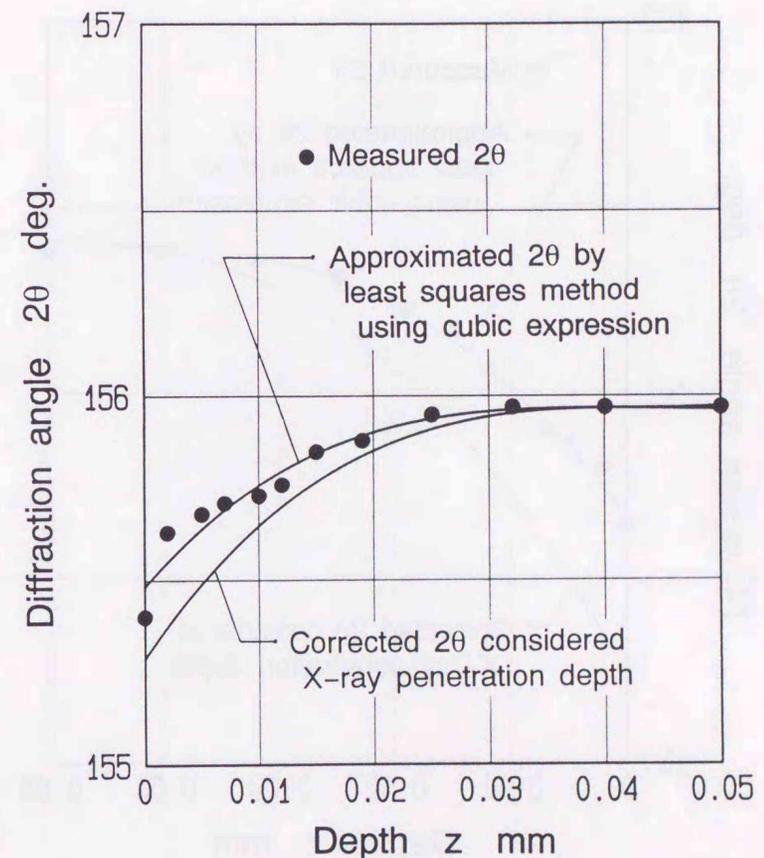


図 2-7 (a) X 線侵入深さを考慮した回折角の補正
(CrK α 、 $\psi_0 = 0^\circ$ の場合)

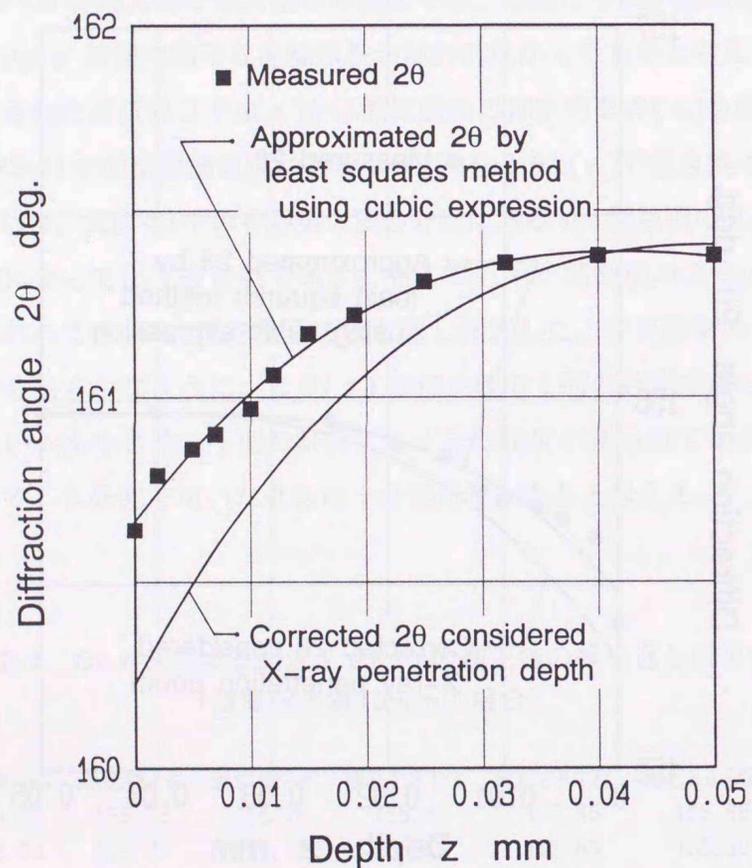


図 2-7 (b) X線侵入深さを考慮した回折角の補正
($\text{CoK}\alpha$ 、 $\psi_0 = 0^\circ$ の場合)

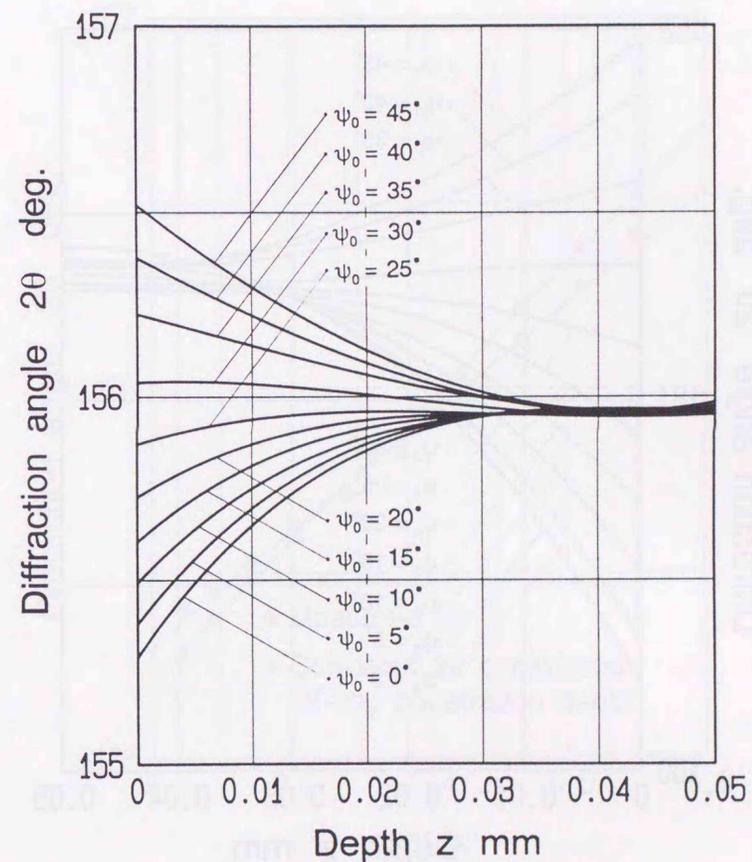


図 2-8 (a) X線侵入深さを考慮した回折角の補正
($\text{CrK}\alpha$ 、 $\psi_0 = 0^\circ \sim 45^\circ$ の場合)

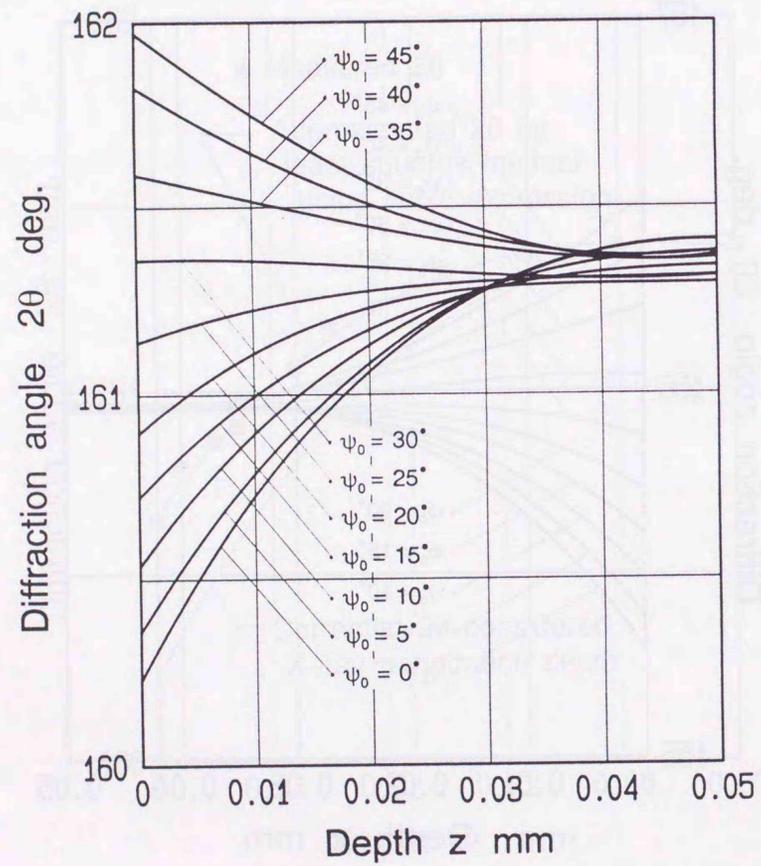


図 2-8 (b) X線侵入深さを考慮した回折角の補正
(CoK α 、 $\psi_0 = 0^\circ \sim 45^\circ$ の場合)

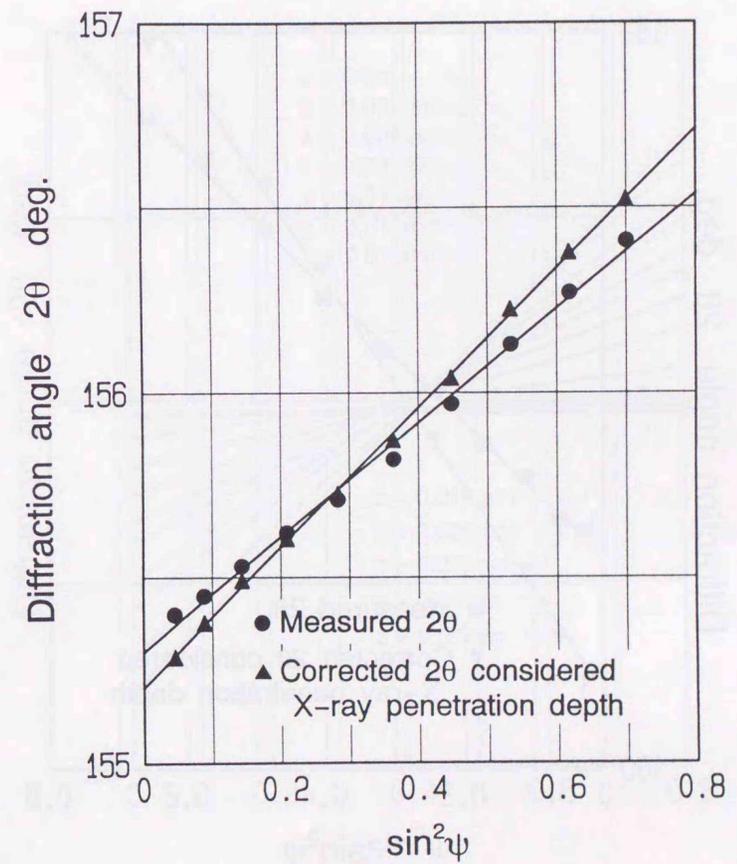


図 2-9 (a) 補正 $2\theta - \sin^2\psi$ 線図
(CrK α 、 $z = 0$ mm の場合)

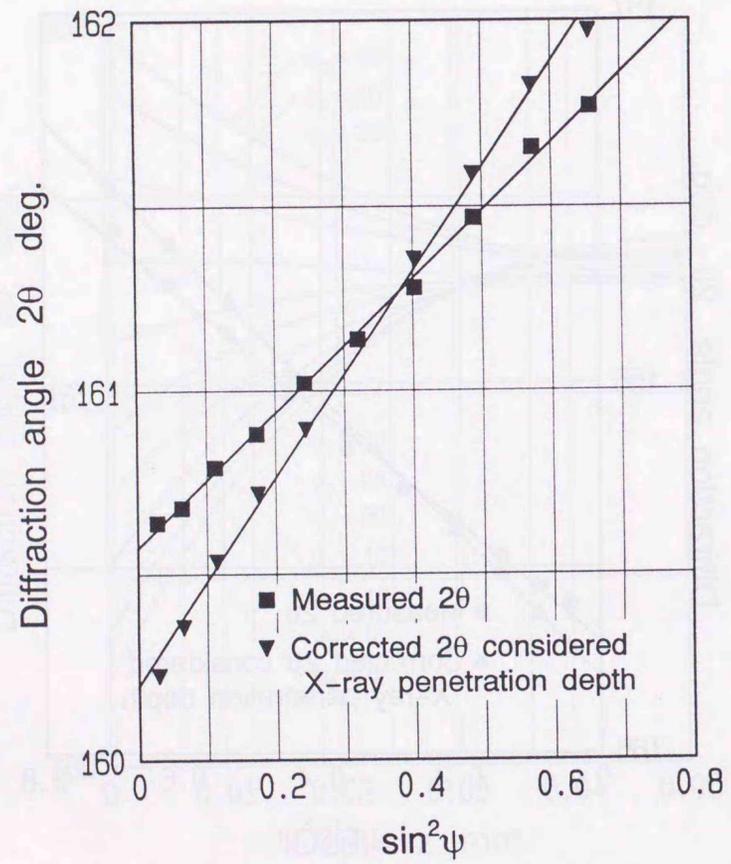


図 2-9 (b) 補正 $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図
(CoK α 、 $z = 0$ mm の場合)

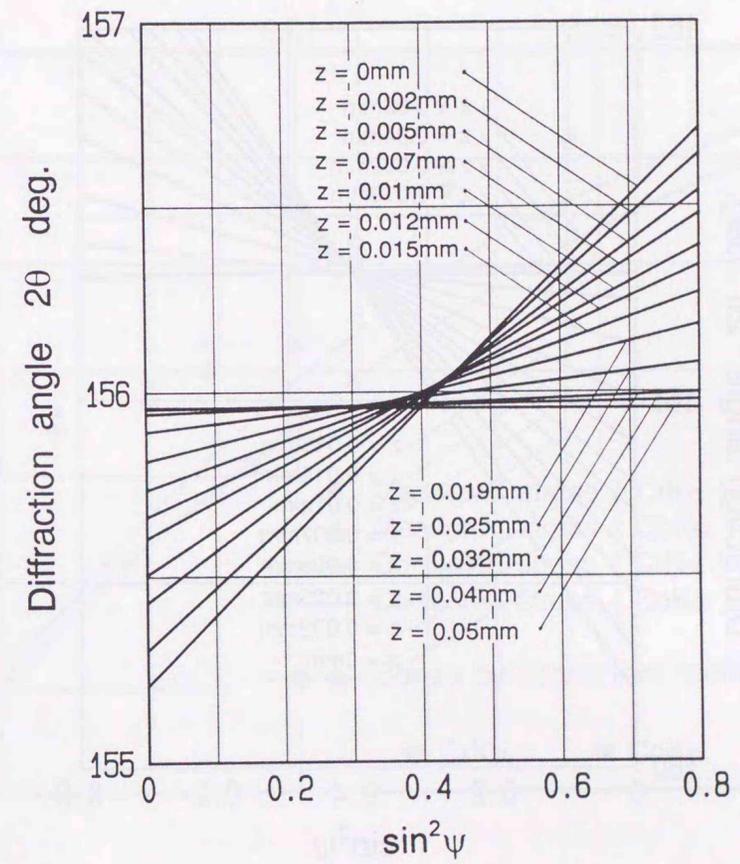


図 2-10 (a) 補正 $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図
(CrK α 、 $z = 0$ mm ~ 0.05 mm の場合)

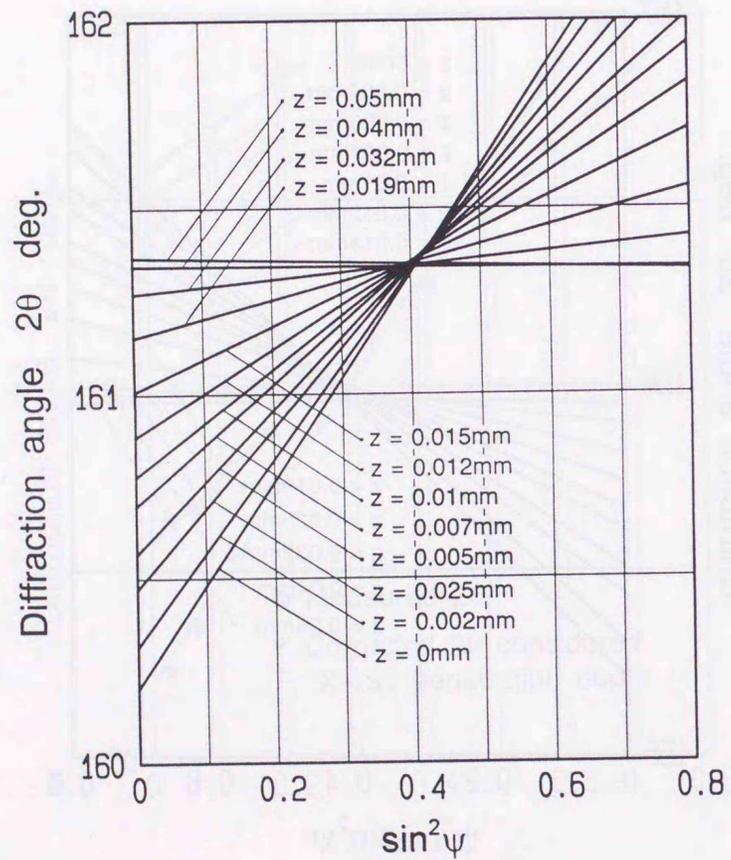


図 2-10 (b) 補正 $2\theta - \sin^2\psi$ 線図
($\text{CoK}\alpha$ 、 $z = 0\text{ mm} \sim 0.05\text{ mm}$ の場合)

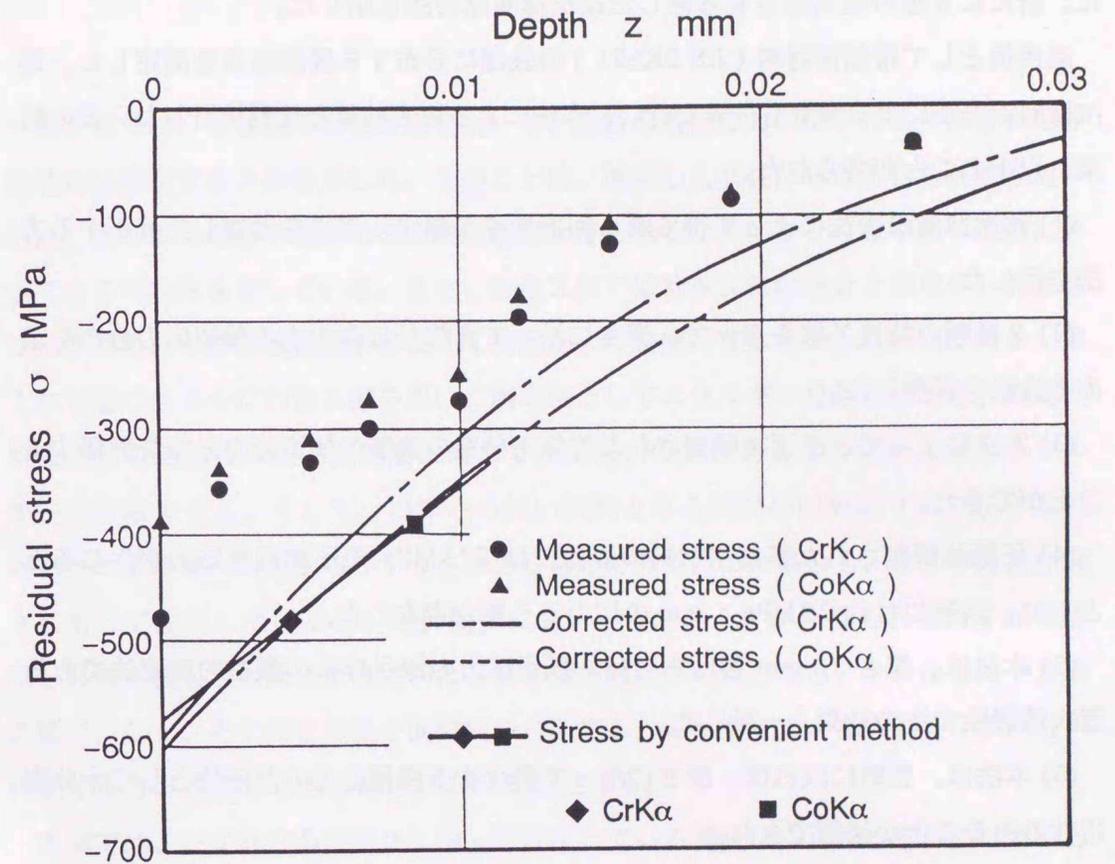


図 2-11 帯鋸材表層の残留応力分布

2.4 結言

使用する特性X線によって金属に対する侵入深さが異なることを利用して、金属材料の表層で深さに沿って変化する残留応力分布を非破壊的に評価する方法を提案した。新たにX線の侵入深さを考慮した逐次薄層除去法も示した。

適用例として帯鋸用材料 (JIS SKS51) の表層に分布する残留応力を測定した。逐次薄層除去法による測定も併せて行い、本法による測定結果と比較検討した。その結果、以下のことが得られた。

(1) 逐次薄層除去法によって得られる回折角をX線侵入深さを考慮して補正する方法を示した。

(2) 2種類の特性X線を用いて、深さに沿って直線的に変化する残留応力分布を求める方法を開発した。

(3) 本法によって、圧延後研削された帯鋸用材料の表層の残留応力分布を評価することができた。

(4) 圧延後研削された帯鋸用材料の表面には 573 MPa の圧縮残留応力が生じるとともに、表層には約 22 MPa/ μm の応力こう配が存在した。

(5) 本法は、深さ 10 μm 程度までは、残留応力の深さ分布の厳密的測定法である逐次薄層除去法の結果と一致した。

(6) 本法は、表層に限れば、深さに沿って変化する残留応力の評価法として十分実用性のあることが確認できた。

第3章 エネルギー分散法を利用した残留応力の深さ分布測定

3.1 緒言

第2章では、2種類の特性X線を用いて、表層の残留応力の深さに沿った分布を非破壊的に測定する方法を示した。このことは、連続した波長からなる白色X線を用いれば、より多くの格子面からの面間隔情報が得られるため応力こう配をより正確に評価できる可能性を示している。また、白色X線では特性X線の場合と異なり、波長を変えるためのX線管球交換が必要なく測定がより簡便になるといった利点がある。第1章で述べたように白色X線を用いた測定法としてエネルギー分散法がある。測定の対象となる結晶粒の格子面間隔に対して、Bragg の条件を満たす回折X線のエネルギーを分散させる。そして、ひずみの無い試料と有る試料の回折線プロファイルのピークエネルギーの差からひずみを求めるものである。この場合も、ひずみ分布が深さに沿って変化していると、回折線プロファイルのピークから得られる格子面間隔は、X線が侵入した深さ全体にわたる格子面間隔の平均値となる。それはもはや表面の値ではなく、ある深さの格子面間隔に対応する。したがって、得られるひずみも平均値であり、表面からある深さにおける値となる。

本章では、ひずみ分布が深さに沿って変化している場合に得られる平均のひずみとその深さの関係を、近似したひずみ分布の式にX線が材料内部に侵入する際に生じる強度減衰を考慮して求め、さらに2面以上の格子面のひずみと深さ情報を使って、応力の深さ分布を求める方法を示す。材料表層のひずみ分布の近似式は、一次関数、指数関数を用いる。

適用例として、(a) 研削加工したアルミナセラミックス Al_2O_3 の表層に分布する残留応力を、ひずみ分布を一次関数近似して求める。また、(b) 表面をラッピング処理したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 の残留応力の深さ分布を、ひずみ分布を指数関数近似して求める。さらに、材料表層に急な応力こう配が存在する場合、ひず

み分布の近似式によって、解析により得られる応力分布と実際の分布にどのような差が生じるか、詳しく考察を行う。

3.2 測定理論

3.2.1 エネルギー分散法

X線の波長 λ とエネルギー E の間には式(3-1)の関係がある。

$$\lambda = \frac{hc}{E} \quad (3-1)$$

ここで、 h はPlanck定数、 c は光速を表す。また、X線回折の基本式として、式(3-2)で示されるBraggの条件がある。

$$\lambda = 2d \sin\theta \quad (3-2)$$

ここで、 d は格子面間隔、 θ はBragg角である。格子面(hkl)について、ひずみのある試料とない試料の格子面間隔をそれぞれ d_{hkl} 、 d_{hkl}^0 とするとひずみは式(3-3)で表される。

$$\bar{\epsilon}_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{hkl}^0}{d_{hkl}^0} \quad (3-3)$$

d_{hkl} 、 d_{hkl}^0 に対して、式(3-2)のBraggの条件を満たすX線のエネルギーをそれぞれ E_{hkl} 、 E_{hkl}^0 とすると、式(3-1)で表されるX線の波長とエネルギーの関係を用いて式(3-3)は式(3-4)のように書き換えられる。

$$\bar{\epsilon}_{hkl} = \frac{1/E_{hkl} - 1/E_{hkl}^0}{1/E_{hkl}^0} \cong \frac{E_{hkl}^0 - E_{hkl}}{E_{hkl}^0} \quad (3-4)$$

このように、白色X線によるエネルギー分散法では、Bragg角 θ を一定としBraggの条件を満たす回折X線のエネルギーを分散させ、ひずみの有る試料と無い試料からの回折X線ピークエネルギーの差からひずみを求める。

3.2.2 X線の吸収を考慮した平均のひずみ

試料表面に図 3-1 に示す測定座標系を設定する。強度 I_0 の X 線が、Bragg 角 θ 、測定方向角 ϕ 、傾斜角 ψ (側傾法) で入射したとき、深さ z にある格子面 (hkl) で回折して表面に到達する回折 X 線の強度 I_R は、X 線のエネルギー E_{hkl} 、線吸収係数 $\mu(E_{hkl})$ 、反射係数 κ により式 (3-5) で表される。

$$I_R(E_{hkl}, z) = \kappa I_0 \exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})z}{\sin\theta \cos\psi}\right] \quad (3-5)$$

線吸収係数 $\mu(E_{hkl})$ は各格子面で回折する X 線について一定とし、ひずみの無い試料 (以下、無ひずみ試料) の格子面 (hkl) で回折する X 線のエネルギー E_{hkl}^0 から Victreen の実験式 (1-12: 第1章) を使って求めた。さらに、測定試料を構成する複数の元素の質量割合を考慮した場合、線吸収係数は式 (3-6) となる。

$$\mu(E) = \bar{\rho} \sum_{i=1}^n g_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \quad (3-6)$$

ここで、 $\bar{\rho}$ は試料の平均密度、 g_i は i 番目の元素の質量が試料全体の質量に占める

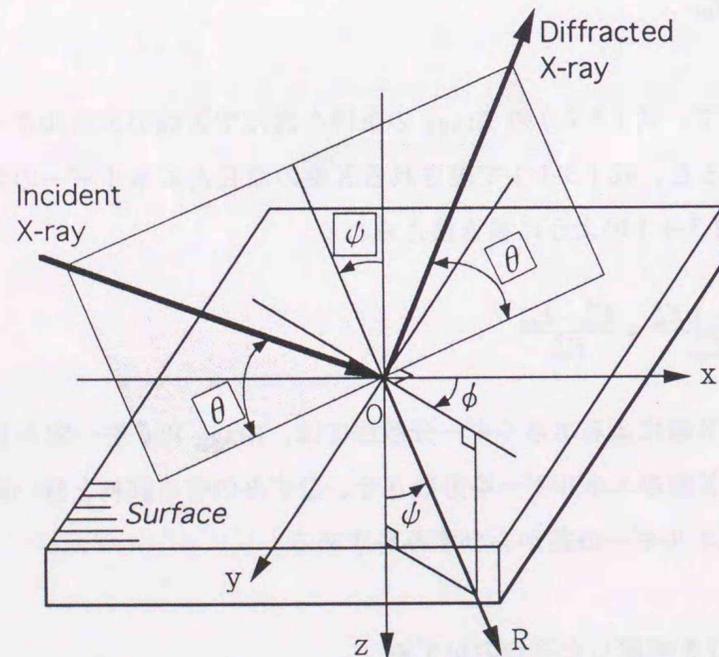


図 3-1 試料表面に設定された座標系と白色 X 線入射方向

割合、 $(\mu/\rho)_i$ は i 番目の元素の質量吸収係数である。測定試料は X 線の侵入深さに対して十分に厚いので、格子面 (hkl) で回折する X 線の全強度 I_∞ は式 (3-7) で得られる。

$$I_\infty = \int_0^\infty I_R(E_{hkl}, z) dz = \kappa I_0 \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \quad (3-7)$$

格子面 (hkl) に関して、全回折強度 I_∞ に対し、深さ z で回折する X 線の強度 I_R の割合を $f(z, E_{hkl})$ とすると、それは式 (3-8) で与えられる。

$$f(z, E_{hkl}) = \frac{I_R}{I_\infty} = \frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} \exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})z}{\sin\theta \cos\psi}\right] \quad (3-8)$$

深さ z における格子面の R 方向 (傾斜角 ψ) のひずみを $\epsilon_{hkl}^{\psi}(z)$ とすれば、式 (3-8) で重み付けされたひずみの深さ全体にわたる平均値 $\bar{\epsilon}_{hkl}^{\psi}$ は式 (3-9) で表される。

$$\bar{\epsilon}_{hkl}^{\psi} = \int_0^\infty f(z, E_{hkl}) \epsilon_{hkl}^{\psi}(z) dz \quad (3-9)$$

本法によれば複数の格子面に関する平均のひずみ $\bar{\epsilon}_{hkl}^{\psi}$ が測定されるので、R 方向のひずみ $\epsilon_{hkl}^{\psi}(z)$ に具体的な関数を仮定すると、式 (3-9) から簡単に深さに沿ったひずみ分布が決定されることになる。

3.2.3 応力の算出

試料表層では平面応力状態にあると仮定する。また、図 3-2 に示すように x 軸と主応力軸の一つが一致する座標系を考える。このとき、測定方向角 ϕ 、試料法線に対する傾斜角 ψ の方向のひずみ $\epsilon_{hkl}^{\psi}(z)$ は式 (3-10) となる。

$$\epsilon_{hkl}^{\psi} = \frac{1+\nu}{E_M} \sigma_\phi \sin^2\psi - \frac{\nu}{E_M} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (3-10)$$

ここで、 E_M は縦弾性係数、 ν はポアソン比、 σ_1, σ_2 は主応力である。

式 (3-10) で傾斜角 $\psi = 0^\circ$ とすると式 (3-11) が得られる。

$$\epsilon_{hkl}^{\phi_0} = -\frac{\nu}{E_M} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (3-11)$$

式(3-11)を式(3-10)に代入して、さらに σ_{ϕ} について整理すると式(3-12)が得られる。

$$\sigma_{\phi}(z) = \frac{E_M}{1+\nu} \frac{\epsilon_{hkl}^{\phi_0}(z) - \epsilon_{hkl}^{\phi_0}(z)}{\sin^2 \psi} \quad (3-12)$$

したがって、 $\phi = 0^\circ$ と $\phi \neq 0^\circ$ の2方向のひずみの深さ分布を求めることによって、応力の深さ分布が得られる。

3.2.4 回折X線のピークエネルギーの決定

本測定法では、回折X線のエネルギーに対応したチャンネルごとのカウント（強度）分布が測定される。そこで、測定データからバックグラウンドを差し引き、最大カウントの80%以上の領域を式(3-13)に示すガウス曲線を使って近似し、その曲線の中心をピークチャンネルとする。

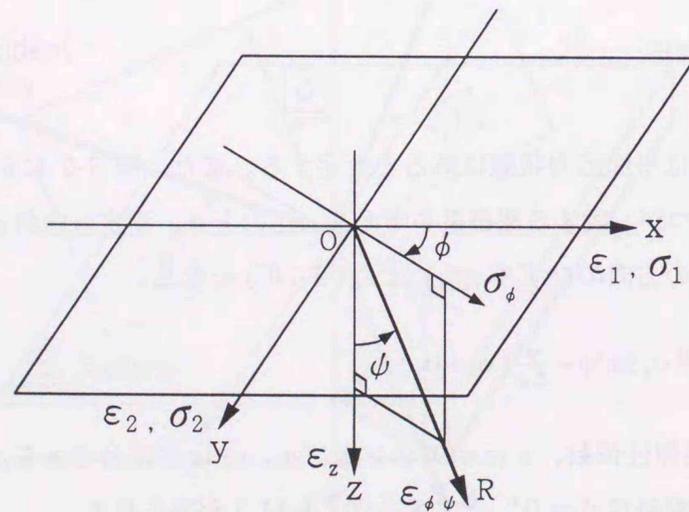


図3-2 平面応力状態のひずみ、応力成分

$$\text{Counts} = \exp(s CN^2 + t CN + u) \quad (3-13)$$

ここで、 CN はチャンネル番号、 s 、 t 、 u は定数である。さらに、チャンネル番号をX線のエネルギーに変換するエネルギー較正式(3-14)を使って、回折X線のピークエネルギーを求める。

$$E = p + q CN \quad (3-14)$$

ここで、 p 、 q は定数である。式(3-14)のエネルギー較正式は、放射するエネルギーが明らかな複数の試料を測定し、チャンネル番号とエネルギーの関係を一次式に最小二乗近似して定める。

3.3 適用例1 ー研削加工されたアルミナセラミックスの残留応力測定ー

耐熱、耐摩耗性に優れた特性を有するセラミックス部品は、通常、研削加工により表面仕上げが行われている。加工の際に表面層に生じる残留応力は、構造材料としての強度的特性に影響を及ぼすため、その非破壊的評価が重要な問題となっている。有力な測定法の一つとして特性X線を用いた測定 [65]~[79] が種々行われてきた。研削加工された Si_3N_4 セラミックスの表層を逐次薄層除去しながら測定した報告 [72] によれば、深さに沿って急な応力こう配が存在する。この場合、 $\sin^2\psi$ 法によって測定される応力値はX線の侵入深さ全体にわたる平均値となるため、表層の応力こう配は測定できない。加工された材料の表層に存在する応力こう配を非破壊的に評価する方法についてはいくつか報告されているが、セラミックスに適用した例 [79] はまだ少ない。

本節では、前節で示した方法を用いて、表面を研削加工されたアルミナセラミックスの表層に分布する応力こう配を有する残留応力を評価し、その問題点を考察した。

3.3.1 実験

(1) 試料

供試材は純度 99.5%、一次粒子径が約 $0.5\ \mu\text{m}$ のアルミナ (Al_2O_3) 粉末を 1500°C で焼結させ、二面幅が 28mm、厚さが 10mm の正八角形に仕上げたアルミナセラミックス (住金ホトンセラミックス) である。試験片形状を図 3-3 に示す。この試料を雰囲気は空気の加熱炉に入れ、加熱速度 $2^\circ\text{C}/\text{min}$ で 1550°C まで加熱し 2 時間保持後、冷却速度 $1.5^\circ\text{C}/\text{min}$ で徐冷の焼なましを行い、製造時の残留応力を除去し、無ひずみ試料とした。

セラミックス材料の相対密度は残留応力の大きさに影響を与える。相対密度が小さいということは内部にポアが多いことを示し、それが残留応力を局部的に解放するため残留応力値が小さくなると言われている。そのため、セラミックスの残留応力を評

価する場合、相対密度も明記する必要がある。そこで、同一熱処理 (焼なまし) を施した 3 個の試料について、相対密度を水中アルキメデス法により求めた。

まず、セラミックスを乾燥剤の入ったデシケータに入れ充分乾燥させた後、乾燥重量を測定する。次に、真空デシケータに入れ、約 0.1mmHg 以下の雰囲気の中に約 30 分間置き脱気させる。そして、脱気した蒸留水を滴下し全体を水中に埋没させ、約 30 分後大気圧に戻す。その状態で 24 時間放置した後、水中重量を測定する。次に、セラミックスをデシケータから引き上げ表面の付着水だけふき取り、飽水重量を測定する。以上の測定で得られた、乾燥重量、水中重量、飽水重量から、次式を用いて相対密度を算出した。

$$\text{相対密度} = \frac{\frac{\text{乾燥重量}}{\text{飽水重量} - \text{水中重量}} \times \text{水の密度}}{\text{理論密度}} \times 100 \quad (3-15)$$

ここで、蒸留水の密度として $0.99623\ \text{g}/\text{cm}^3$ (水温 28°C)、アルミナセラミックス Al_2O_3 の理論密度として $3.97\ \text{g}/\text{cm}^3$ を用いた。その結果、相対密度は平均 98.52% であった。緻密度が高い試料であることがわかった。

有ひずみ試料は、無ひずみ試料の一つに対し表 3-1 に示す研削加工を施して作製した。

(2) 応力測定条件

白色X線の発生には北海道大学共同利用施設の高エネルギー超強力X線発生装置 RU-1000C2 (リガク製) を用いた。表 3-2 に測定におけるX線条件を示す。光学系はソーラースリットを用いた平行ビーム法とした。また、回折X線の検出は固体半導体検出器 (SSD: Princeton Gamma Tech社製 IGP110)、波高分析には多重波高分析器 (MCA: Tracor Northern社製 TN-1750) を使用した。

解析に用いる格子面で回折するX線のエネルギーが SSD のエネルギー検出効率 100% の領域に収まるように Bragg 角を決めた結果、 $\theta = 7^\circ$ となり鉄鋼材料に比べ低角度になった。そこで、低 Bragg 角でも入射・回折X線の光路が確保できるように、図 3-4 に示す測定用試料台を新たに製作した。

表 3-1 Al₂O₃ の研削条件

Grinding condition	Down cut in one direction, Wet
Grinding wheel	Diamond, ϕ 175, #120
Work speed	117 mm/sec
Wheel speed	2400 rpm
Depth of cut	20 μ m

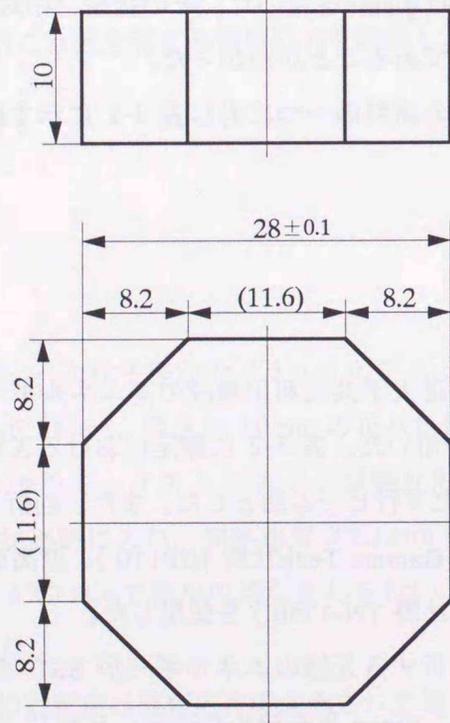


図 3-3 アルミナセラミックス Al₂O₃ 試験片形状

表 3-2 応力測定における X 線条件

Polychromatic X-ray target		Cu				
Tube voltage	kV	100				
Tube current	mA	140				
Bias voltage	V	200				
Divergence angle of soller slit	deg.	0.16				
Measured direction No.		1	2	3	4	5
Direction angle ϕ	deg.	0	0	90	180	270
Slit	mm	4 × 2				
Bragg angle θ	deg.	7				
Inclination angle ψ	deg.	0	40			
Fixed time	sec.	1200	2400			

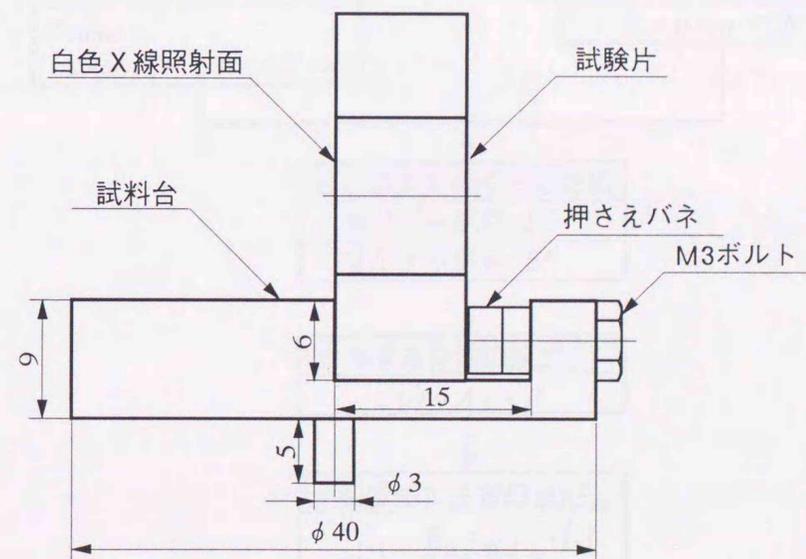


図 3-4 測定用試料台

測定方向角 ϕ は X 軸の正方向から時計回りに定義した。測定と解析の流れを図 3-5 に示す。600 秒の測定を 1 セットとして無ひずみ、有ひずみ試料を交互に測定し、傾き角 $\phi = 0^\circ$ の時は 2 セット、 $\phi = 40^\circ$ の時は 4 セットのデータをそれぞれ積算した。さらに各方向について計 3 回の測定を行い、平均し測定値とした。エネルギー較正式は、各セットの間ごとに測定した放射性同位元素 Am241-49 γ から出る γ 線のエネルギーおよび測定中に試料から得られる Fe-K α (蛍光 X 線) のエネルギーとそれぞれに対応するチャンネル番号との関係から求めた。

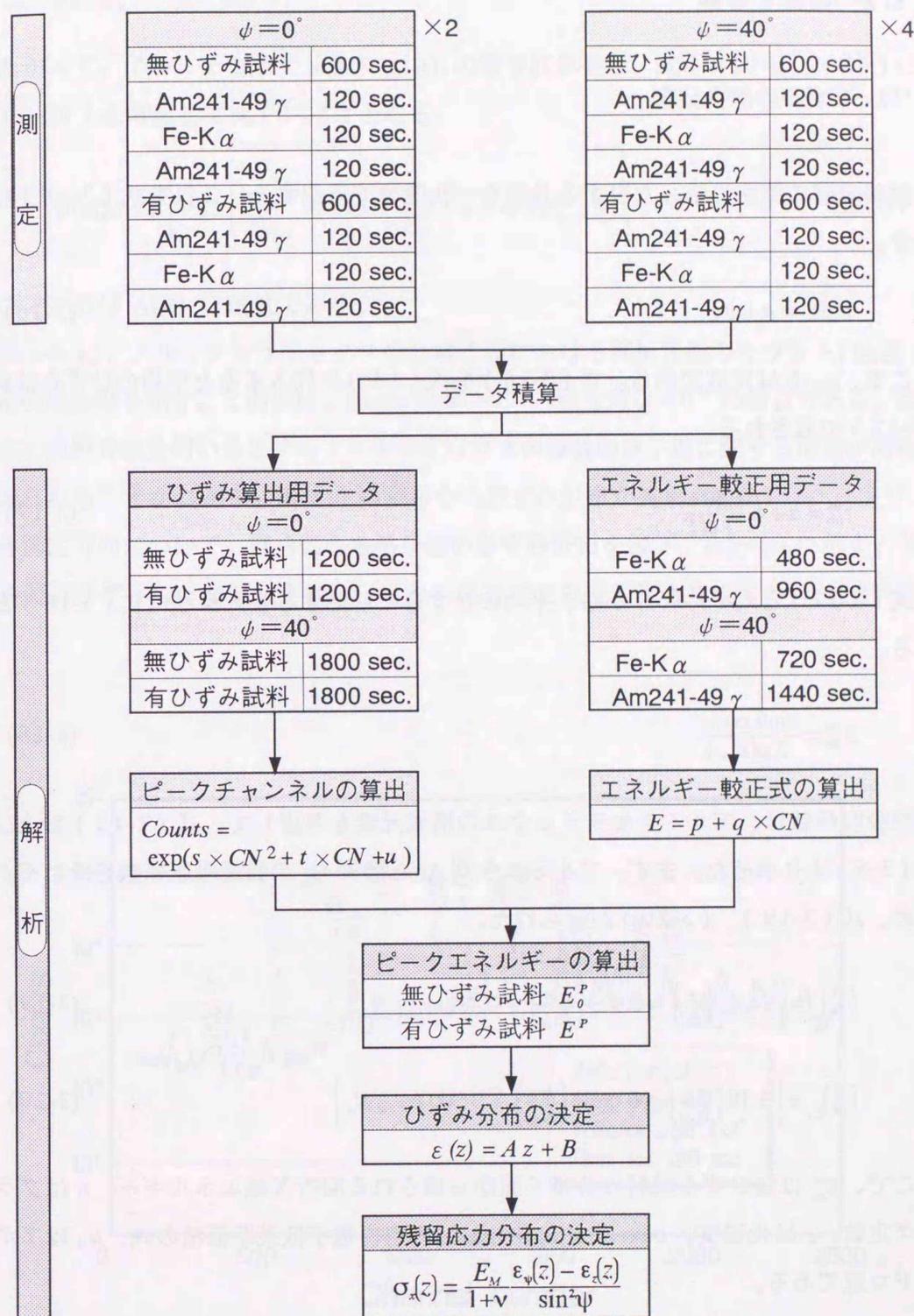


図 3-5 アルミナセラミックス Al_2O_3 の測定および解析の流れ

3.3.2 結果と考察

(1) ひずみの深さ分布

試料表層の深さに沿ったひずみ分布を一次関数で近似する。これを式(3-16)に示す。

$$\epsilon_{hkl}^{\psi}(z) = a + bz \quad (3-16)$$

ここで、 a 、 b は定数である。式(3-16)を式(3-9)に代入すると平均のひずみは式(3-17)で表される。

$$\bar{\epsilon}_{hkl}^{\psi} = a + b \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \quad (3-17)$$

式(3-17)と式(3-16)から、平均のひずみに対応する侵入深さは式(3-18)となる。

$$z_{hkl}^{\psi} = \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \quad (3-18)$$

線吸収係数は、アルミナセラミックスの構成元素を考慮して、式(1-12)および式(3-6)より求めた。まず、アルミニウム Al と酸素 O₂ の質量吸収係数をそれぞれ求め、式(3-19)、(3-20)が得られた。

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{Al} = \left[14.4 \left(\frac{hc}{E_{hkl}}\right)^3 - 0.803 \left(\frac{hc}{E_{hkl}}\right)^4 + 0.482 \sigma_{K-N} N_A \right] \quad (3-19)$$

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{O_2} = \left[3.18 \left(\frac{hc}{E_{hkl}}\right)^3 - 0.0654 \left(\frac{hc}{E_{hkl}}\right)^4 + 0.500 \sigma_{K-N} N_A \right] \quad (3-20)$$

ここで、 E_{hkl}^n は無ひずみ試料の各格子面から得られる回折X線エネルギー、 h はプランク定数、 c は光速、 σ_{K-N} は Klein-Nishina の自由電子散乱断面積の式、 N_A はアボガドロ数である。

また、アルミナ Al₂O₃ のアルミニウム Al と酸素 O₂ の質量割合は次式である。

$$Al : O_2 = 0.529 : 0.471 \quad (3-21)$$

したがって、アルミナセラミックス Al₂O₃ の線吸収係数は、式(3-19)、(3-20)に式(3-21)を考慮して式(3-22)となる。

$$\mu(E_{hkl}^n) = \bar{\rho} \left[9.12 \left(\frac{hc}{E_{hkl}^n}\right)^3 - 0.456 \left(\frac{hc}{E_{hkl}^n}\right)^4 + 0.490 \sigma_{K-N} N_A \right] \quad (3-22)$$

ここで、 $\bar{\rho}$ は Al₂O₃ の密度である。

図3-6に、アルミナセラミックスの各格子面における回折X線のカウント(強度)分布の測定例を示す。この例は、Bragg角 $\theta = 7^\circ$ 、傾き角 $\psi = 0^\circ$ の場合である。図から、白色X線を用いるとアルミナセラミックスの複数の格子面に関する情報が同時に得られることがわかる。図3-6の分布からひずみ分布が算出される。

各測定方向について、得られた各格子面のひずみ分布を図3-7(a)~(e)に示す。各格子面のひずみには測定値を用い、それらに対応する侵入深さを式(3-18)で計算

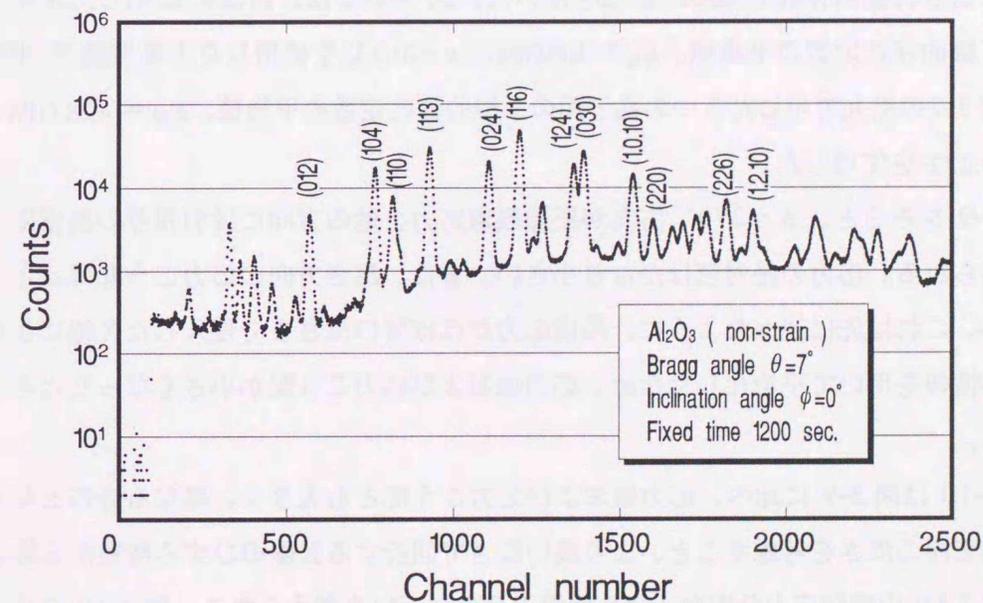


図3-6 アルミナセラミックス Al₂O₃ の回折X線のカウント(強度)分布

し同図に表示した。さらに、式(3-16)の一次関数に最小二乗近似して得られたひずみ分布を図中の破線および実線で示す。破線は得られた全格子面を用いて求めた。しかし、アルミナセラミックスを研削した場合、一般には表面から数 $10\mu\text{m}$ 以上の深さで残留応力が零となる[65]。それに対し、アルミナセラミックスでは線吸収係数が小さいため、図3-8に示すようにX線が格子面によっては $100\mu\text{m}$ 以上の深さまで侵入する。例えば、(1.2.10)面で回折するX線は $100\mu\text{m}$ 侵入しても強度がほとんど減少しない。その深さでは既に残留応力はかなり小さくなっていると考えられるので、ひずみを直線近似した場合、実際の分布とは異なる可能性がある。そこで、侵入深さが比較的浅く、X線の弾性定数がほぼ等しい(012)、(110)、(024)面を採用し、それらの格子面情報を用いて求めたひずみ分布が実線である。破線に比べ急なこう配を示している。

(2) 残留応力の深さ分布

図3-7(a)~(e)の破線および実線で示したひずみ分布から得られた4方向の残留応力の深さ分布を、それぞれ図3-9、図3-10に示す。応力分布の算出には、KrönerモデルによるX線の弾性定数の理論値を用いた。図3-9では、図3-7に示した全格子面のX線の弾性定数の平均値、 $E_M = 405\text{GPa}$ 、 $\nu = 0.232$ を使用した。また図3-10では、図3-7の黒丸で示した3つの格子面のX線の弾性定数の平均値、 $E_M = 428\text{GPa}$ 、 $\nu = 0.222$ を使用した。

図3-9をみると、 $\phi = 270^\circ$ 方向が圧縮残留応力、他の方向には引張りの残留応力が認められる。応力の絶対値はかなり小さい。また、深さ方向の応力こう配はほとんどない。これは先に述べたように、残留応力がほぼ零の深さまで侵入したX線によるひずみ情報を用いて平均化したため、応力値および応力こう配が小さくなったと考えられる。

図3-10は図3-9に比べ、応力値および応力こう配とも大きく、異なる分布となった。加工層の深さを考慮すると、より浅い深さで回折するX線のひずみ情報から得られた図3-10の残留応力分布が、より実際の分布に近いと考えられる。図3-10では、研削方向($\phi = 0^\circ$)に 194MPa の引張り残留応力、逆方向($\phi = 180^\circ$)に 63MPa

の圧縮残留応力が認められる。研削方向に対し直角な方向($\phi = 90^\circ$ 、 270°)には、いずれも約 90MPa の圧縮残留応力が認められる。また、各方向とも深さ方向に対し応力こう配を示した。Langeら[65]は、粒度320番のダイヤモンド砥石で研削したアルミナセラミックスを特性X線を用いて測定し、 135MPa の圧縮残留応力を得ている。同様に田中ら[66]は、研削方向の残留応力として、300番研削面で約 140MPa 、600番研削面で約 90MPa の圧縮応力を報告している。先に示したように本法で得られた残留応力は、研削方向以外は圧縮応力を示しており定性的にはほぼ一致したが、Langeらや田中らの値と比較して小さい値となった。田中らはX線応力測定に波長 2.2909\AA のCr-K α 線を用いている。本測定では、例えば(012)面で回折するX線の波長は約 0.849\AA でありCr-K α 線に比べ短い。したがって線吸収係数も小さく、Cr-K α 線に比べX線がより深く侵入している。そのため、得られたひずみ分布は、既に応力が零となっている深さのひずみ情報を含めて平均化され、ひずみこう配が小さく評価されている可能性が高い。この場合、式(3-12)から得られる応力の深さ分布も小さくなる。

また、平面応力状態を仮定した場合、研削方向($\phi = 0^\circ$)と逆方向($\phi = 180^\circ$)では同じ応力分布になるが、図3-10から明らかなように両者は異なっている。この原因として、研削方法を1方向のダウンカットとしたことなどにより表層では平面応力状態の仮定が成り立たなくなっている可能性が考えられる。

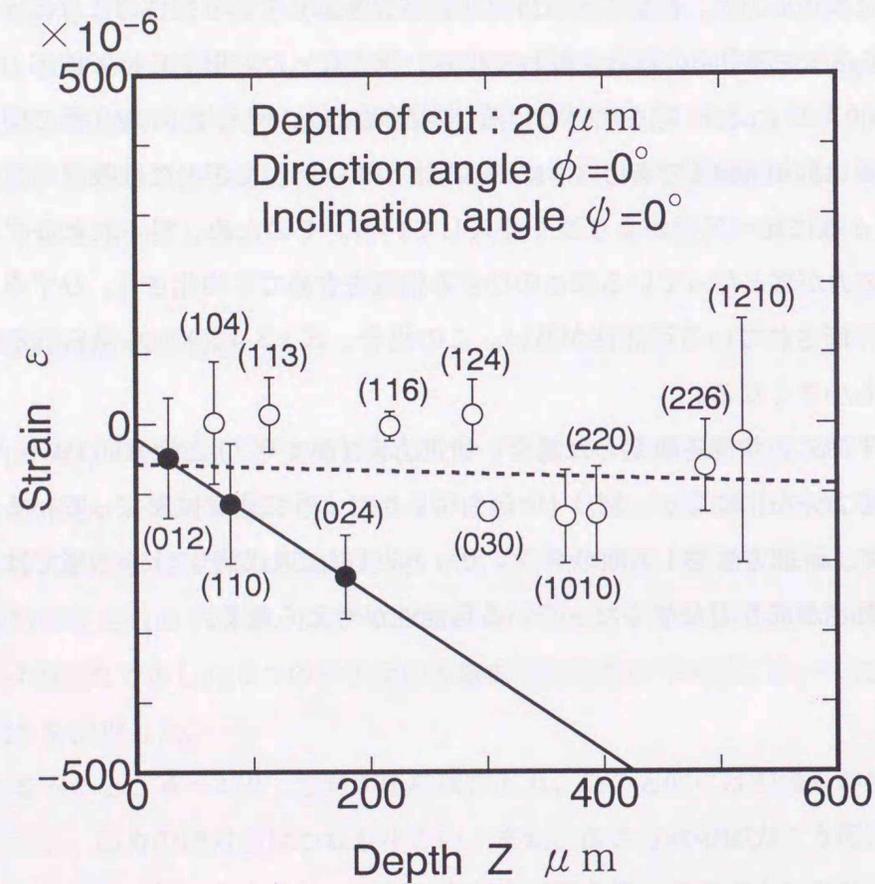


図 3-7 (a) ひずみの深さ分布 ($\phi = 0^\circ$ 、 $\psi = 0^\circ$)

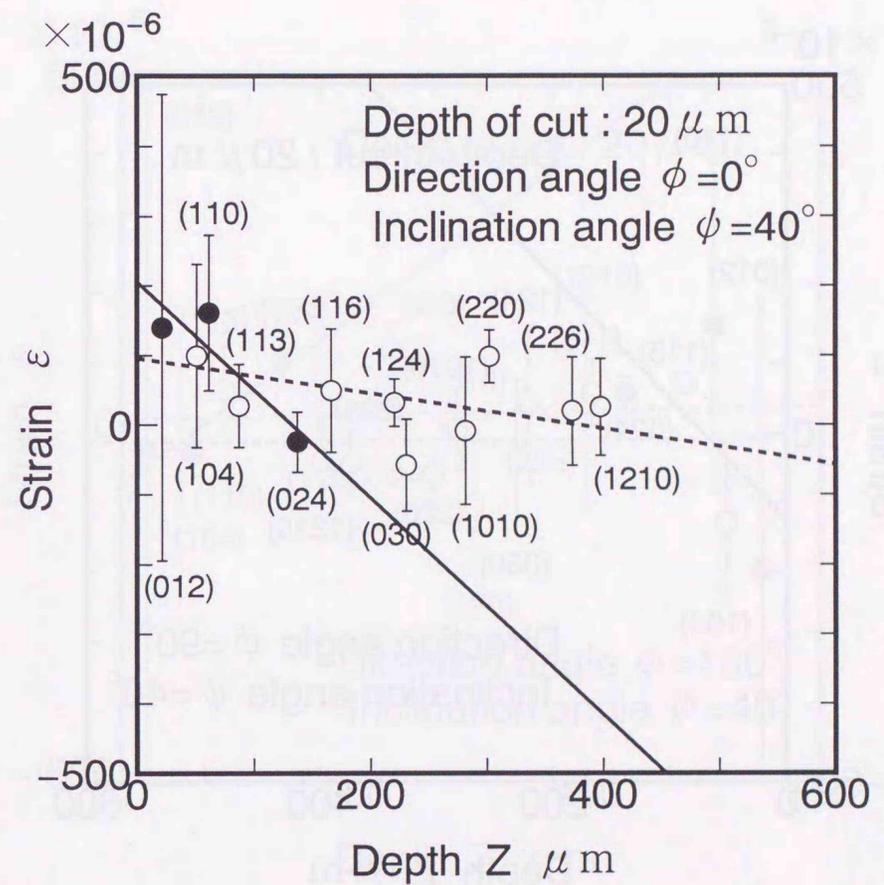


図 3-7 (b) ひずみの深さ分布 ($\phi = 0^\circ$ 、 $\psi = 40^\circ$)

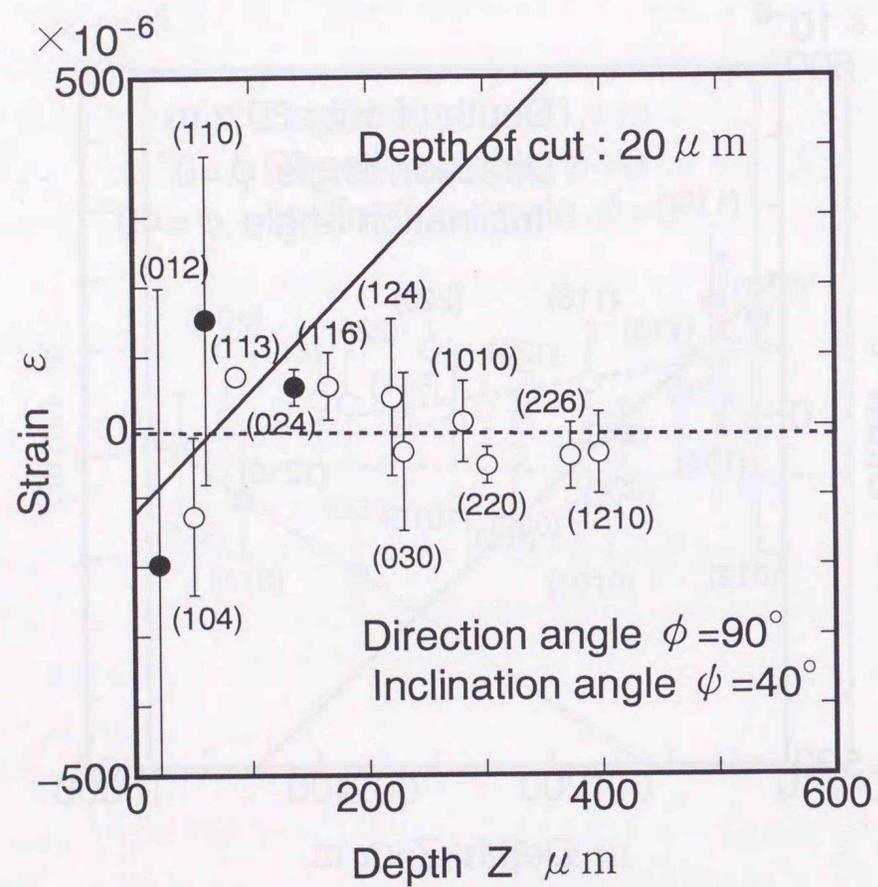


図 3-7 (c) ひずみの深さ分布 ($\phi = 90^\circ$ 、 $\psi = 40^\circ$)

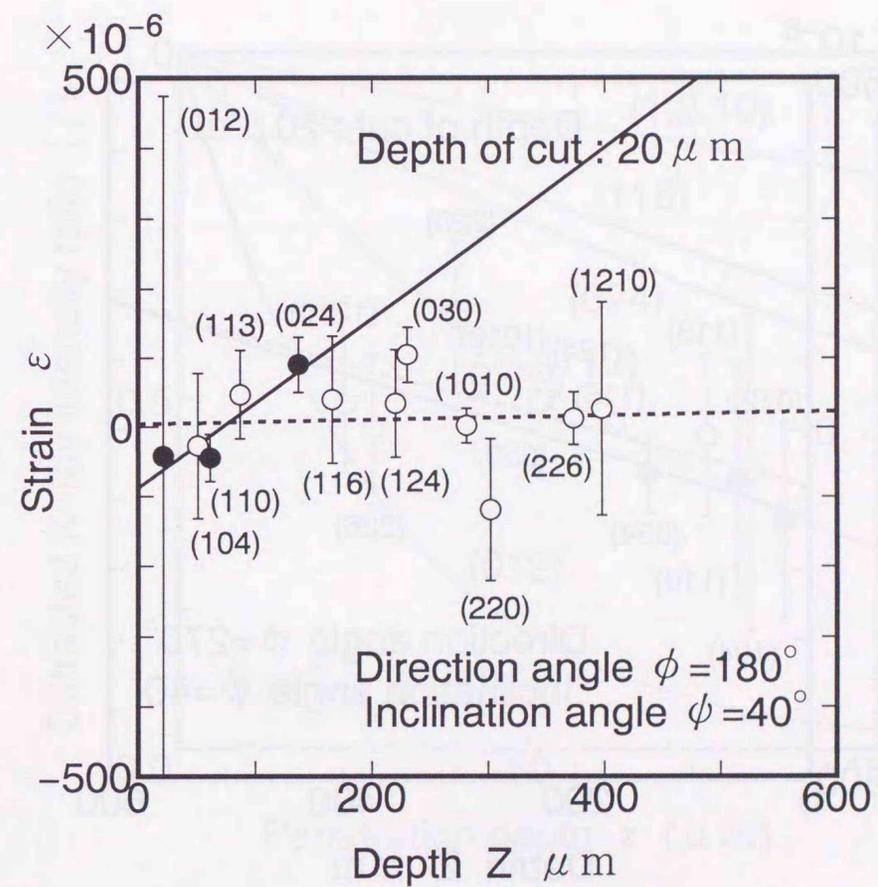


図 3-7 (d) ひずみの深さ分布 ($\phi = 180^\circ$ 、 $\psi = 40^\circ$)

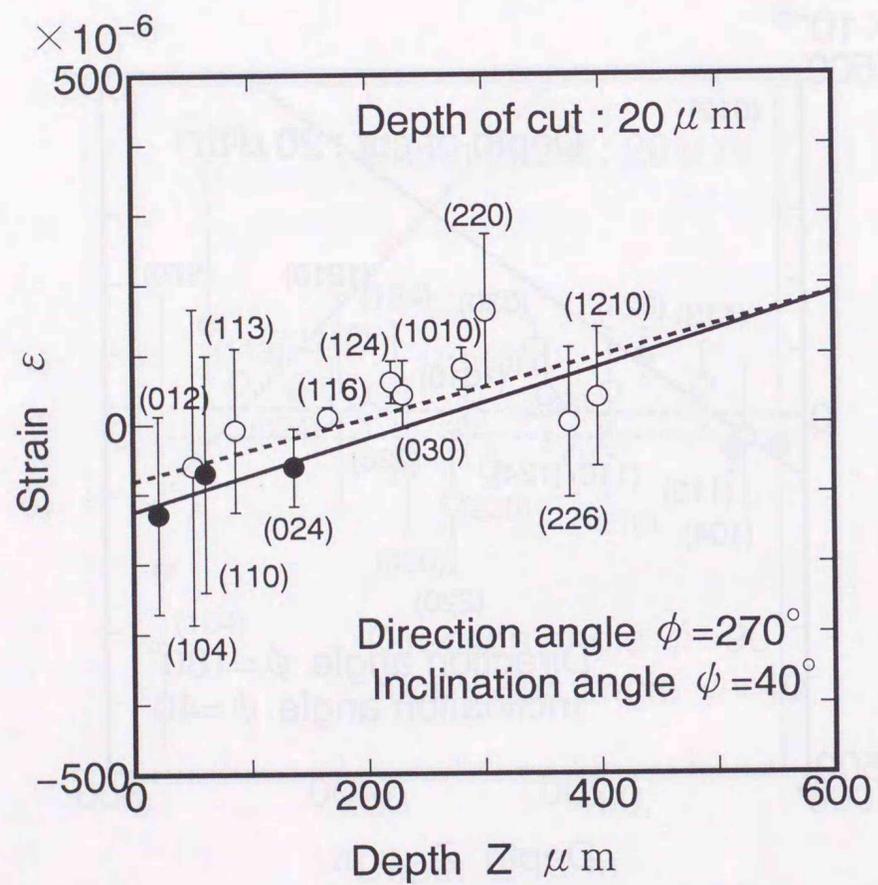


図 3-7 (e) ひずみの深さ分布 ($\phi = 270^\circ$ 、 $\psi = 40^\circ$)

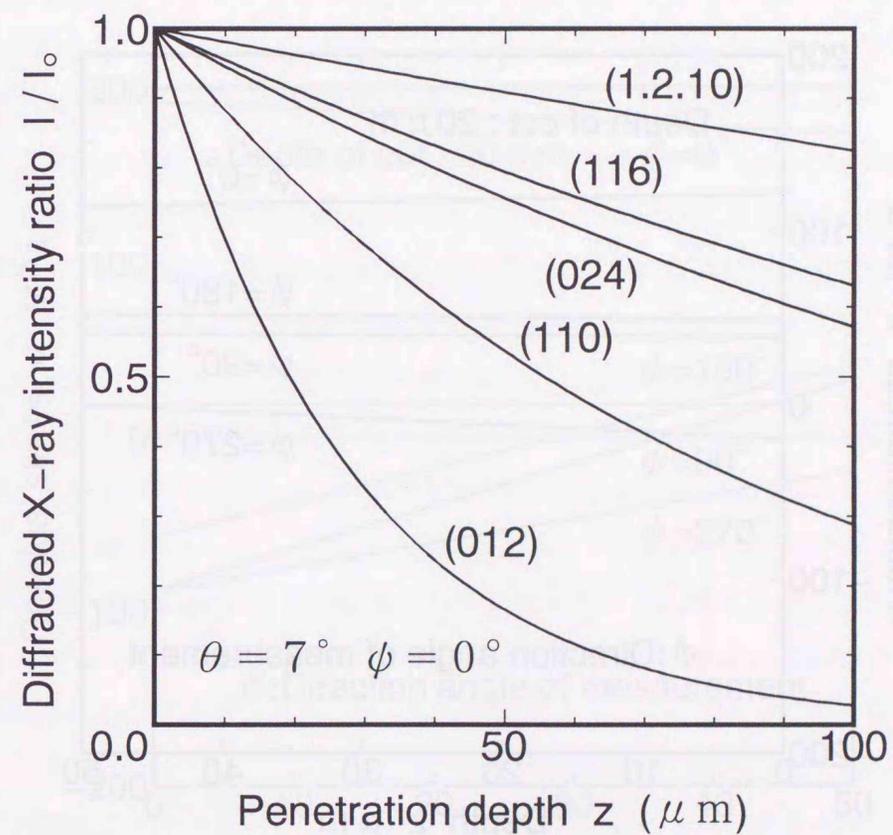


図 3-8 Al_2O_3 における回折 X 線の侵入深さによる強度変化

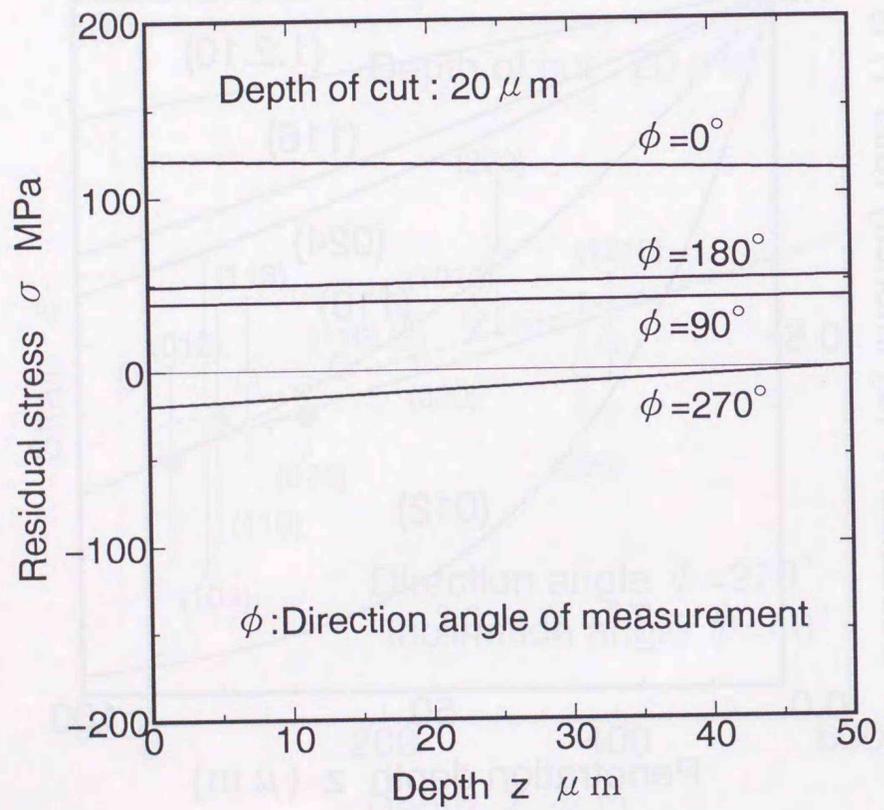


図 3-9 研削加工された Al_2O_3 残留応力の深さ分布 (I)

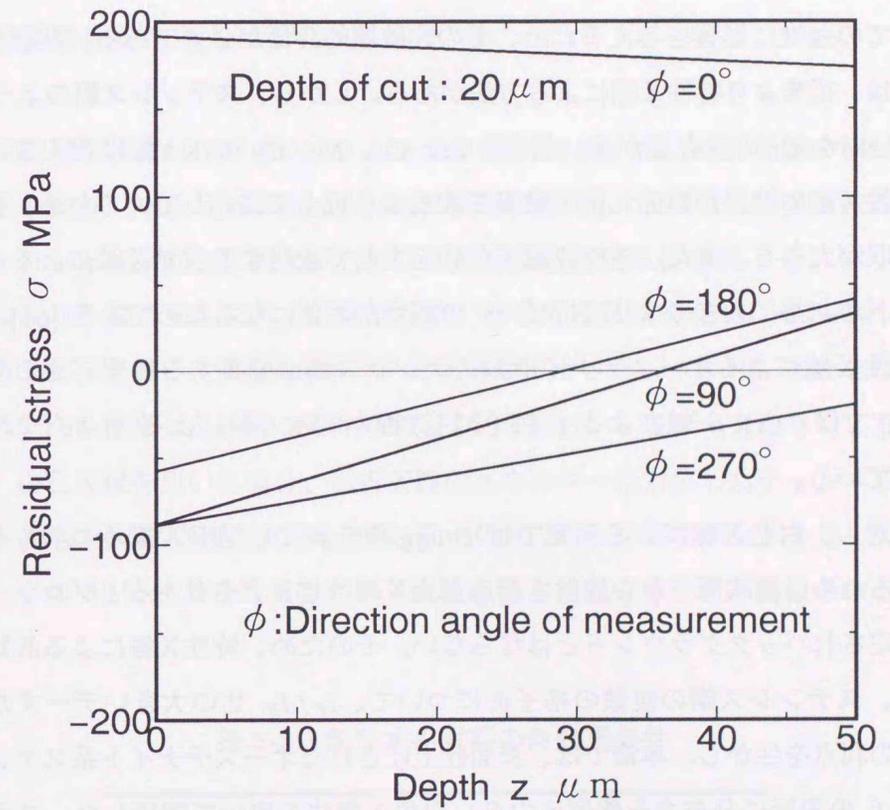


図 3-10 研削加工された Al_2O_3 残留応力の深さ分布 (II)

3.4 適用例 2

—ラッピング処理されたオーステナイト系ステンレス鋼の残留応力測定—

ステンレス鋼は耐食・耐熱用機械材料として広く用いられている。また、オーステナイト系ステンレス鋼は、その生体適合性（不活性、無毒性など）から生体材料としても利用されている。ステンレス鋼を構造部材に加工する場合、表面仕上げ処理として研削やラッピング加工を施すことが多い。その際、加工面表層に残留応力が生じ材料としての強度に影響を与えるため、その非破壊的評価が必要である。非破壊評価法としては、従来より特性X線による方法がある。しかし、ステンレス鋼のようにFeのほかにNiやCrの含有量が多い場合、Fe、Co、Ni、CuのK α 線は使えない。これらの特性X線の波長が成分元素の吸収端波長より短くて接近しているため、各元素による吸収が大きく、また、各構成原子が励起されて放射する蛍光X線によるバックグラウンドが非常に大きくなり回折ピークの測定が困難になるためである[61]。そのため、特性X線によるオーステナイト系ステンレス鋼に分布する残留応力の測定例[80]~[86]では、CrK β 線による γ -Fe(311)面かCrK α 線による γ -Fe(220)面が使われている。

それに対し、白色X線による測定ではBragg角を固定し回折X線のエネルギーを分散させるため、構成原子から放射される蛍光X線はピークを有する1プロファイルとして測定されバックグラウンドとはならない。そのため、特性X線による測定データに比べ、ステンレス鋼の複数の格子面について、 I_P/I_B 比の大きいデータが得られる。この利点を生かし、本節では、表面仕上げされたオーステナイト系ステンレス鋼SUS316の表層に分布する残留応力を、白色X線法を用いて評価した。ステンレス鋼に分布する残留応力の非破壊的評価法として、本法の工業的実用性を検討した。

3.4.1 実験

(1) 試料

供試材は、形状を28×28×10mmに加工したオーステナイト系ステンレス鋼SUS316である。試験片形状を図3-11に示す。この試料を平面研削盤で表面粗さが約5 μ m R_{max} になるまで前加工し、さらに回転式のラップマシンを用いて湿式ラッピング加工(ラッピングパウダー:GC#2000平均粒径6.7 μ m、丸善ラッピングオイル:LAP-500)を施し表面粗さ0.06 μ m R_a に仕上げた。この試料を有ひずみ試料とした。無ひずみ試料は、有ひずみ試料の一つを表3-3に示す条件で焼きなましをして作製した。

(2) 応力測定条件

白色X線発生装置はRU-1000C2(リガク製)を用いた。回折X線の検出は半導体検出器(SSD:Princeton Gamma Tech社製IGP110)、波高分析は多重波高分析器(MCA:Tracor Northern社製TN-1750)で行った。測定条件を表3-4に示す。測定と解析の流れを図3-12に示す。無ひずみ、有ひずみ試料を交互にそれぞれ600秒の測定を1セットとし、傾き角 $\phi=0^\circ$ のときは6セット、 $\phi=30^\circ$ のときは9セット行いデータを積算した。同一条件の測定を計3回行い、各データを平均して測定値とした。白色X線を用いた場合、回折X線のエネルギーに対応したチャンネルごとのカウント(強度)分布が測定される。測定データからバックグラウンドを差し引き、最大カウントの80%以上の領域をガウス曲線を使って近似し、その曲線の中心をピー

表3-3 無ひずみ試料の熱処理条件

Material	SUS316
Heat treating method	Annealing
Heat treating environment	Vacuum
Heat temperature $^\circ\text{C}$	860
Heat holding period min.	60
Cooling condition	Slow cooling

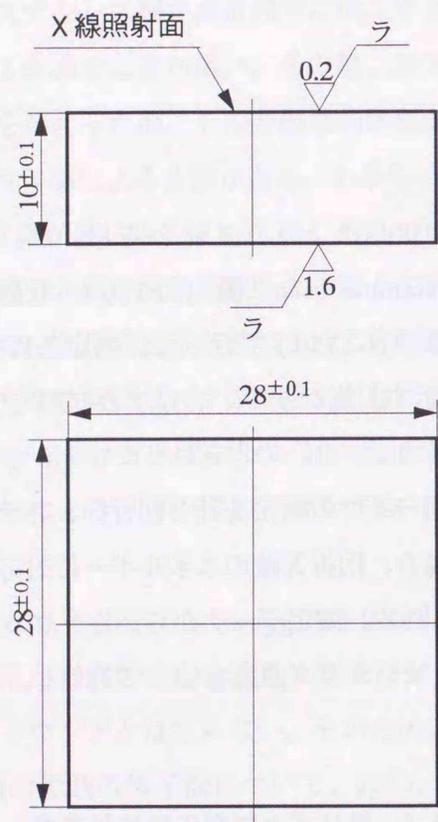


図 3-11 オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 試験片形状

クチャンネルとした。得られたピークチャンネルをX線のエネルギーに変換するエネルギー較正式は以下のように求めた。すなわち、各セットの間ごとに測定した放射性同位元素 Am241-49 γ から出る γ 線のエネルギーおよび測定中に試料から得られる Fe の蛍光 X 線のエネルギーとそれぞれに対応するチャンネル番号との関係を一次式に最小二乗近似した。

3.4.2 結果と考察

(1) ひずみの深さ分布

一般に、研削やラッピング加工によって表面仕上げされた材料では、表面から数 10mm の深さまでに急なこう配を持つ残留応力が存在することが知られている。そのような残留応力を評価するための残留ひずみの深さ分布近似式として、一次関数 [13][14] および指数関数 [14][38] が用いられている。ここでは、 ϕ 方向のひずみの深さ分布を式 (3-23) の指数関数で仮定する。

$$\epsilon_{\psi_{kkl}}^{\psi}(z) = \alpha + \beta \exp(-\gamma z) \quad (3-23)$$

ここで、 α 、 β 、 γ は定数である。式 (3-23) を式 (3-9) に代入すると、平均のひずみ $\bar{\epsilon}_{\psi_{kkl}}^{\psi}$ は、式 (3-24) のように得られる。

表 3-4 白色 X 線応力測定条件

Target	Cu		
Tube voltage	kV	100	
Tube current	mA	140	
Slit	mm	4 × 2	
Bragg angle θ	degree	10	
Inclination angle ϕ	degree	0	30
Fixed time	second	3600	5400

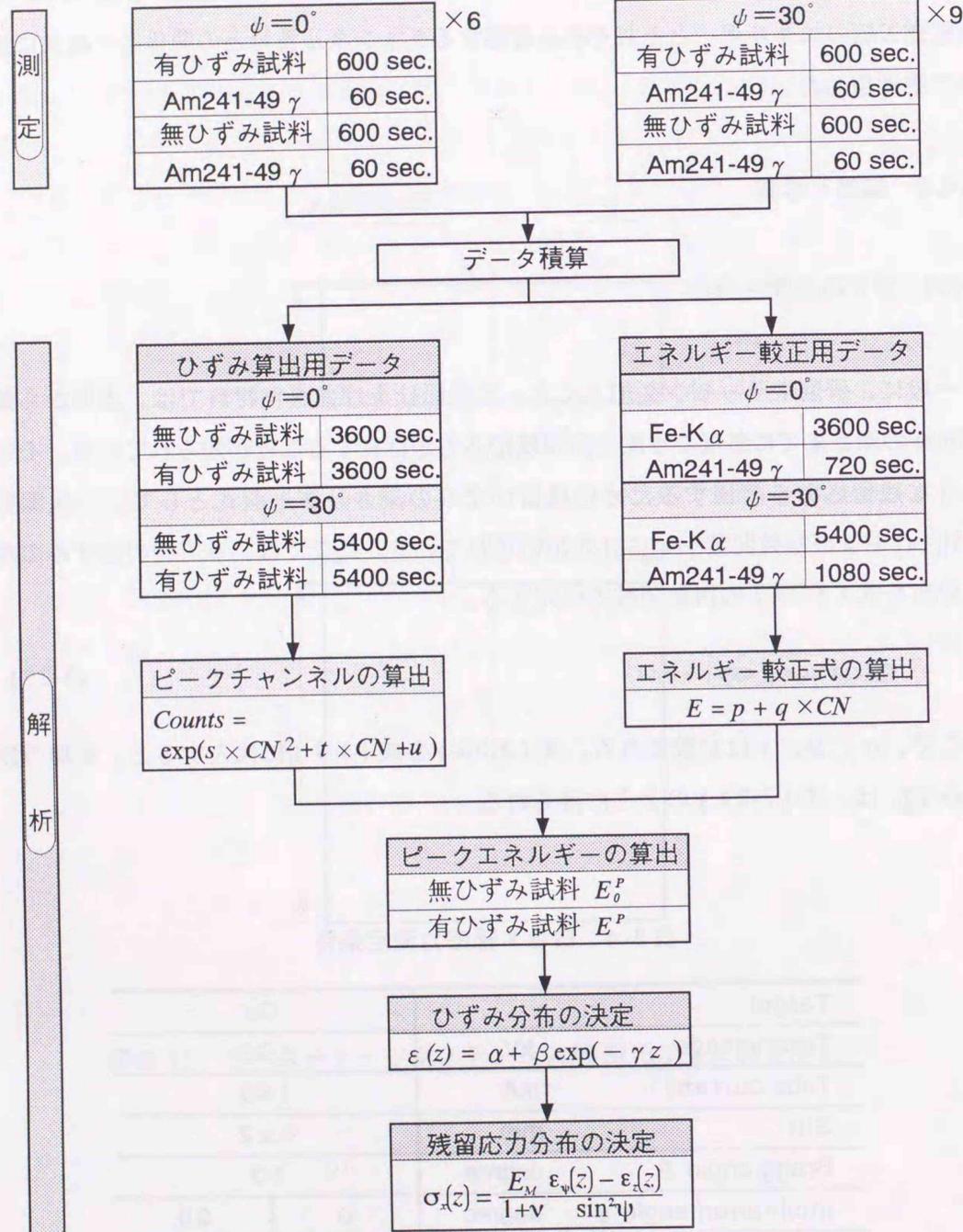


図 3-12 オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 の測定および解析の流れ

$$\bar{\epsilon}_{hkl}^\psi = \alpha + \beta \frac{\frac{2 \mu(E_{hkl})}{\sin \theta \cos \psi}}{\frac{2 \mu(E_{hkl})}{\sin \theta \cos \psi} + \gamma} \quad (3-24)$$

平均のひずみに対応する侵入深さ \bar{z}_{hkl}^ψ は、式 (3-23) と式 (3-24) を等しくおくことにより、式 (3-25) のように得られる。

$$\bar{z}_{hkl}^\psi = \frac{1}{\gamma} \ln \left[1 + \gamma \frac{\sin \theta \cos \psi}{2 \mu(E_{hkl})} \right] \quad (3-25)$$

測定により得られた回折 X 線のカウント分布を図 3-13 に示す。バックグラウンドが低く、複数の格子面の回折 X 線プロファイルが得られている。図の縦軸のカウントは回折 X 線の強度に対応し、横軸のチャンネルは回折 X 線のエネルギーに対応する。本法によって応力こう配を評価するためには、X 線の弾性定数が等しい複数の格子面に関する回折 X 線データが必要となる。本解析では X 線の弾性定数がほぼ等しいとみなせる格子面 (200)、(400)、(620) を用いた。X 線の弾性定数は Kröner モデルの理論式である式 (1-42)、(1-43) を使って求めた。計算に必要な弾性コンプライ

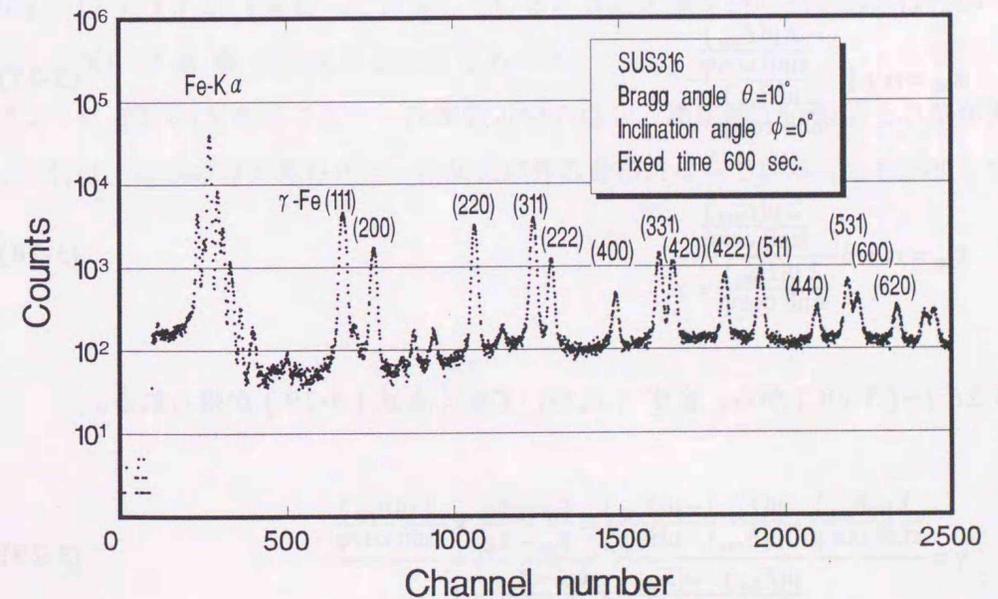


図 3-13 SUS316 における回折 X 線のカウント分布

アンス定数は、SUS316の単結晶について得られている次の値を用いた [62]。

$$S_{11} = 0.7913 \times 10^{-2} \text{ (1/GPa)}$$

$$S_{12} = -0.2927 \times 10^{-2} \text{ (1/GPa)}$$

$$S_{44} = 0.9106 \times 10^{-2} \text{ (1/GPa)}$$

その結果、(200)、(400)面は縦弾性係数 $E_M = 167 \text{ GPa}$ 、ポアソン比 $\nu = 0.33$ となり、(620)面は $E_M = 180 \text{ GPa}$ 、 $\nu = 0.31$ となった。

指数関数近似の場合、式(3-24)に示すように未知数が3個なので、回折X線データが4面以上あれば最小二乗法で、3面であれば代数的に解いて未知数を決定できる。本測定では、(200)、(400)、(620)面の3面を用いたので、式(3-24)を代数的に解いて未知数 α 、 β 、 γ を決めた。まず、(200)、(400)、(620)面それぞれの平均のひずみを $\bar{\epsilon}_{200}$ 、 $\bar{\epsilon}_{400}$ 、 $\bar{\epsilon}_{620}$ とし、線吸収係数をそれぞれ $\mu(E_{200})$ 、 $\mu(E_{400})$ 、 $\mu(E_{620})$ とすると、式(3-24)から次式が得られる。

$$\bar{\epsilon}_{200} = \alpha + \beta \frac{\frac{2\mu(E_{200})}{\sin\theta \cos\psi}}{\frac{2\mu(E_{200})}{\sin\theta \cos\psi} + \gamma} \quad (3-26)$$

$$\bar{\epsilon}_{400} = \alpha + \beta \frac{\frac{2\mu(E_{400})}{\sin\theta \cos\psi}}{\frac{2\mu(E_{400})}{\sin\theta \cos\psi} + \gamma} \quad (3-27)$$

$$\bar{\epsilon}_{620} = \alpha + \beta \frac{\frac{2\mu(E_{620})}{\sin\theta \cos\psi}}{\frac{2\mu(E_{620})}{\sin\theta \cos\psi} + \gamma} \quad (3-28)$$

式(3-26)~(3-28)から、まず γ について解くと式(3-29)が得られる。

$$\gamma = \frac{\frac{2\mu(E_{200})}{\sin\theta \cos\psi} \frac{\mu(E_{200}) - \mu(E_{400})}{\mu(E_{400}) - \mu(E_{620})} \times \frac{\bar{\epsilon}_{400} - \bar{\epsilon}_{620}}{\bar{\epsilon}_{200} - \bar{\epsilon}_{400}} \times \frac{2\mu(E_{620})}{\sin\theta \cos\psi}}{\frac{\mu(E_{200}) - \mu(E_{400})}{\mu(E_{400}) - \mu(E_{620})} \times \frac{\bar{\epsilon}_{400} - \bar{\epsilon}_{620}}{\bar{\epsilon}_{200} - \bar{\epsilon}_{400}} - 1} \quad (3-29)$$

次に β について解くと、式(3-29)の γ を用いて次式が得られる。

$$\beta = \frac{\bar{\epsilon}_{200} - \bar{\epsilon}_{420}}{\frac{2\mu(E_{200})}{\sin\theta \cos\psi} - \frac{2\mu(E_{400})}{\sin\theta \cos\psi}} \times \frac{\left(\frac{2\mu(E_{200})}{\sin\theta \cos\psi} + \gamma\right) \left(\frac{2\mu(E_{400})}{\sin\theta \cos\psi} + \gamma\right)}{\gamma} \quad (3-30)$$

最後に α は、式(3-29)の γ と式(3-30)の β から次式で得られる。

$$\alpha = \bar{\epsilon}_{200} - \beta \frac{\frac{2\mu(E_{200})}{\sin\theta \cos\psi}}{\frac{2\mu(E_{200})}{\sin\theta \cos\psi} + \gamma} \quad (3-31)$$

図3-14に傾き角 $\phi = 0^\circ$ の場合のひずみの深さ分布を示す。図中の●印は、ひずみの深さ分布を指数関数近似した場合の各格子面の平均のひずみとそれに対応する侵入深さを表している。比較のために、ひずみの深さ分布を一次関数近似した場合の各格子面の平均のひずみとそれに対応する侵入深さを、式(3-17)、(3-18)を用いて求め▲印で示した。同様に、図3-15に $\phi = 30^\circ$ の場合のひずみ分布を示す。図3-14、図3-15とも平均のひずみには3回の測定の平均値を用い、侵入深さはそれぞれ式(3-17)、(3-21)を使って計算している。3回の測定値の標準偏差はたいへん小さく、図中の▲●印の大きさ程度であった。

図3-14、図3-15をみると、一次関数近似の場合、測定値と近似値との差が大きい。これは、実際のひずみ分布が一次関数以外の分布になっていることを示唆している。

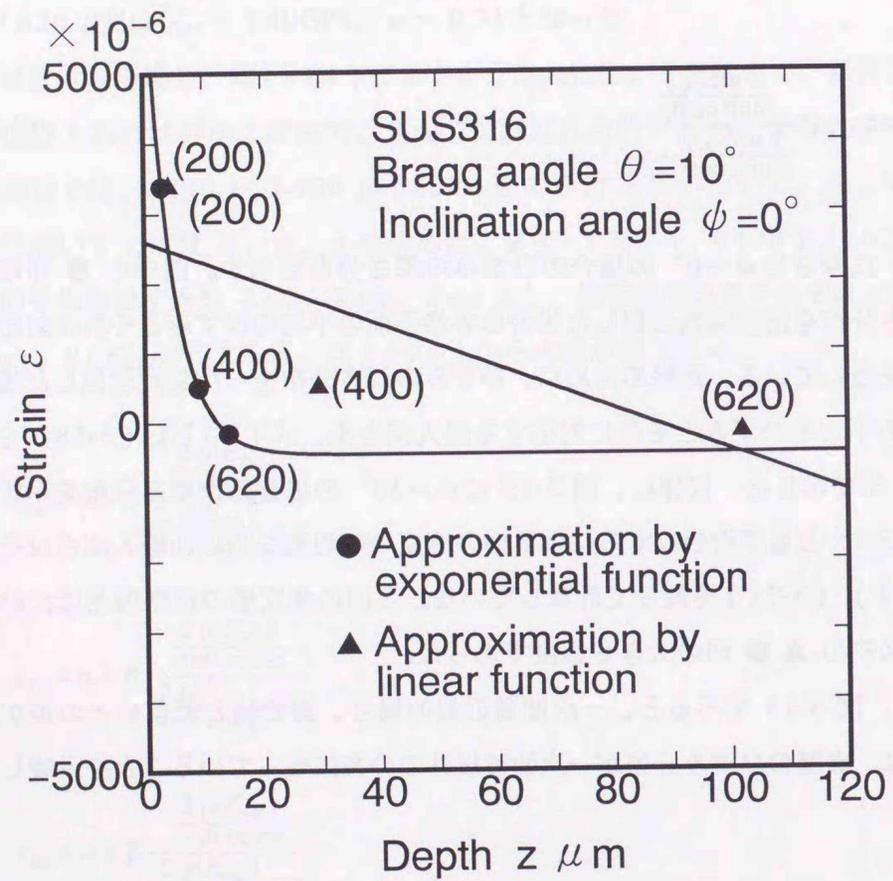


図 3-14 ラッピング加工された SUS316 のひずみの深さ分布 ($\phi = 0^\circ$)

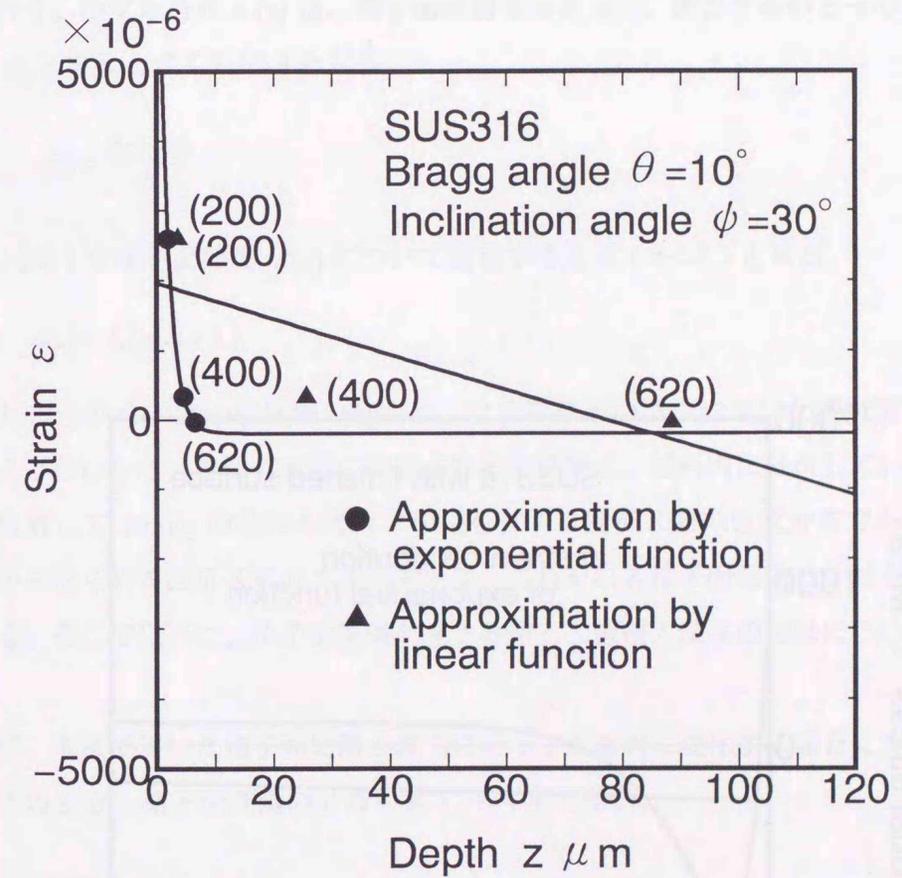


図 3-15 ラッピング加工された SUS316 のひずみの深さ分布 ($\phi = 30^\circ$)

(2) 残留応力の深さ分布

残留応力分布を図 3-16 に示す。ひずみ分布を一次関数近似した結果から求めた残留応力は、緩やかなこう配を有した圧縮の応力分布を示している。それに対し、ひずみ分布を指数関数近似した結果から求めた残留応力は、試料表面で 914MPa の引張り残留応力が深さ 3 μm で 1090 MPa の圧縮残留応力に変わる急な応力こう配を示している。

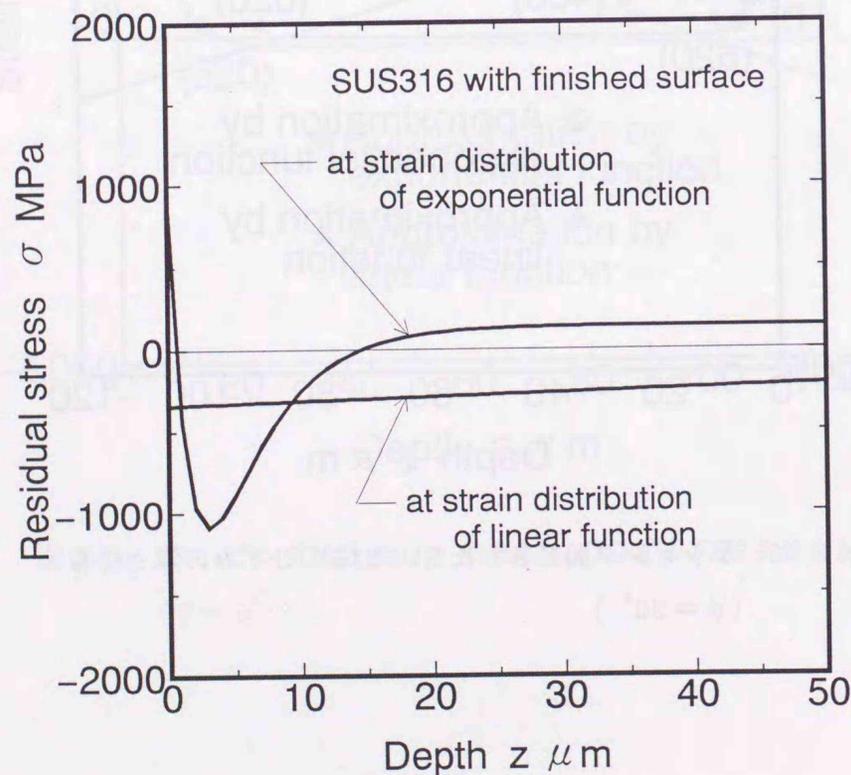


図 3-16 ラッピング加工された SUS316 の残留応力の深さ分布

3.5 ひずみ分布の近似における X 線侵入深さの影響

X 線が侵入する深さは、測定する試料の格子面と X 線の波長の間関係によっては 100 μm を超える場合もある。そこで、X 線が侵入する領域で、仮定したひずみ分布が実際と異なっている場合、得られるひずみ分布にどのような影響があるのか、以下に検討を行う。ひずみ分布 $\epsilon(z)$ は、格子面間隔分布を $d(z)$ 、無ひずみのときの格子面間隔を d_0 とすると式 (3-32) となる。

$$\epsilon(z) = \frac{d(z) - d_0}{d_0} \quad (3-32)$$

式 (3-32) を格子面間隔 $d(z)$ について整理すると式 (3-33) となる。

$$d(z) = d_0 [\epsilon(z) + 1] \quad (3-33)$$

式 (3-33) から、格子面間隔の分布は、ひずみ分布の近似に用いた関数形と同一になることがわかる。本法で実際に測定される物理量は、試料内に分布している格子面間隔に対して Bragg の条件を満たす波長を有する回折 X 線の強度分布である。各格子面から得られる回折 X 線のエネルギーは、それぞれ各格子面間隔と 1 対 1 に対応している。そこで以下に、格子面間隔の深さ分布と X 線侵入深さの関係について考察する。

まず、本法で用いた格子面間隔が深さに沿って直線的に変化する場合について考える。このとき、格子面間隔の分布を式 (3-34) で表す。

$$d(z) = p + qz \quad (3-34)$$

ここで p 、 q は定数である。格子面間隔の分布を示す式 (3-34) に回折 X 線の強度関数式 (3-5) の重み付けを行った場合、平均の格子面間隔 \bar{d} は格子面間隔関数 $d(z)$ の重さ $I(z)$ の加重平均であり、式 (3-35) で計算される。

$$\bar{d} = \frac{\int_0^{\infty} (p + qz) \exp\left(-\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} z\right) dz}{\int_0^{\infty} \exp\left(-\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} z\right) dz} = p + \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} q \quad (3-35)$$

平均の格子面間隔が存在する深さ \bar{z} は、式(3-34)、(3-35)より式(3-36)となる。

$$\bar{z} = \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \quad (3-36)$$

したがって、格子面間隔の分布を直線と仮定した場合、平均の格子面間隔すなわち平均のひずみの存在する深さは、その分布に関係なくX線の入射方向や線吸収係数にのみ依存することがわかる。

次に、格子面間隔が深さに沿って直線的に変化し、深さ t で一定値 d_c となる場合について考える。このとき、格子面間隔分布を式(3-37)のように仮定する。

$$d(z) = p' + q'z \quad (0 \leq z \leq t) \quad (3-37)$$

$$d(z) = d_c \quad (t \leq z < \infty)$$

ここで、 p' 、 q' は定数である。格子面間隔の分布を示す式(3-37)に回折X線の強度関数式(3-5)の重み付けを行った場合、平均の格子面間隔 \bar{d} は式(3-38)となる。

$$\begin{aligned} \bar{d} &= \frac{\int_0^t (p' + q'z) \exp\left(-\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} z\right) dz + \int_t^{\infty} d_c \exp\left(-\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} z\right) dz}{\int_0^{\infty} \exp\left(-\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} z\right) dz} \\ &= p' + q' \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \left[1 - \exp\left(-\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} t\right) \right] \end{aligned} \quad (3-38)$$

平均の格子面間隔が存在する深さ \bar{z} は、式(3-37)、(3-38)より式(3-39)となる。

$$\bar{z} = \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \left[1 - \exp\left(-\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} t\right) \right] \quad (3-39)$$

この場合、平均の格子面間隔の存在する深さは t の関数となっている。

次に、上記で示した格子面間隔の分布に近く、かつ深さ z の連続関数で表される例として、本法でも用いた指数関数近似を考える。このとき、格子面間隔の分布を式(3-40)のように仮定する。

$$d(z) = \xi + \eta \exp(-\zeta z) \quad (3-40)$$

ここで、 ξ 、 η 、 ζ は定数である。

格子面間隔の分布を示す式(3-40)に回折X線の強度関数式(3-5)の重み付けを行った場合、平均の格子面間隔 \bar{d} は式(3-41)となる。

$$\bar{d} = \xi + \eta \frac{\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi}}{\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} + \zeta} \quad (3-41)$$

平均の格子面間隔が存在する深さ \bar{z} は、式(3-40)、(3-41)より式(3-42)となる。

$$\bar{z} = \frac{1}{\zeta} \ln \left[1 + \zeta \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \right] \quad (3-42)$$

例として、本測定で用いた γ -Fe の(200)面と(400)面について数値シミュレーションを行う。シミュレーション条件は Bragg 角 θ を 10° 、傾き角 ϕ を 0° とし、各ひずみ分布の近似式は図中に示す。いずれも表面の応力値を圧縮で約 500 MPa とし、応力こう配は深さに沿って圧縮応力が減少するように設定している。無ひずみの格子面間隔は理論値を用いた。(200)面および(400)面の回折X線強度の侵入深さによる変化を図 3-17 に示す。(200)面で回折するX線の強度は深さ $20 \mu\text{m}$ でほぼ零になるのに対し、(400)面では深さ $100 \mu\text{m}$ から回折してくるX線の強度でさえ零とならない。(200)面と(400)面では、得られるひずみ情報の深さが明

らかに異なることがわかる。

(200)面および(400)面の格子面間隔分布を直線近似して得られる平均の格子面間隔とそれに対応する深さを図3-18(a)、(b)に示す。(200)面、(400)面ともに格子面間隔の分布に関係なく平均の格子面間隔に対応する深さは一定となっている。また、(400)面の平均の格子面間隔の存在深さは(200)面のそれに比べて深くなっている。これは、先に示したX線の侵入深さの違いによるものである。

(200)面および(400)面の格子面間隔分布を折れ線近似して得られる平均の格子面間隔とそれに対応する深さを図3-19(a)、(b)に示す。平均の格子面間隔が存在する深さ \bar{z} は、格子面間隔が一定となる深さ t の位置によって変化している。深さ t が回折X線強度が零になる位置に近づくにしたがって、直線近似した場合の深さ \bar{z} に近づいている。これは、格子面間隔を直線近似する場合、実際のひずみ分布がその格子面における回折X線強度がほぼ零となる深さまで直線となっていなければ、深さ \bar{z} の実際の値と計算上の値の誤差が大きくなることを示している。

(200)面および(400)面の格子面間隔分布を指数関数近似して得られる平均の格子面間隔とそれに対応する深さを図3-20(a)、(b)に示す。図より、平均の格子面間隔が存在する深さ \bar{z} は、格子面間隔の分布によって変化することがわかる。このことから、格子面が深さに沿って変化し、ある深さで一定となる場合でも、格子面間隔の分布を指数関数近似すれば、X線の回折強度に影響されずに実際に近い格子面間隔の分布が推定できることを示している。

以上のことから、本法を用いて表層の急なこう配を有するひずみ分布を評価する場合、その近似式としては一次関数よりも指数関数の方が適当と考えられる。したがって、本測定では、ひずみ分布を指数関数近似して得られた応力分布の方がより実際の分布に近いと考えられる。

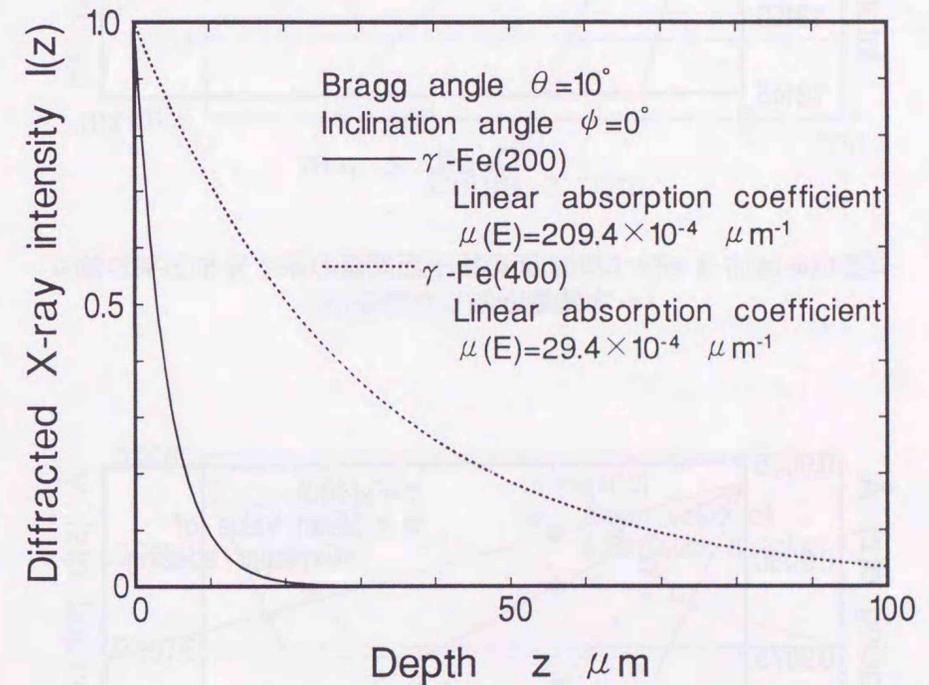


図3-17 γ -Feにおける回折X線の侵入深さによる強度変化

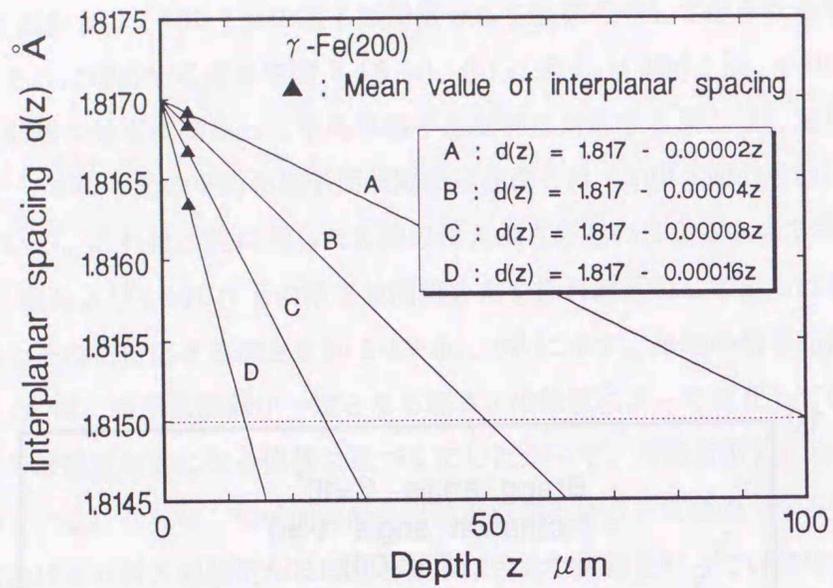


図 3-18 (a) γ -Fe (200) 面の格子面間隔の深さ分布と平均値 (一次関数近似した場合)

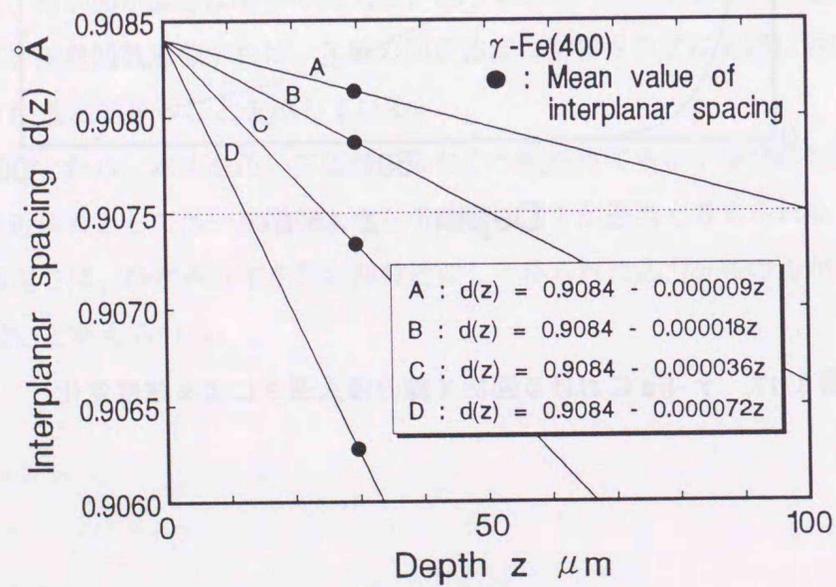


図 3-18 (b) γ -Fe (400) 面の格子面間隔の深さ分布と平均値 (一次関数近似した場合)

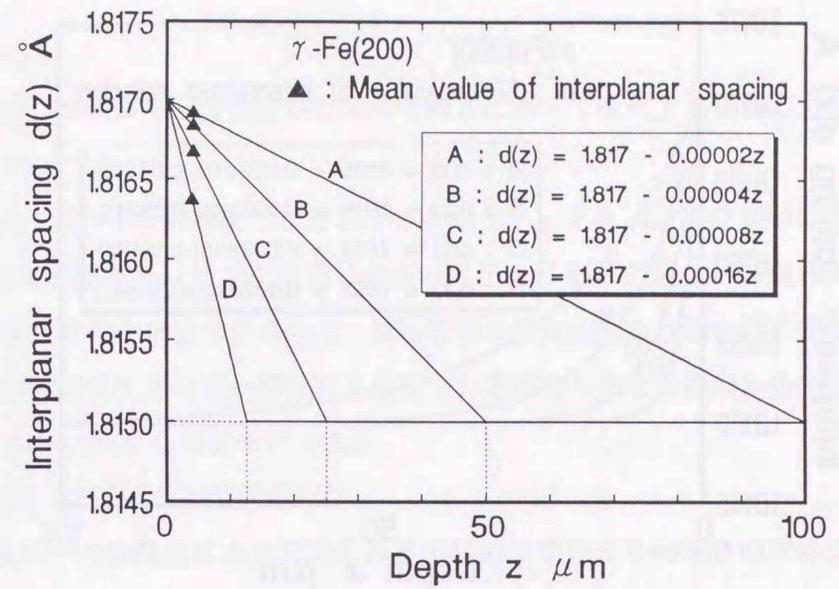


図 3-19 (a) γ -Fe (200) 面の格子面間隔の深さ分布と平均値 (折れ線近似した場合)

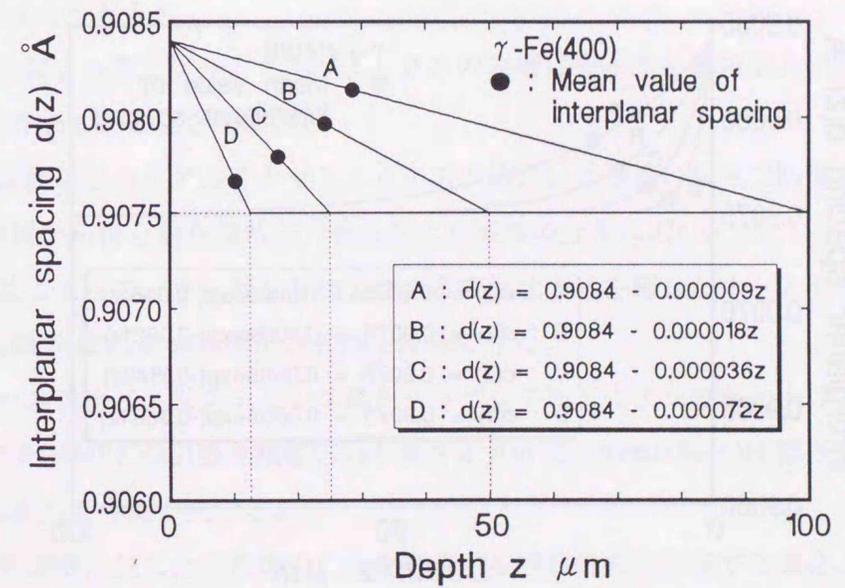


図 3-19 (b) γ -Fe (400) 面の格子面間隔の深さ分布と平均値 (折れ線近似した場合)

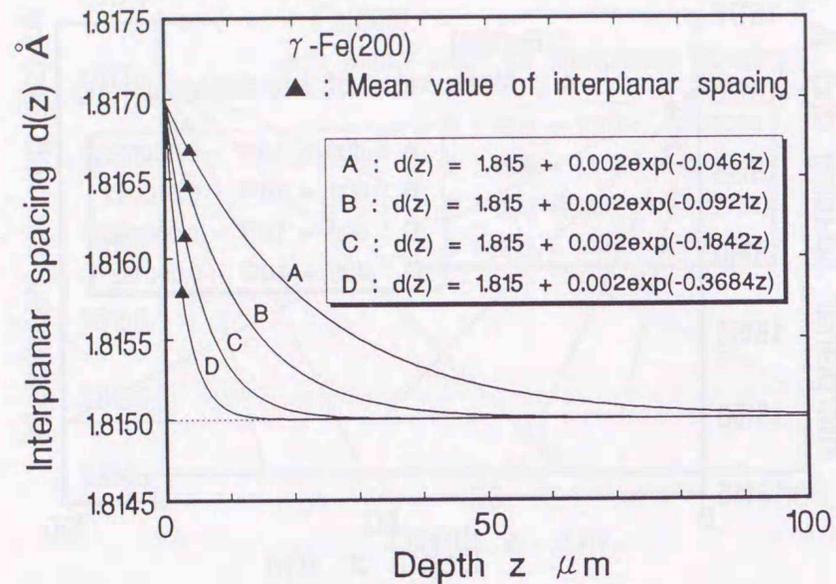


図 3-20 (a) γ -Fe (200) 面の格子面間隔の深さ分布と平均値 (指数関数近似した場合)

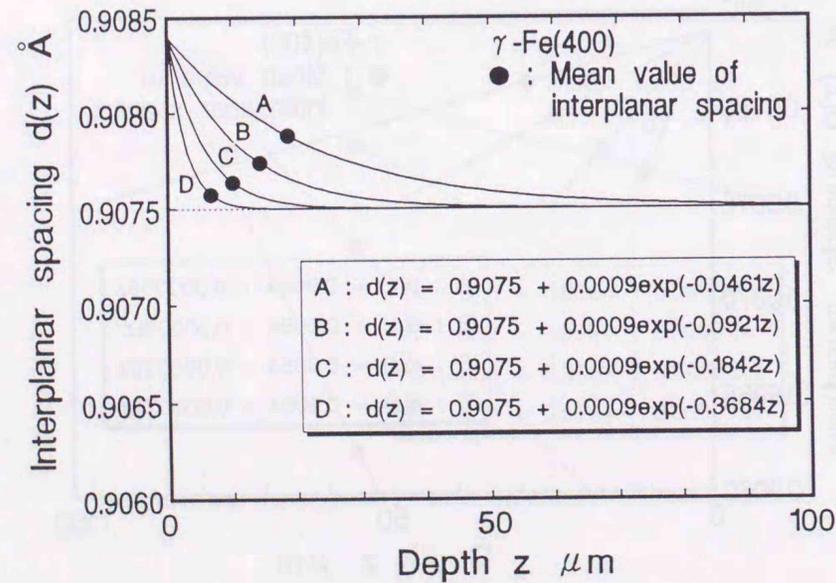


図 3-20 (b) γ -Fe (400) 面の格子面間隔の深さ分布と平均値 (指数関数近似した場合)

3.6 結言

本章では、エネルギー分散法を利用して深さに沿って変化する残留応力の測定理論を提案した。

適用例として、(a) 研削加工したアルミナセラミックス Al_2O_3 の表層に分布する残留応力、(b) 表面をラッピング処理したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 の残留応力の深さ分布を求めた。さらに、材料表層に急な応力こう配が存在する場合、ひずみ分布の近似式によって、解析により得られる応力分布と実際の分布にどのような差が生じるか、詳しく考察を行った。

その結果、以下のことが得られた。

(1) エネルギー分散法によって得られる平均のひずみとその深さの関係を、近似したひずみ分布の式に X 線が材料内部に侵入する際に生じる強度減衰を考慮して求めた。

(2) (1)で得られた 2 面以上の格子面のひずみと深さ情報を使ってひずみの深さ分布を求め、さらに 2 方向の傾き角 ψ について得られたひずみ分布から応力の深さ分布を求める方法を開発した。

(3) 本法によって、アルミナセラミックスの表層に分布する残留応力の直線的応力こう配を評価することができた。

(4) 表面研削されたアルミナセラミックスの場合、より浅い深さで回折する X 線のひずみ情報から得られた残留応力分布がより実際の分布に近い。

(5) 本法によって、ラッピング加工による表面仕上げを施したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 の残留応力分布を評価できた。

(6) オーステナイト系ステンレス鋼をラッピング加工により表面仕上げすると、試料表面で 914MPa の引張り残留応力が深さ 3 μ m で 1090MPa の圧縮残留応力に変わる急な応力こう配が生じる。

(7) 試料表層に生じた急な応力こう配を有する残留応力を評価する場合、X 線侵入深さを考慮すると、ひずみ分布を一次関数近似するよりも指数関数近似した方が有効である。

第4章 エネルギー分散法を利用した三次元残留応力測定

4.1 緒言

第3章では、エネルギー分散法を利用して、材料表層で深さに沿って変化する残留応力の測定理論を示した。その際、第2章で示した特性X線を用いた逐次薄層除去法による測定結果や先駆的研究 [11]~[15] [24] を参考にして、材料表層において平面応力状態である、との仮定をおいた。すなわち、(i) 表層において法線方向の応力は存在しない、(ii) 主応力の一つは表面の法線方向に一致する、とした。しかしながら、第3章の適用例1に示した1方向のダウンカット研削を施した Al_2O_3 の残留応力分布は、研削方向が圧縮応力に対し、その逆方向では引張応力を示す結果となった。これは明らかに、材料表層で上記(ii)の仮定が成立していないことを示している。機械加工、特に研削加工による残留応力は、塑性的突出し効果やバニッシュ効果あるいは熱応力や組織の変化などが重複し複雑な分布になることが多い。そのため材料加工層におけるX線応力測定においては、かねてから三次元応力状態を考慮すべきことが指摘されていた [4]。

本章では、白色X線によるエネルギー分散法を利用して三次元応力分布を求めるための測定理論を提唱する。まず、独立した任意の6方向のひずみと三次元応力の6成分の関係を方向余弦を用いて表す。そして、6方向のひずみの深さ分布から、三次元応力の6成分を深さ z の関数として求める方法を示す。その際、材料表面で z 方向応力成分が零となる境界条件を考慮する。6方向のひずみの深さ分布は一次関数および指数関数で近似し、それぞれ第3章に示した方法で求める。適用例として研削加工を施した S50C 鋼の三次元残留応力分布を測定し、本法の実用性を検証する。また、ひずみの深さ分布の測定誤差が三次元応力分布の測定誤差に及ぼす影響も併せて検討する。

4.2 測定理論

4.2.1 X線の吸収を考慮した平均のひずみ

試料表面に図4-1に示す測定座標系を設定する。強度 I_0 のX線が、Bragg角 θ 、測定方向角 ϕ 、傾斜角 ψ (側傾法) で入射したとき、深さ z にある格子面 (hkl) で回折して表面に到達する回折X線の強度 I_R は、X線のエネルギー E_{hkl} 、線吸収係数 $\mu(E_{hkl})$ 、反射係数 κ により式(4-1)で表される。

$$I_R(E_{hkl}, z) = \kappa I_0 \exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})z}{\sin\theta \cos\psi}\right] \quad (4-1)$$

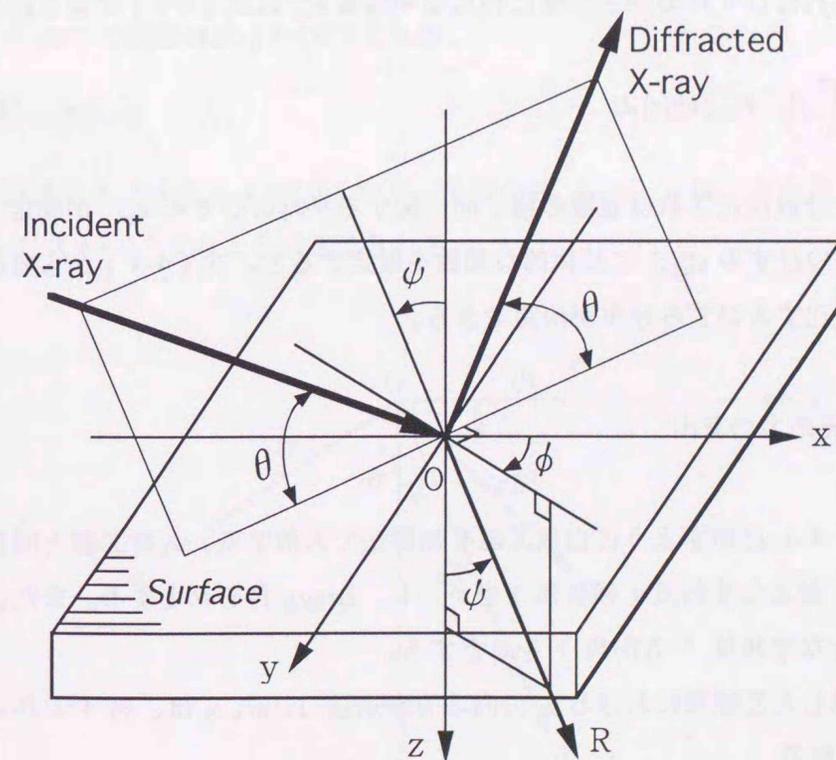


図4-1 試料表面に設定された座標系と白色X線の入射方向

線吸収係数 $\mu(E_{hkl})$ は各格子面で回折する X 線について一定とし、ひずみの無い試料（以下、無ひずみ試料）の格子面 (hkl) で回折する X 線のエネルギー E_{hkl}^0 から Victreen の実験式 (1-12 : 第1章) を使って求める。

測定試料は X 線の侵入深さに対して十分に厚いので、格子面 (hkl) で回折する X 線の全強度 I_∞ は式 (4-2) で得られる。

$$I_\infty = \int_0^\infty I_R(E_{hkl}, z) dz = \kappa I_0 \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \quad (4-2)$$

格子面 (hkl) に関して、全回折強度 I_∞ に対し、深さ z で回折する X 線の強度 I_R の割合を $f(z, E_{hkl})$ とすると、それは式 (4-3) で与えられる。

$$f(z, E_{hkl}) = \frac{I_R}{I_\infty} = \frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} \exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})z}{\sin\theta \cos\psi}\right] \quad (4-3)$$

深さ z における格子面の R 方向（傾斜角 ϕ ）のひずみを $\epsilon_{hkl}^{\phi\psi}(z)$ とすれば、式 (4-3) で重み付けされたひずみの深さ全体にわたる平均値 $\bar{\epsilon}_{hkl}^{\phi\psi}$ は式 (4-4) で表される。

$$\bar{\epsilon}_{hkl}^{\phi\psi} = \int_0^\infty f(z, E_{hkl}) \epsilon_{hkl}^{\phi\psi}(z) dz \quad (4-4)$$

エネルギー分散法によれば複数の格子面に関する平均のひずみ $\bar{\epsilon}_{hkl}^{\phi\psi}$ が測定されるので、 R 方向のひずみ $\epsilon_{hkl}^{\phi\psi}(z)$ に具体的な関数を仮定すると、式 (4-4) から容易に深さに沿って変化するひずみ分布が決定できる。

4.2.2 三次元応力の算出

試料に、図 4-1 に示すように白色 X 線を側傾法で入射する。入射 X 線と回折 X 線を含む面が Z 軸となす角度（傾き角）を ψ とし、Bragg 角を θ とする。また、測定方向が X 軸となす角度（方向角）を ϕ とする。

図 4-1 に示した座標系における R 方向の方向余弦 l, m, n は、図 4-2 から次のように求められる。

まず、 dR と dR' の関係は式 (4-5) となる。

$$dR' = dR \cos\left(\frac{\pi}{2} - \psi\right) \quad (4-5)$$

次に dx と dR' の関係は式 (4-6) となる。

$$dx = dR' \cos\varphi \quad (4-6)$$

式 (4-6) に式 (4-5) を代入して式 (4-7) が得られる。

$$dx = dR \cos\left(\frac{\pi}{2} - \psi\right) \cos\varphi = \sin\psi \cos\varphi dR \quad (4-7)$$

次に dy と dR' の関係は式 (4-8) となる。

$$dy = dR' \cos\left(\frac{\pi}{2} - \varphi\right) \quad (4-8)$$

式 (4-8) に式 (4-5) を代入して式 (4-9) が得られる。

$$dy = dR \cos\left(\frac{\pi}{2} - \psi\right) \cos\left(\frac{\pi}{2} - \varphi\right) = \sin\psi \sin\varphi dR \quad (4-9)$$

次に dz と dR' の関係は式 (4-10) となる。

$$dz = dR \cos\psi \quad (4-10)$$

以上の式 (4-7)、(4-9)、(4-10) から、方向余弦 l, m, n は、方向角 ϕ と傾き角 ψ を使って式 (4-11) のように定義される。

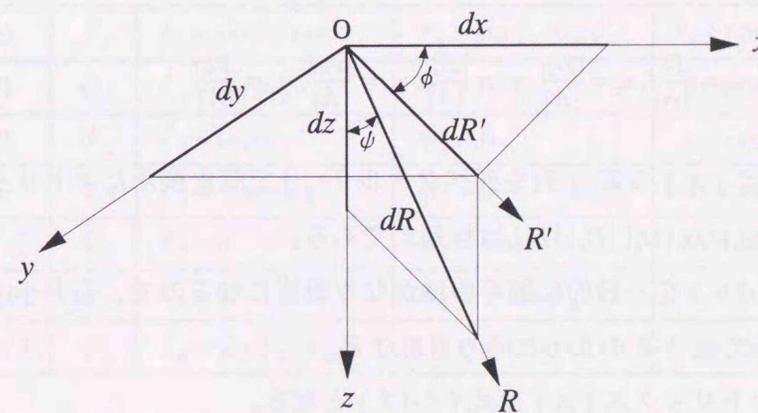


図4-2 方向余弦の算出

$$l = \sin\psi \cos\phi, \quad m = \sin\psi \sin\phi, \quad n = \cos\psi \quad (4-11)$$

このとき、R 方向のひずみを ε とすれば、6 個のひずみ成分との間に次の関係が成立する。

$$\varepsilon = l^2 \varepsilon_x + m^2 \varepsilon_y + n^2 \varepsilon_z + l m \gamma_{xy} + m n \gamma_{yz} + n l \gamma_{zx} \quad (4-12)$$

したがって、式 (4-13) に示す独立な 6 方向のひずみを測定することにより、ひずみの 6 成分が求められる。

$$\varepsilon_i = l_i^2 \varepsilon_x + m_i^2 \varepsilon_y + n_i^2 \varepsilon_z + l_i m_i \gamma_{xy} + m_i n_i \gamma_{yz} + n_i l_i \gamma_{zx} \quad (i=1,2,\dots,6) \quad (4-13)$$

式 (4-13) をマトリックス表記すると

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} l_1^2 & m_1^2 & n_1^2 & l_1 m_1 & m_1 n_1 & n_1 l_1 \\ l_2^2 & m_2^2 & n_2^2 & l_2 m_2 & m_2 n_2 & n_2 l_2 \\ l_3^2 & m_3^2 & n_3^2 & l_3 m_3 & m_3 n_3 & n_3 l_3 \\ l_4^2 & m_4^2 & n_4^2 & l_4 m_4 & m_4 n_4 & n_4 l_4 \\ l_5^2 & m_5^2 & n_5^2 & l_5 m_5 & m_5 n_5 & n_5 l_5 \\ l_6^2 & m_6^2 & n_6^2 & l_6 m_6 & m_6 n_6 & n_6 l_6 \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ \gamma_{xy} \\ \gamma_{yz} \\ \gamma_{zx} \end{Bmatrix} \quad (4-14)$$

$$\{\varepsilon_i\} = [A] \{\varepsilon\} \quad (4-15)$$

式 (4-15) において、マトリックス [A] が正則ならばクラメルの公式により、ひずみの 6 成分は次式で求められる。

$$\varepsilon_x = \frac{|D_1|}{|A|}, \quad \varepsilon_y = \frac{|D_2|}{|A|}, \quad \varepsilon_z = \frac{|D_3|}{|A|}, \quad \gamma_{xy} = \frac{|D_4|}{|A|}, \quad \gamma_{yz} = \frac{|D_5|}{|A|}, \quad \gamma_{zx} = \frac{|D_6|}{|A|} \quad (4-16)$$

ここで、 $[D_j]$ は [A] の第 j 列を列ベクトル $\{\varepsilon_i\}$ で置き換えたマトリックスであり、 $|A|, |D_1|, |D_2|, |D_3|, |D_4|, |D_5|, |D_6|$ は行列式である。

さて、式 (4-16) を一般的に解くのはかなり煩雑になるので、石井 [4] の示した測定方向に従って表 4-2 のようにとり計算する。

このとき、マトリックス [A] は式 (4-17) となる。

$$[A] = \begin{bmatrix} l_1^2 & 0 & n_1^2 & 0 & 0 & l_1 n_1 \\ l_1^2 & 0 & n_2^2 & 0 & 0 & l_2 n_2 \\ l_1^2 & 0 & n_2^2 & 0 & 0 & -l_2 n_2 \\ 0 & l_2^2 & n_2^2 & 0 & l_2 n_2 & 0 \\ 0 & l_2^2 & n_2^2 & 0 & -l_2 n_2 & 0 \\ \frac{l_2^2}{2} & \frac{l_2^2}{2} & n_2^2 & \frac{l_2^2}{2} & \frac{l_2 n_2}{\sqrt{2}} & \frac{l_2 n_2}{\sqrt{2}} \end{bmatrix} \quad (4-17)$$

したがって、 $|A|, |D_1|, |D_2|, |D_3|, |D_4|, |D_5|, |D_6|$ は以下のように求められる。

$$|A| = 2 l_2^6 n_2^2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2) \quad (4-18)$$

$$|D_1| = l_2^5 n_2^2 [l_1 n_1 n_2 (\varepsilon_2 - \varepsilon_3) + l_2 n_1^2 (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) - 2 l_2 n_2^2 \varepsilon_1] \quad (4-19)$$

$$|D_2| = l_2^4 n_2^2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2) (\varepsilon_4 + \varepsilon_5) - l_2^4 n_2^3 [l_1 l_2 n_1 (\varepsilon_3 - \varepsilon_2) - l_1^2 n_2 (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) + 2 l_2^2 n_2 \varepsilon_1] \quad (4-20)$$

$$|D_3| = l_2^5 n_2 [l_1 l_2 n_1 (\varepsilon_3 - \varepsilon_2) - l_1^2 n_2 (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) + 2 l_2^2 n_2 \varepsilon_1] \quad (4-21)$$

表 4-2 測定方向と方向余弦 (I)

i	ϕ	ϕ_i	$l_i = \sin \phi_i \cos \phi_i$	$m_i = \sin \phi_i \sin \phi_i$	$n_i = \cos \phi_i$
1	0	ϕ_1	$l_1 = \sin \phi_1$	$m_1 = 0$	$n_1 = \cos \phi_1$
2	0	ϕ_2	$l_2 = \sin \phi_2$	$m_2 = 0$	$n_2 = \cos \phi_2$
3	π	ϕ_2	$l_3 = -\sin \phi_2$	$m_3 = 0$	$n_3 = \cos \phi_2$
4	$\pi/2$	ϕ_2	$l_4 = 0$	$m_4 = \sin \phi_2$	$n_4 = \cos \phi_2$
5	$3\pi/2$	ϕ_2	$l_5 = 0$	$m_5 = -\sin \phi_2$	$n_5 = \cos \phi_2$
6	$\pi/4$	ϕ_2	$l_6 = \sin \phi_2 / \sqrt{2}$	$m_6 = \sin \phi_2 / \sqrt{2}$	$n_6 = \cos \phi_2$

$$|D_4| = l_2^2 n_2^2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2) \times [4\varepsilon_6 + \sqrt{2}(\varepsilon_3 - \varepsilon_2) - (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) + (\sqrt{2} - 1)\varepsilon_5 - (\sqrt{2} + 1)\varepsilon_4] \quad (4-22)$$

$$|D_5| = l_2^5 n_2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2) (\varepsilon_4 - \varepsilon_5) \quad (4-23)$$

$$|D_6| = l_2^5 n_2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2) (\varepsilon_2 - \varepsilon_3) \quad (4-24)$$

したがって、ひずみの6成分と各方向ひずみの関係は、式(4-18)~(4-24)を式(4-16)に代入して、以下のように求められる。

$$\varepsilon_x = \frac{|D_1|}{|A|} = \frac{l_1 n_1 n_2 (\varepsilon_2 - \varepsilon_3) + l_2 n_1^2 (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) - 2 l_2 n_2^2 \varepsilon_1}{2 l_2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2)} \quad (4-25)$$

$$\varepsilon_y = \frac{|D_2|}{|A|} = \frac{(l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2) (\varepsilon_4 + \varepsilon_5) - n_2 [l_1 l_2 n_1 (\varepsilon_3 - \varepsilon_2) - l_1^2 n_2 (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) + 2 l_2^2 n_2 \varepsilon_1]}{2 l_2^2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2)} \quad (4-26)$$

$$\varepsilon_z = \frac{|D_3|}{|A|} = \frac{l_1 l_2 n_1 (\varepsilon_3 - \varepsilon_2) - l_1^2 n_2 (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) + 2 l_2^2 n_2 \varepsilon_1}{2 n_2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2)} \quad (4-27)$$

$$\gamma_{xy} = \frac{|D_4|}{|A|} = \frac{4\varepsilon_6 + \sqrt{2}(\varepsilon_3 - \varepsilon_2) - (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) + (\sqrt{2} - 1)\varepsilon_5 - (\sqrt{2} + 1)\varepsilon_4}{2 l_2^2} \quad (4-28)$$

$$\gamma_{yz} = \frac{|D_5|}{|A|} = \frac{\varepsilon_4 - \varepsilon_5}{2 l_2 n_2} \quad (4-29)$$

$$\gamma_{zx} = \frac{|D_6|}{|A|} = \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_3}{2 l_2 n_2} \quad (4-30)$$

さらに、測定方向を表4-3、図4-3のようにとると[4]、ひずみの6成分と各方向ひずみの関係は簡略化されて以下となる。

$$\varepsilon_x = \frac{(\varepsilon_2 + \varepsilon_3) - 2 n^2 \varepsilon_1}{2 l^2} \quad (4-31)$$

$$\varepsilon_y = \frac{(\varepsilon_4 + \varepsilon_5) - 2 n^2 \varepsilon_1}{2 l^2} \quad (4-32)$$

$$\varepsilon_z = \varepsilon_1 \quad (4-33)$$

表4-3 ひずみの測定方向と方向余弦 (II)

i	ϕ	ψ_i	$l_i = \sin \psi_i \cos \phi_i$	$m_i = \sin \psi_i \sin \phi_i$	$n_i = \cos \psi_i$
1	0	0	$l_1 = 0$	$m_1 = 0$	$n_1 = 1$
2	0	ϕ	$l_2 = \sin \phi$	$m_2 = 0$	$n_2 = \cos \phi$
3	π	ϕ	$l_3 = -\sin \phi$	$m_3 = 0$	$n_3 = \cos \phi$
4	$\pi/2$	ϕ	$l_4 = 0$	$m_4 = \sin \phi$	$n_4 = \cos \phi$
5	$3\pi/2$	ϕ	$l_5 = 0$	$m_5 = -\sin \phi$	$n_5 = \cos \phi$
6	$\pi/4$	ϕ	$l_6 = \sin \phi / \sqrt{2}$	$m_6 = \sin \phi / \sqrt{2}$	$n_6 = \cos \phi$

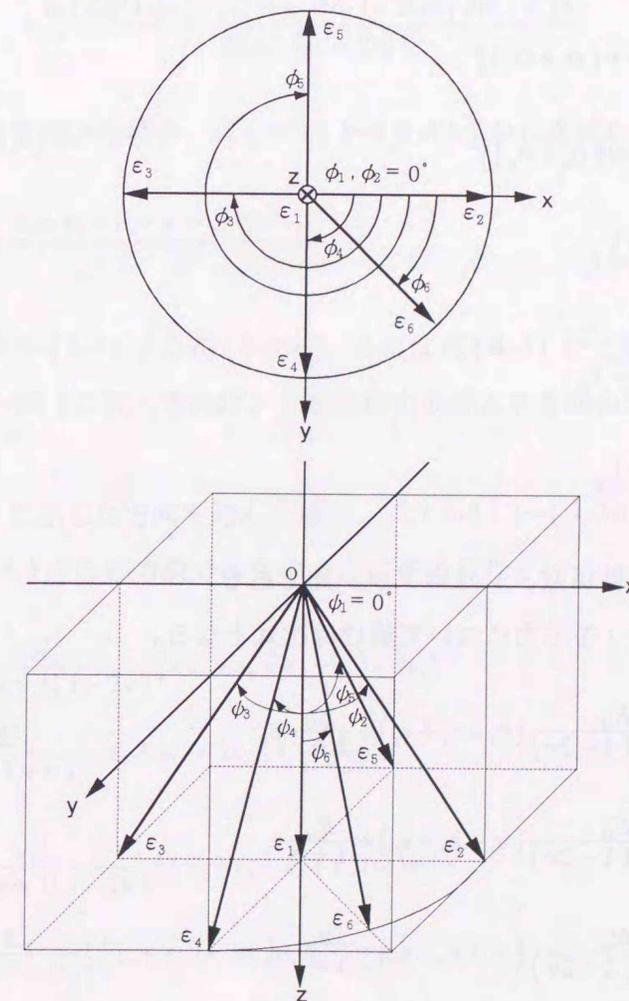


図4-3 ひずみの測定方向

$$\gamma_{xy} = \frac{1}{2l^2} [\sqrt{2} \{(\varepsilon_3 + \varepsilon_5) - (\varepsilon_2 + \varepsilon_4)\} + \{4\varepsilon_6 - (\varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4 + \varepsilon_5)\}] \quad (4-34)$$

$$\gamma_{yz} = \frac{\varepsilon_4 - \varepsilon_5}{2nl} \quad (4-35)$$

$$\gamma_{zx} = \frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_3}{2nl} \quad (4-36)$$

ここで、 $l = \sin\psi$ 、 $n = \cos\psi$ である。

均質等方弾性体を仮定した場合、三次元応力状態の応力-ひずみ関係式は次式となる。

$$\varepsilon_x = \frac{1}{E_M} [\sigma_x - \nu(\sigma_y + \sigma_z)] \quad (4-37)$$

$$\varepsilon_y = \frac{1}{E_M} [\sigma_y - \nu(\sigma_z + \sigma_x)] \quad (4-38)$$

$$\varepsilon_z = \frac{1}{E_M} [\sigma_z - \nu(\sigma_x + \sigma_y)] \quad (4-39)$$

$$\gamma_{xy} = \frac{2(1+\nu)}{E_M} \tau_{xy} \quad (4-40)$$

$$\gamma_{yz} = \frac{2(1+\nu)}{E_M} \tau_{yz} \quad (4-41)$$

$$\gamma_{zx} = \frac{2(1+\nu)}{E_M} \tau_{zx} \quad (4-42)$$

ここで、 E_M は縦弾性係数、 ν はポアソン比である。

式(4-37)~(4-42)を応力について解けば次式となる。

$$\sigma_x = \frac{\nu E_M}{(1+\nu)(1-2\nu)} (\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z) + \frac{E_M}{1+\nu} \varepsilon_x \quad (4-43)$$

$$\sigma_y = \frac{\nu E_M}{(1+\nu)(1-2\nu)} (\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z) + \frac{E_M}{1+\nu} \varepsilon_y \quad (4-44)$$

$$\sigma_z = \frac{\nu E_M}{(1+\nu)(1-2\nu)} (\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z) + \frac{E_M}{1+\nu} \varepsilon_z \quad (4-45)$$

$$\tau_{xy} = \frac{E_M}{2(1+\nu)} \gamma_{xy} \quad (4-46)$$

$$\tau_{yz} = \frac{E_M}{2(1+\nu)} \gamma_{yz} \quad (4-47)$$

$$\tau_{zx} = \frac{E_M}{2(1+\nu)} \gamma_{zx} \quad (4-48)$$

表 4-2 に示す方向を用いた場合、式(4-25)~(4-27)から次式が得られる。

$$\begin{aligned} \varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z = & \frac{n_2^2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2) (\varepsilon_4 + \varepsilon_5) + l_1 l_2 n_1 (2n_2^2 - l_2^2) (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)}{2 l_2^2 n_2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2)} \\ & + \frac{n_2 (l_2^2 n_1^2 + l_1^2 n_2^2 - l_1^2 l_2^2) (\varepsilon_2 + \varepsilon_3) - 2 l_2^2 n_2 (2n_2^2 - l_2^2) \varepsilon_1}{2 l_2^2 n_2 (l_2^2 n_1^2 - l_1^2 n_2^2)} \end{aligned} \quad (4-49)$$

表 4-3 に示す方向を用いた場合、式(4-31)~(4-33)から次式が得られる。

$$\varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z = \frac{\varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4 + \varepsilon_5 - 2(2n^2 - l^2) \varepsilon_1}{2l^2} \quad (4-50)$$

よって、式(4-25)~(4-30)と式(4-49)、または式(4-31)~(4-36)と式(4-50)を式(4-43)~(4-48)に代入すれば、6個の応力成分と6方向のひずみの関係が得られる。

ここで、表 4-3 に示した方向を選んだ場合、式(4-31)~(4-36)、式(4-50)と式(4-43)~(4-48)から応力成分は次のように求められる。

$$\begin{aligned} \sigma_x = & \frac{\nu E_M}{2l^2(1+\nu)(1-2\nu)} [(\varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4 + \varepsilon_5) - 4\varepsilon_1] \\ & + \frac{E_M}{2l^2(1+\nu)} [(\varepsilon_2 + \varepsilon_3) - 2\varepsilon_1] + \frac{E_M}{1-2\nu} \varepsilon_1 \end{aligned} \quad (4-51)$$

$$\begin{aligned} \sigma_y = & \frac{\nu E_M}{2l^2(1+\nu)(1-2\nu)} [(\varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4 + \varepsilon_5) - 4\varepsilon_1] \\ & + \frac{E_M}{2l^2(1+\nu)} [(\varepsilon_4 + \varepsilon_5) - 2\varepsilon_1] + \frac{E_M}{1-2\nu} \varepsilon_1 \end{aligned} \quad (4-52)$$

$$\sigma_z = \frac{\nu E_M}{2l^2(1+\nu)(1-2\nu)} [(\varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4 + \varepsilon_5) - 4\varepsilon_1] + \frac{E_M}{1-2\nu} \varepsilon_1 \quad (4-53)$$

$$\tau_{xy} = \frac{E_M}{4l^2(1+\nu)} \{ \sqrt{2} [(\varepsilon_3 + \varepsilon_5) - (\varepsilon_2 + \varepsilon_4)] + [4\varepsilon_6 - (\varepsilon_2 + \varepsilon_3 + \varepsilon_4 + \varepsilon_5)] \} \quad (4-54)$$

$$\tau_{yz} = \frac{E_M}{4nl(1+\nu)} (\varepsilon_4 - \varepsilon_5) \quad (4-55)$$

$$\tau_{zx} = \frac{E_M}{4nl(1+\nu)} (\varepsilon_2 - \varepsilon_3) \quad (4-56)$$

よって、6方向のひずみ ε_i ($i = 1, 2, \dots, 6$) を測定すれば、式(4-51)~(4-56)から三次元応力分布が求められる。ただし、表面では垂直方向の応力成分が零になるなどの境界条件を考慮する必要がある。

4.2.3 ひずみ分布の近似

ひずみ分布の近似関数として、次の一次関数および指数関数を仮定する。

$$\varepsilon_{hkl}^{\phi\psi}(z) = \alpha + \beta z \quad (4-57)$$

$$\varepsilon_{hkl}^{\phi\psi}(z) = \xi + \eta \exp(-\zeta z) \quad (4-58)$$

ここで、 α 、 β 、 ξ 、 η 、 ζ は定数である。

さらに、式(4-57)、(4-58)を式(4-4)に代入することによって次式が得られる。

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\phi\psi} = \alpha + \beta \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \quad (4-59)$$

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\phi\psi} = \xi + \frac{\eta}{2\mu(E_{hkl})} \frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} + \zeta \quad (4-60)$$

また、平均のひずみに対応する侵入深さは式(4-61)、(4-62)でそれぞれ表される。

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\phi\psi} = \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \quad (4-61)$$

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\phi\psi} = \frac{1}{\zeta} \ln \left[1 + \zeta \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \right] \quad (4-62)$$

4.2.4 境界条件の考慮

試料表面部は三次元応力状態であると仮定したが、表面 ($z = 0$) では次式で表される境界条件を満たさなければならない。

$$\sigma_z = \tau_{yz} = \tau_{zx} = 0 \quad (4-63)$$

式(4-63)を式(4-51)~(4-56)に代入して整理すると次式が得られる。

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_3 \quad (4-64)$$

$$\varepsilon_4 = \varepsilon_5 \quad (4-65)$$

$$\varepsilon_2 + \varepsilon_4 = \left(2 - \frac{1+\nu}{\nu} l^2 \right) \varepsilon_1 \quad (4-66)$$

$$\varepsilon_6 = \left\{ n^2 - \frac{1-\nu}{2\nu} l^2 \right\} \varepsilon_1 + \frac{1+\nu}{E_M} l^2 \tau_{xy} \quad (4-67)$$

6方向のひずみの間には式(4-64)~(4-67)の関係があるから、 $\varepsilon_1, \dots, \varepsilon_6$ の深さ分布を求める際にこれらの関係を考慮しなければならない。ただし、 ε_6 に関する式(4-67)は応力項を含んでいるので、ひずみ分布算出に際しては使用しない。式(4-64)から、方向2と方向3の表面のひずみは等しくなければならない。そこで、方向2と方向3の両方の測定データを同時に使って、指数関数近似により表面のひずみを求める。その値を ε_s とし、方向2と方向3の表面のひずみとする。このとき、式(4-58)より次式が成り立つ。

$$\varepsilon_s = \xi + \eta \quad (4-68)$$

式(4-68)を ξ について整理し、式(4-59)に代入して式(4-69)を得る。

$$\bar{\epsilon}_{hkl}^{\psi\omega} = \epsilon_s - \eta + \frac{\eta \frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi}}{\frac{2\mu(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} + \zeta} \quad (4-69)$$

方向2、方向3のそれぞれの測定データを用いて、式(4-69)をシンプレックス法[85]によって最小二乗近似することにより、それぞれの測定方向のひずみの深さに沿った分布を求める。 ϵ_4 、 ϵ_5 についても同様に求める。 ϵ_1 については、表面の値を式(4-66)を使って求める他は、上記の方法と同じである。 ϵ_6 については、境界条件を特に考慮しないで求める。

4.3 適用例 一研削加工された炭素鋼 S50C の三次元残留応力測定一

4.3.1 実験

(1) 試料

S50C 平鋼から $28 \times 28 \times 10$ mm の試料を2個切り出し、応力除去焼なまし(真空炉内 840°C 30分保持後徐冷)を施したのち、一方をひずみのない試料とした。試験片形状を図4-4に示す。また、表4-4の条件で研削加工を施したものをひずみのある試料とした。研削方向をX軸、深さ方向をZ軸とする直角座標系を試料表面に設定した。

(2) 応力測定条件

白色X線発生装置はRU-1000C2(リガク製)を用いた。回折X線の検出は固体半導体検出器(SSD: Princeton Gamma Tech社製 IGP110)、波高分析は多重波高分析器(MCA: Tracor Northern社製 TN-1750)で行った。測定方法は白色X線平行ビームによる側傾法とし、測定条件は表4-5のように設定した。測定用の試料台を図4-5に示す。試料を交換しても測定面がずれにくい構造とした。測定と解析の流れを図4-6に示す。測定はひずみのない試料とある試料を交互に500秒ずつ行い、傾き角 $\phi = 0^\circ$ について3回、 $\phi = 25^\circ$ については6回のデータを積算し測定値とした。また、測定データのエネルギー較正も上記測定の1サイクルごとに行った。つまり、1回の測定毎に Am241-49 γ から出る γ 線を測定し、そのピークチャンネルと測定試料から得られた Fe-K α 線のピークチャンネルからエネルギー較正式を求め、測定データのピークチャンネルをエネルギーに変換した。測定によって得られた S50C における回折X線の強度分布を図4-7に示す。

表4-4 研削条件

Grinding condition	Down cut in one direction, Wet
Grinding wheel	MA36I7V, $\phi 195 \times 19$
Work speed	38 mm/sec
Cross feed	1 mm/stroke
Wheel speed	2975 rpm
Depth of cut	30 μm

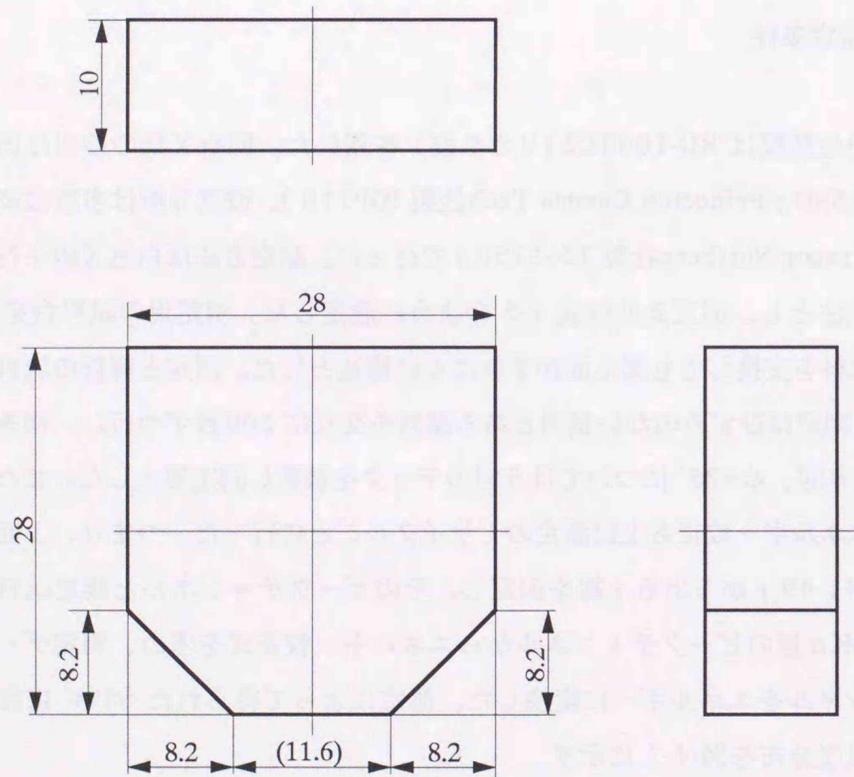


図4-4 三次元残留応力測定用試験片形状

表4-5 白色X線応力測定条件

Polychromatic X-ray target	Cu						
Tube voltage	kV	100					
Tube current	mA	140					
Bias voltage	V	200					
Divergence angle of soller slit	deg.	0.16					
Slit	mm	4 × 2					
Measured direction No.		1	2	3	4	5	6
Direction angle ϕ	deg.	0	0	180	90	270	45
Bragg angle θ	deg.	10					
Inclination angle ψ	deg.	0	25				
Fixed time	sec.	1500	3000				

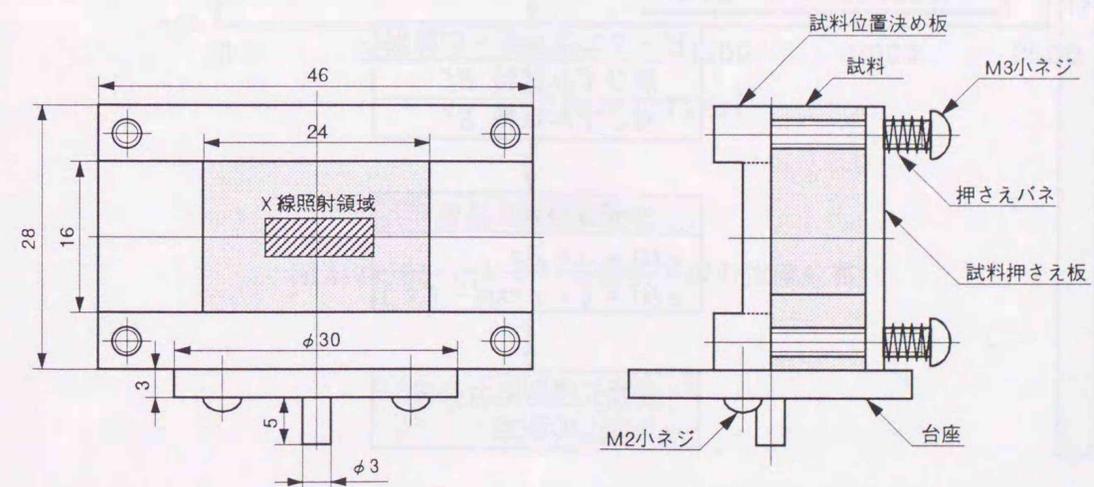


図4-5 測定用試料台

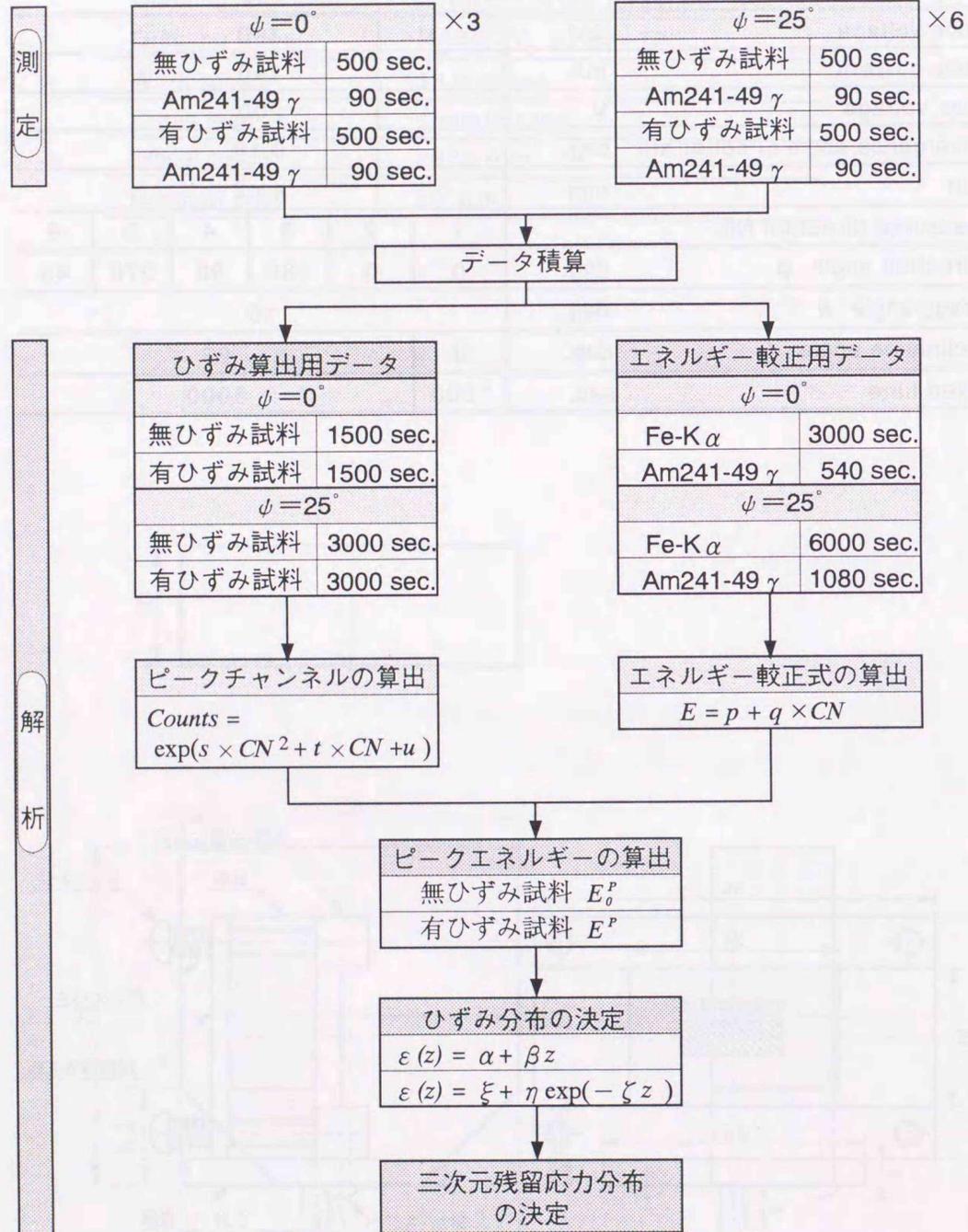


図4-6 測定および解析の流れ

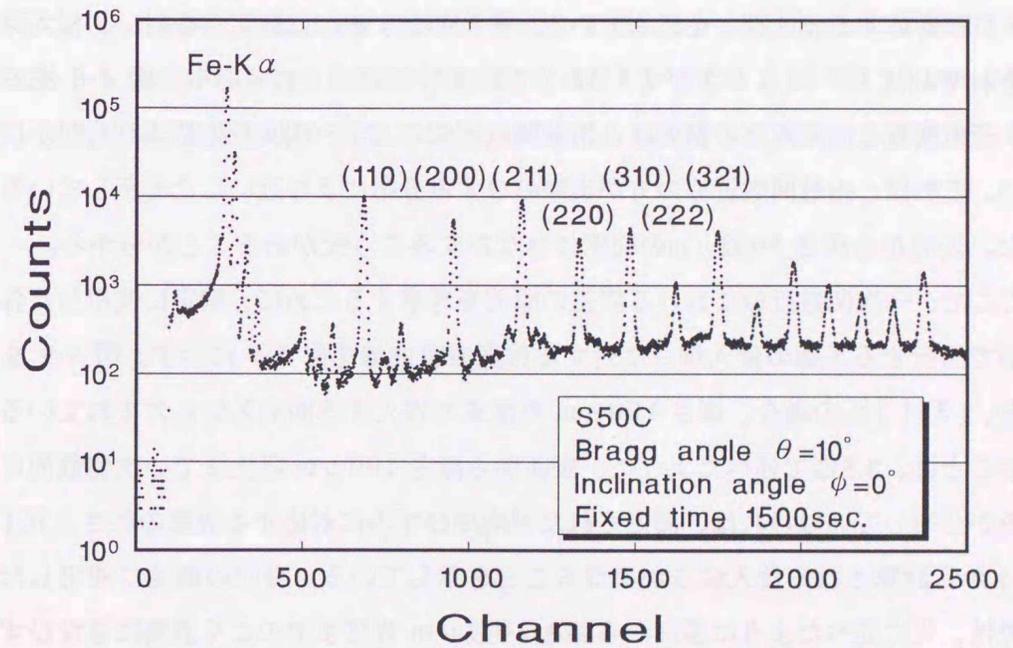


図4-7 S50Cにおける回折X線の強度分布

4.3.2 結果と考察

(1) ひずみ分布

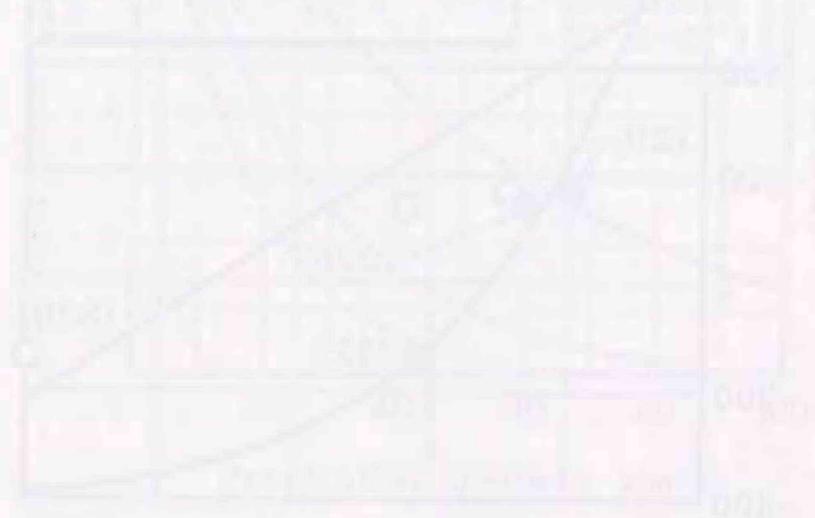
測定した方向1のひずみについて、一次関数および指数関数で近似した結果を図4-8に示す。計算には弾性的性質が等しいと扱える(110)、(211)、(220)、(321)面の測定値を用い[62]、一次関数の場合は線形最小二乗法、指数関数の場合は非線形最小二乗法のシンプレックス法により近似を行った。図4-8の○および●印は、ひずみの深さ分布を一次関数および指数関数近似した場合の各回折面の平均のひずみとそれに対応する侵入深さを表している。平均のひずみには測定値を用い、侵入深さをそれぞれ式(4-61)および(4-62)で計算しプロットしている。図4-8をみると、近似関数と測定点との誤差は、指数関数近似の方が一次関数近似よりも明かに小さい。これは、指数関数近似の方が実際のひずみ分布により近いことを示している。また、表面から深さ10数 μm の範囲に急なひずみこう配があることが分かる。

ここで、一次関数近似における誤差の原因を考察するために、測定に使用した各格子面で回折するX線の侵入深さに対する強度減衰曲線を図4-9に示す。図4-9をみると、(321)面の場合、深さ100 μm 程度まで侵入する回折X線も含まれている。このことは、3.5節で述べたように、表面から深さ100 μm 以上まで一次関数的にひずみが分布していなければ、測定された平均のひずみに対応する実際の深さと式(4-61)から計算される侵入深さが異なることを示している。今回の測定に使用した試料では、先に述べたように表面から深さ10数 μm 程度までのごく表層に急なひずみこう配が存在したため、(220)面と(321)面で測定された平均のひずみに対応した侵入深さが実際の位置よりも深く評価されてしまい、誤差が生じたものと考えられる。一次関数近似の場合でも、平均のひずみに対応する侵入深さが浅い(110)面と(211)面の測定値だけで計算すると、実際のひずみ分布とほぼ一致することが図4-9よりわかる。実際の測定ではひずみこう配の存在範囲が既知ではないので、より深層部まで侵入するX線を利用できる本法を応力測定に用いる場合、ひずみ分布に対し柔軟に対応する指数関数近似を用いるのが有効と考える。そこで、測定データから指数関数近似を使って求めた6方向のひずみの分布を図4-10(a)~(f)に示す。6方向

のひずみ分布をまとめて図4-11に示す。

(2) 三次元残留応力分布

6方向のひずみの深さ分布から式(4-51)~(4-56)を用いて計算した三次元応力の深さ分布を図4-12に示す。応力の算出には、弾性的性質が同じと扱える上記の4面のX線の弾性定数($E_M=221\text{GPa}$, $\nu=0.271$) [64]を使用した。図4-12をみると、各方向ともに圧縮の残留応力を示し、特に研削方向に垂直な方向には表面近傍に急激な応力こう配が存在していることがわかる。研削加工においては、塑性的突き出し効果、バニッシュ効果、熱応力などの影響が重畳して現れるが、今回行った研削加工ではバニッシュ効果が最も強く現れたものと考えられる。また、表面下数10 μm の範囲で、表面法線方向の応力が生じており、三次元応力状態を考慮すべきことがわかる。



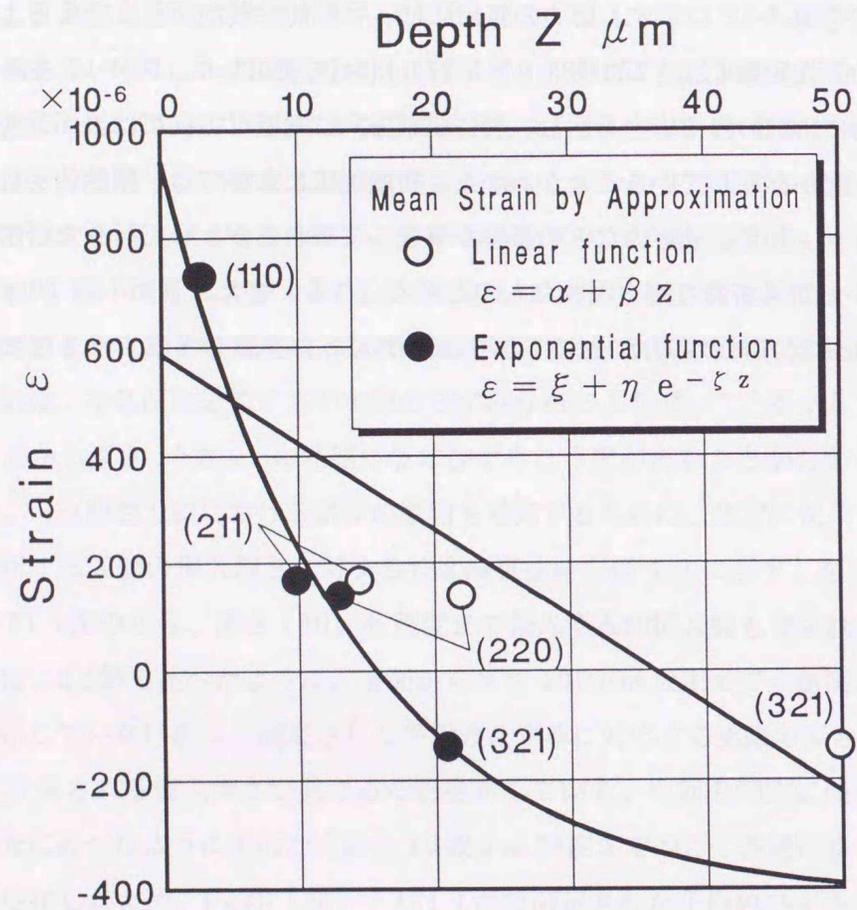


図4-8 一次関数と指数関数によるひずみ分布の近似

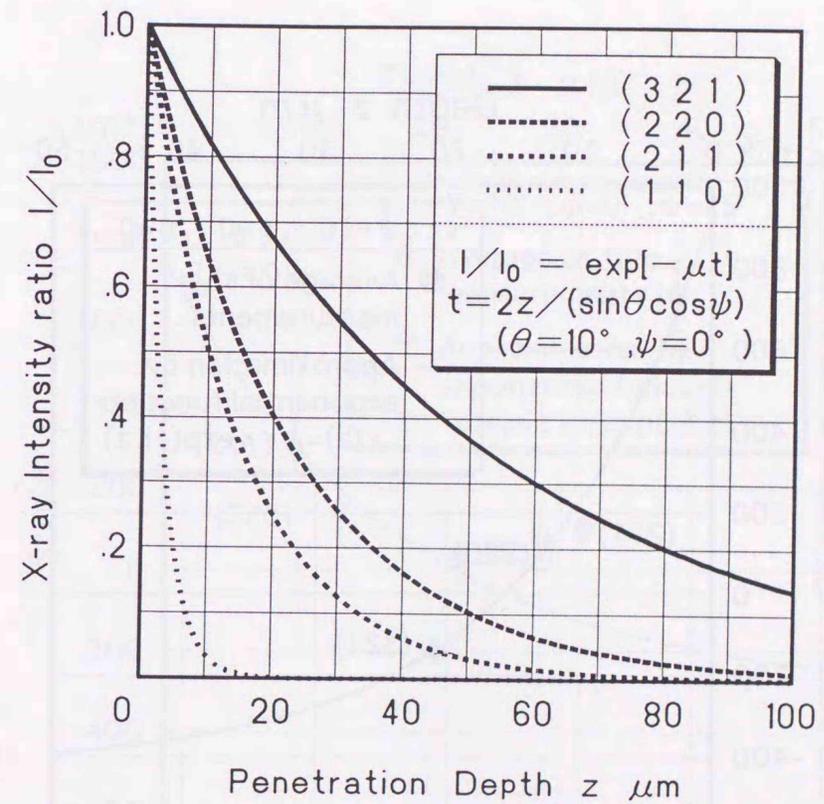


図4-9 回折X線の強度減衰曲線

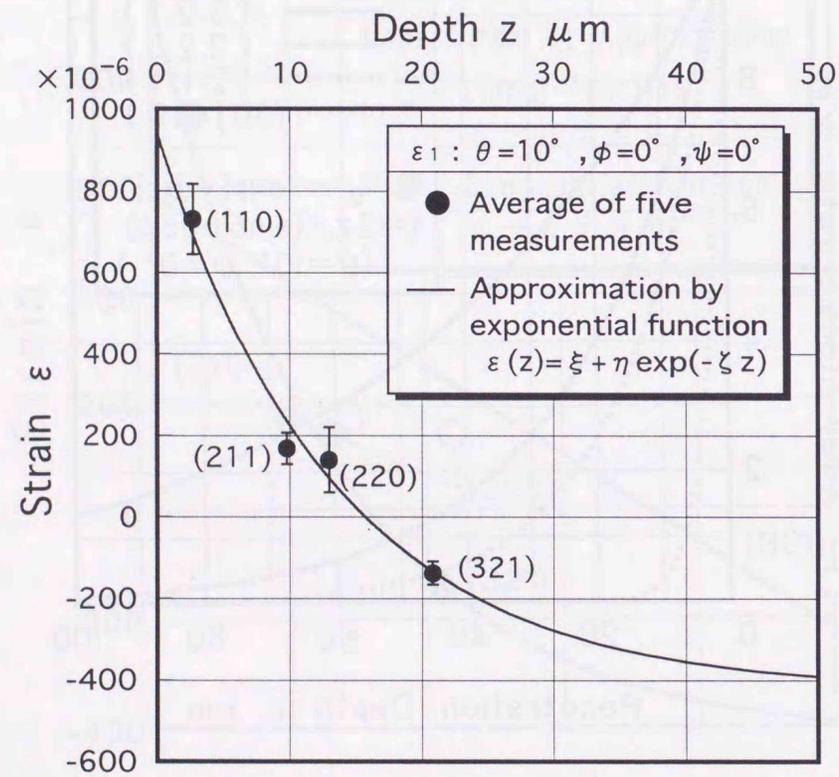


図 4-10 (a) ひずみの深さ分布 ($\phi=0^\circ$ 、 $\psi=0^\circ$)

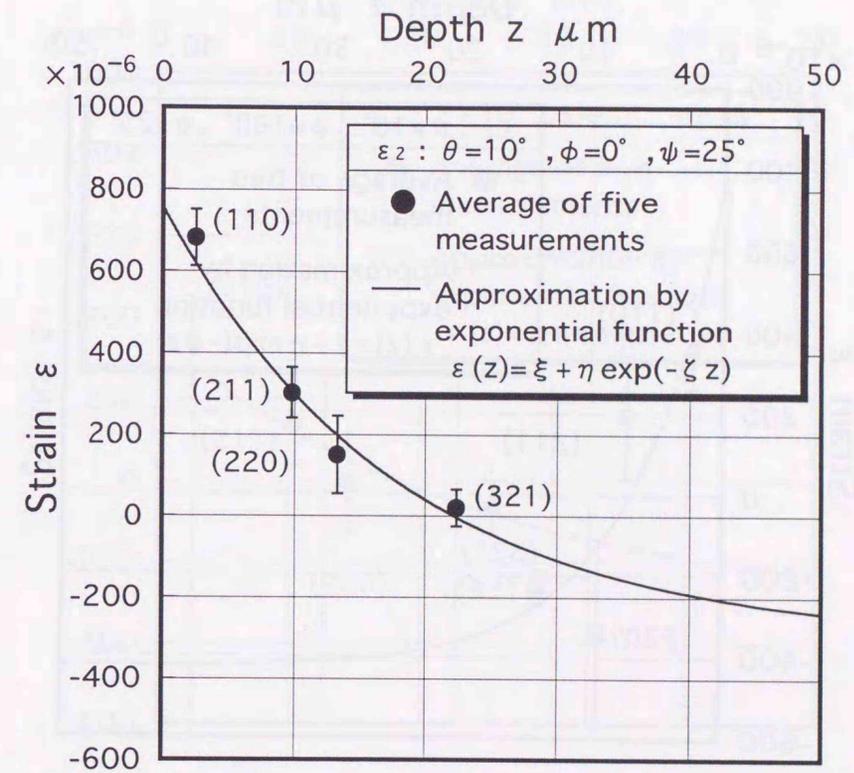


図 4-10 (b) ひずみの深さ分布 ($\phi=0^\circ$ 、 $\psi=25^\circ$)

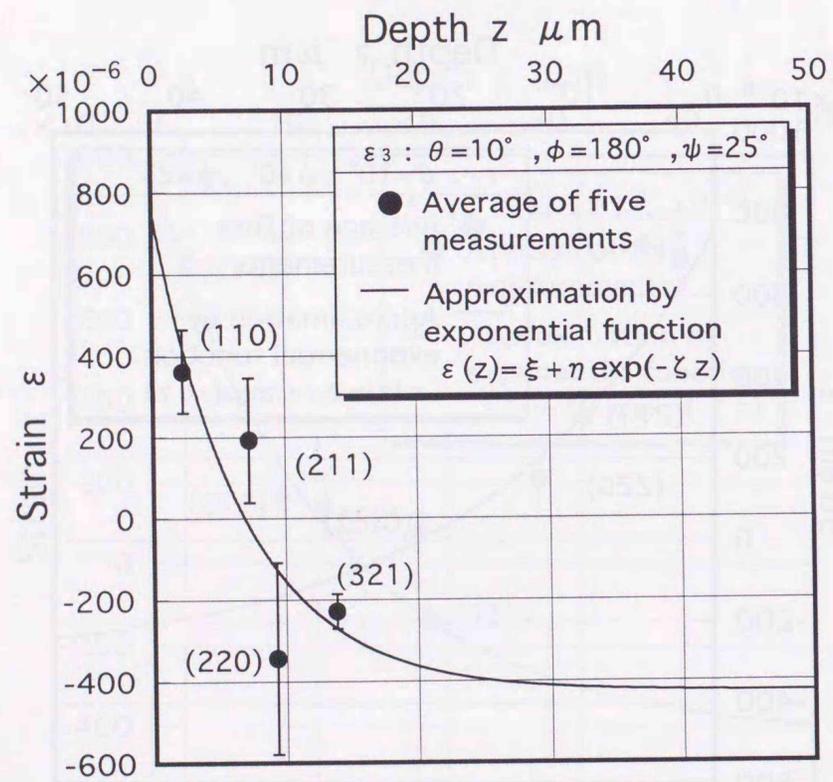


図 4-10 (c) ひずみの深さ分布 ($\phi = 180^\circ$ 、 $\psi = 25^\circ$)

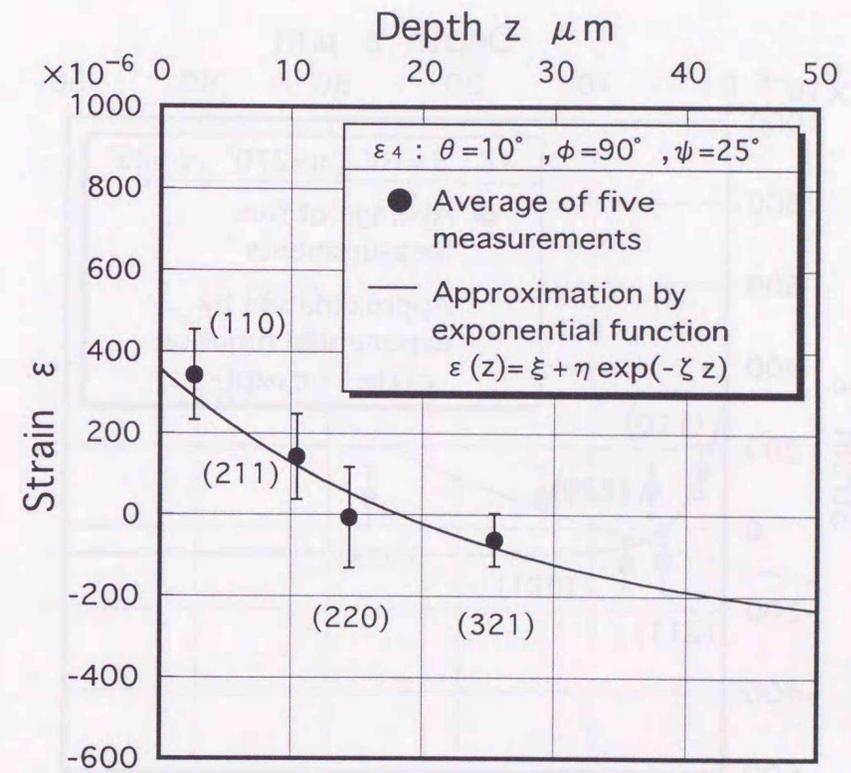


図 4-10 (d) ひずみの深さ分布 ($\phi = 90^\circ$ 、 $\psi = 25^\circ$)

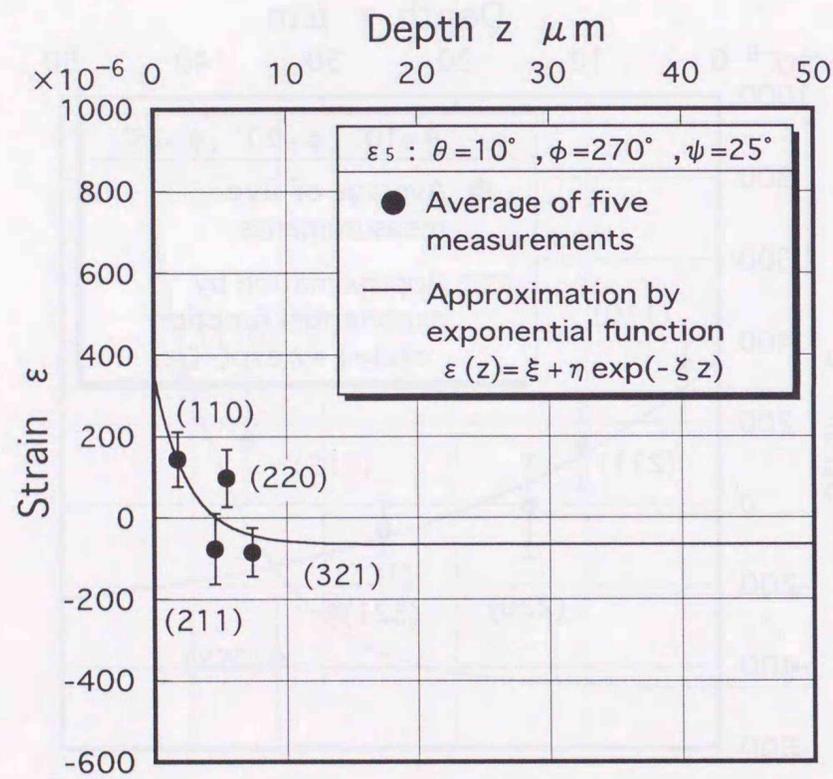


図 4-10 (e) ひずみの深さ分布 ($\phi = 270^\circ$ 、 $\psi = 25^\circ$)

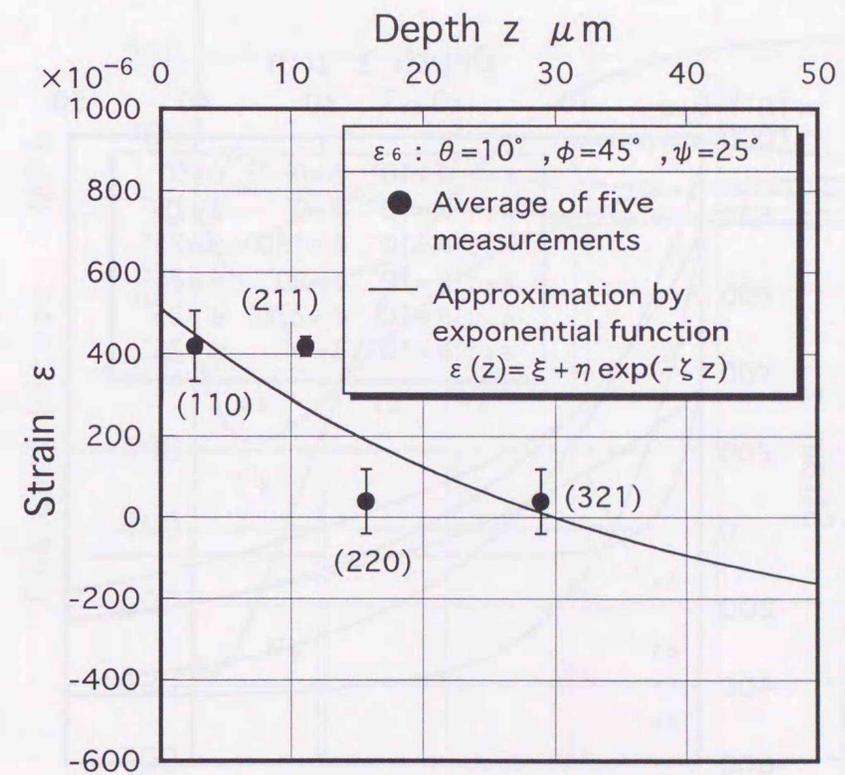


図 4-10 (f) ひずみの深さ分布 ($\phi = 45^\circ$ 、 $\psi = 25^\circ$)

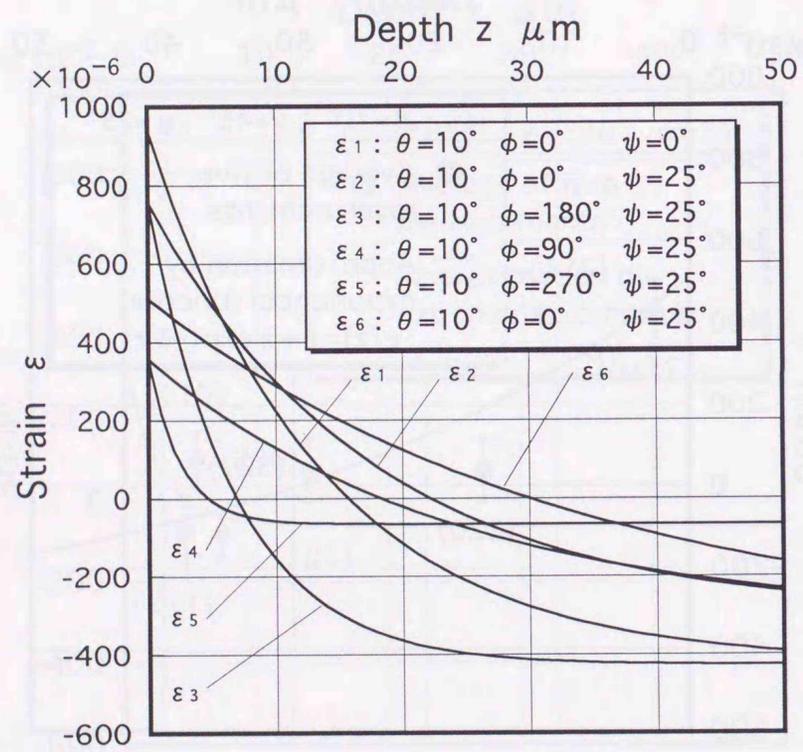


図4-11 6方向のひずみの深さ分布

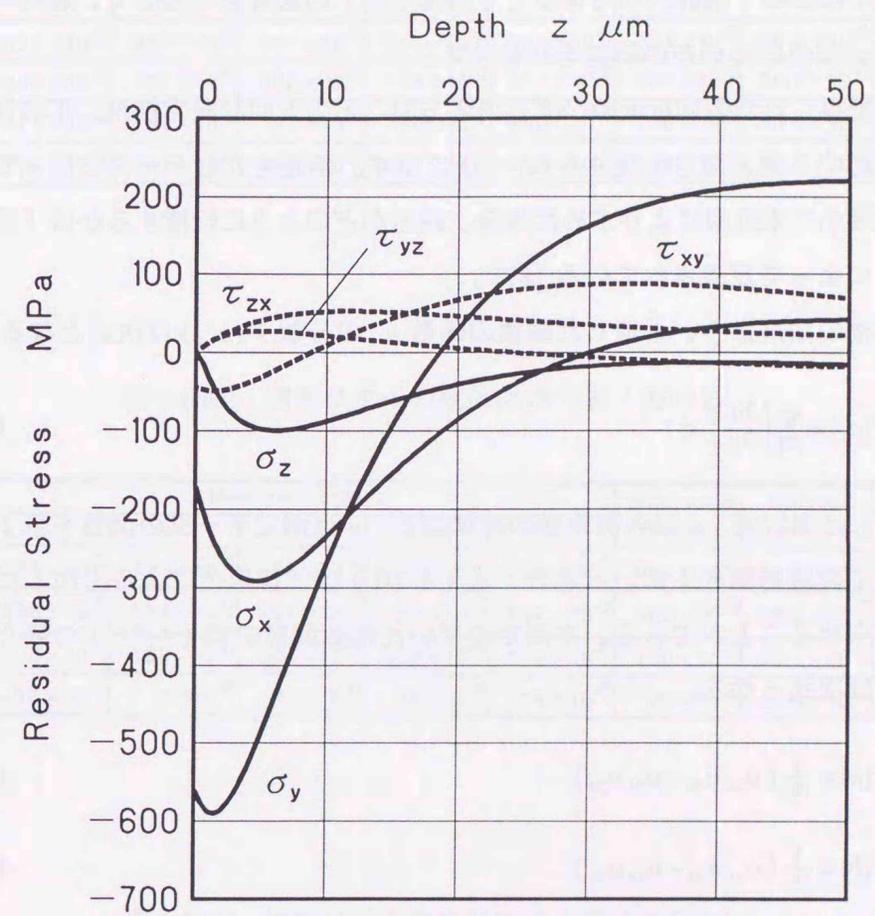


図4-12 研削加工されたS50Cの三次元残留応力分布

(3) 測定誤差

格子ひずみの測定精度に影響を及ぼす要因のひとつは、ピークエネルギーの統計的ゆらぎである。また、測定値からひずみ分布を近似する際にも誤差が伝播する。そこで、本項ではこの「統計的ゆらぎ」と「誤差伝播」の影響を考慮して、最終的に得られた三次元残留応力分布の誤差を評価する。

本測定で得られた各回折面のひずみの各方向ごとの5回の測定結果、平均値と標準偏差、対応する侵入深さを表4-6(a)~(f)に示す。誤差を含むデータを使って、ひずみ分布を最小二乗近似により求めた場合、誤差がどのように伝播するかは「誤差伝播の法則」によって定義されている[87]。

誤差伝播の法則より、近似した関数の係数 a_j の分散 $s^2(a_j)$ は次式となる。

$$s^2(a_j) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial a_j}{\partial y_i} \right)^2 s_i^2 \quad (4-70)$$

ここで、 y_i は測定値、 s_i は各測定値の標準偏差、 n は測定データの個数を示す。近似関数として非線形関数を用いる場合、式(4-70)は「線形化による方法」によって近似的に求めることができる。本測定で用いた指数関数の式(4-58)の場合、各係数の分散は次式となる。

$$s^2(a) = \frac{1}{\alpha_0} (\alpha_{22} \alpha_{33} - \alpha_{23} \alpha_{32}) \quad (4-71)$$

$$s^2(b) = \frac{1}{\alpha_0} (\alpha_{11} \alpha_{33} - \alpha_{13} \alpha_{31}) \quad (4-72)$$

$$s^2(c) = \frac{1}{\alpha_0} (\alpha_{11} \alpha_{22} - \alpha_{12} \alpha_{21}) \quad (4-73)$$

上式において

$$\alpha_0 = \alpha_{11} \alpha_{22} \alpha_{33} + \alpha_{21} \alpha_{32} \alpha_{13} + \alpha_{31} \alpha_{23} \alpha_{12} - \alpha_{13} \alpha_{22} \alpha_{31} - \alpha_{23} \alpha_{32} \alpha_{11} - \alpha_{33} \alpha_{21} \alpha_{12} \quad (4-74)$$

$$\alpha_{11} = \sum_{i=1}^n \frac{1}{s_i^2} \quad (4-75)$$

$$\alpha_{12} = \sum_{i=1}^n \frac{1}{s_i^2} \exp(-\zeta z_i) \quad (4-76)$$

表4-6(a) 測定ひずみの統計的ゆらぎ [方向1]

(hkl)	Measured strain ϵ					Mean value of strain	Standard deviation	Depth z μm
	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5			
(110)	835×10^{-6}	680×10^{-6}	811×10^{-6}	641×10^{-6}	687×10^{-6}	731×10^{-6}	86.4×10^{-6}	2.7
(211)	206×10^{-6}	123×10^{-6}	148×10^{-6}	154×10^{-6}	211×10^{-6}	168×10^{-6}	38.4×10^{-6}	9.8
(220)	171×10^{-6}	139×10^{-6}	21×10^{-6}	129×10^{-6}	242×10^{-6}	140×10^{-6}	80.0×10^{-6}	13.0
(321)	-1.15×10^{-6}	-1.47×10^{-6}	-1.30×10^{-6}	-1.14×10^{-6}	-1.82×10^{-6}	-1.38×10^{-6}	28.2×10^{-6}	20.8

表4-6(b) 測定ひずみの統計的ゆらぎ [方向2]

(hkl)	Measured strain ϵ					Mean value of strain	Standard deviation	Depth z μm
	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5			
(110)	661×10^{-6}	721×10^{-6}	585×10^{-6}	769×10^{-6}	675×10^{-6}	682×10^{-6}	68.9×10^{-6}	2.5
(211)	398×10^{-6}	334×10^{-6}	251×10^{-6}	262×10^{-6}	267×10^{-6}	302×10^{-6}	62.6×10^{-6}	9.8
(220)	8×10^{-6}	158×10^{-6}	204×10^{-6}	260×10^{-6}	119×10^{-6}	150×10^{-6}	95.1×10^{-6}	13.3
(321)	-3.8×10^{-6}	3×10^{-6}	86×10^{-6}	36×10^{-6}	14×10^{-6}	20×10^{-6}	45.6×10^{-6}	22.4

表4-6(c) 測定ひずみの統計的ゆらぎ [方向3]

(hkl)	Measured strain ϵ					Mean value of strain	Standard deviation	Depth z μm
	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5			
(110)	525×10^{-6}	285×10^{-6}	387×10^{-6}	346×10^{-6}	266×10^{-6}	362×10^{-6}	103×10^{-6}	2.3
(211)	-4.0×10^{-6}	149×10^{-6}	361×10^{-6}	291×10^{-6}	198×10^{-6}	192×10^{-6}	153×10^{-6}	7.3
(220)	71×10^{-6}	-482×10^{-6}	-416×10^{-6}	-406×10^{-6}	-486×10^{-6}	-344×10^{-6}	235×10^{-6}	9.3
(321)	-1.69×10^{-6}	-2.02×10^{-6}	-2.73×10^{-6}	-2.56×10^{-6}	-2.46×10^{-6}	-2.29×10^{-6}	42.7×10^{-6}	13.8

表4-6 (d) 測定ひずみの統計的ゆらぎ [方向4]

(hkl)	Measured strain ϵ					Mean value of strain	Standard deviation	Depth z μm
	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5			
(110)	486×10^{-6}	212×10^{-6}	420×10^{-6}	331×10^{-6}	266×10^{-6}	343×10^{-6}	111×10^{-6}	2.6
(211)	100×10^{-6}	292×10^{-6}	48×10^{-6}	63×10^{-6}	209×10^{-6}	142×10^{-6}	105×10^{-6}	10.5
(220)	179×10^{-6}	41×10^{-6}	-119×10^{-6}	-115×10^{-6}	-23×10^{-6}	-7×10^{-6}	124×10^{-6}	14.5
(321)	-152×10^{-6}	-24×10^{-6}	-104×10^{-6}	11×10^{-6}	-39×10^{-6}	-62×10^{-6}	65.5×10^{-6}	25.5

表4-6 (e) 測定ひずみの統計的ゆらぎ [方向5]

(hkl)	Measured strain ϵ					Mean value of strain	Standard deviation	Depth z μm
	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5			
(110)	142×10^{-6}	76×10^{-6}	254×10^{-6}	108×10^{-6}	134×10^{-6}	143×10^{-6}	67.3×10^{-6}	1.8
(211)	-97×10^{-6}	-133×10^{-6}	-17×10^{-6}	-176×10^{-6}	37×10^{-6}	-77×10^{-6}	86.5×10^{-6}	4.6
(220)	212×10^{-6}	63×10^{-6}	111×10^{-6}	71×10^{-6}	30×10^{-6}	97×10^{-6}	70.3×10^{-6}	5.5
(321)	-40×10^{-6}	-162×10^{-6}	-29×10^{-6}	-60×10^{-6}	-134×10^{-6}	-85×10^{-6}	59.4×10^{-6}	7.4

表4-6 (f) 測定ひずみの統計的ゆらぎ [方向6]

(hkl)	Measured strain ϵ					Mean value of strain	Standard deviation	Depth z μm
	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5			
(110)	548×10^{-6}	350×10^{-6}	467×10^{-6}	377×10^{-6}	354×10^{-6}	419×10^{-6}	86.2×10^{-6}	2.6
(211)	418×10^{-6}	439×10^{-6}	404×10^{-6}	442×10^{-6}	385×10^{-6}	418×10^{-6}	24.0×10^{-6}	11.1
(220)	-74×10^{-6}	76×10^{-6}	97×10^{-6}	-11×10^{-6}	108×10^{-6}	39×10^{-6}	78.7×10^{-6}	15.7
(321)	-59×10^{-6}	154×10^{-6}	14×10^{-6}	14×10^{-6}	71×10^{-6}	39×10^{-6}	79.2×10^{-6}	28.9

$$\alpha_{13} = \sum_{i=1}^n \frac{b}{s_i^2} z_i \exp(-\zeta z_i) \quad (4-77)$$

$$\alpha_{21} = \alpha_{12} \quad (4-78)$$

$$\alpha_{22} = \sum_{i=1}^n \frac{1}{s_i^2} \exp(-2\zeta z_i) \quad (4-79)$$

$$\alpha_{23} = \sum_{i=1}^n \frac{b}{s_i^2} z_i \exp(-2\zeta z_i) \quad (4-80)$$

$$\alpha_{31} = \alpha_{13} \quad (4-81)$$

$$\alpha_{32} = \alpha_{23} \quad (4-82)$$

$$\alpha_{33} = \sum_{i=1}^n \frac{b^2}{s_i^2} z_i^2 \exp(-2\zeta z_i) \quad (4-83)$$

ここで、本測定で得られた各回折面のひずみから、シンプレックス法を用いて得られた各方向のひずみの深さ分布を次式に示す。深さ z は μm 単位である。

$$\epsilon_1 = [-424.8 + 1366 \exp(-0.07444 z)] \times 10^{-6} \quad (4-84)$$

$$\epsilon_2 = [-301.9 + 1059 \exp(-0.05664 z)] \times 10^{-6} \quad (4-85)$$

$$\epsilon_3 = [-427.7 + 1185 \exp(-0.1471 z)] \times 10^{-6} \quad (4-86)$$

$$\epsilon_4 = [-318.5 + 674.9 \exp(-0.04116 z)] \times 10^{-6} \quad (4-87)$$

$$\epsilon_5 = [-66.3 + 422.5 \exp(-0.3952 z)] \times 10^{-6} \quad (4-88)$$

$$\epsilon_6 = [-370.4 + 881.3 \exp(-0.02897 z)] \times 10^{-6} \quad (4-89)$$

表4-6 (a)~(f) に示した各測定ひずみの標準偏差およびその対応深さ、シンプレックス法によって求めた各測定方向のひずみ分布式 (4-84)~(4-89) の係数 ξ 、 η 、 ζ を式 (4-71)~(4-83) に代入し、各方向のひずみ分布近似式の各係数の標準偏差を求めると以下ようになる。

$$\text{方向1} : s(\xi) = 213 \times 10^{-6}, s(\eta) = 143 \times 10^{-6}, s(\zeta) = 0.0304$$

$$\text{方向2} : s(\xi) = 417 \times 10^{-6}, s(\eta) = 343 \times 10^{-6}, s(\zeta) = 0.0456$$

方向3 : $s(\xi) = 368 \times 10^{-6}$ 、 $s(\eta) = 192 \times 10^{-6}$ 、 $s(\zeta) = 0.163$

方向4 : $s(\xi) = 915 \times 10^{-6}$ 、 $s(\eta) = 798 \times 10^{-6}$ 、 $s(\zeta) = 0.102$

方向5 : $s(\xi) = 176 \times 10^{-6}$ 、 $s(\eta) = 414 \times 10^{-6}$ 、 $s(\zeta) = 0.901$

方向6 : $s(\xi) = 942 \times 10^{-6}$ 、 $s(\eta) = 850 \times 10^{-6}$ 、 $s(\zeta) = 0.0481$

したがって、各方向のひずみの深さ分布式は標準偏差を考慮すると次式となる。

$$\varepsilon_1 = [-(424.8 \pm 213) + (1366 \pm 143) \exp\{- (0.07444 \pm 0.0304)z\}] \times 10^{-6} \quad (4-90)$$

$$\varepsilon_2 = [-(301.9 \pm 417) + (1059 \pm 343) \exp\{- (0.05664 \pm 0.0456)z\}] \times 10^{-6} \quad (4-91)$$

$$\varepsilon_3 = [-(427.7 \pm 368) + (1185 \pm 192) \exp\{- (0.1471 \pm 0.163)z\}] \times 10^{-6} \quad (4-92)$$

$$\varepsilon_4 = [-(318.5 \pm 915) + (674.9 \pm 798) \exp\{- (0.04116 \pm 0.102)z\}] \times 10^{-6} \quad (4-93)$$

$$\varepsilon_5 = [-(66.3 \pm 176) + (422.5 \pm 414) \exp\{- (0.3952 \pm 0.901)z\}] \times 10^{-6} \quad (4-94)$$

$$\varepsilon_6 = [-(370.4 \pm 942) + (881.3 \pm 850) \exp\{- (0.02897 \pm 0.0481)z\}] \times 10^{-6} \quad (4-95)$$

式(4-90)~(4-95)を式(4-51)~(4-56)に代入することにより、誤差を考慮した残留応力の三次元応力分布が得られる。

例として、表面における σ_x 、 σ_y 、 τ_{xy} の誤差を計算すると以下ようになる。

$$\Delta \sigma_x = \pm 44 \text{ MPa} \quad (4-96)$$

$$\Delta \sigma_y = \pm 137 \text{ MPa} \quad (4-97)$$

$$\Delta \tau_{xy} = \pm 18 \text{ MPa} \quad (4-98)$$

精度を上げるためには、ピークエネルギーのゆらぎを如何に小さくできるか、ということになる。測定機器個々の精度を上げるだけでなく、測定システム全体としての確度向上がなされなければならないと考える。

4.4 結言

白色X線による三次元残留応力の深さ分布測定法を提案した。実際に研削加工を施したS50C鋼の残留応力分布の測定を行い、本法の実用性を検証した。その結果、以下のことが得られた。

(1) 均質等方弾性体の仮定の下で、方向余弦の異なる6方向のひずみの深さ分布から三次元応力の6個の応力成分の深さ分布を求める方法を開発した。

(2) 三次元応力分布を求める際に、試料表面ではz方向応力成分が零となる境界条件を考慮した。

(3) ごく表層に急なひずみこう配をもつ材料の場合、ひずみ分布の近似式として指数関数の方が一次関数よりも、より正確なひずみ分布が得られた。

(4) 削加工されたS50C鋼の表層に分布する三次元残留応力の3つの垂直応力は各方向とも圧縮応力を示した。表面では、研削方向が171MPa、研削方向に直角な方向が562MPaの圧縮残留応力であった。また、表面近傍に急激な応力こう配が確認された。

(5) 3つの垂直応力の最大値は、いずれも表面から深さ数 μm の位置に生じた。研削方向は深さ $5\mu\text{m}$ で291MPa、研削方向に直角な方向は深さ $1\mu\text{m}$ で588MPa、試料表面に垂直な方向では深さ $6\mu\text{m}$ で100MPaの圧縮残留応力を示した。

(6) 研削加工などを施された材料の表層に分布する三次元残留応力の測定に対し、本法は十分実用性がある。

第5章 エネルギー分散法を利用したコーティング界面近傍の残留応力測定

5.1 緒言

耐摩耗性、耐腐食性や耐熱性などに優れた特性を有するセラミックスを金属材料の表面にコーティングし、機械材料や生体材料としての性能向上を図る試みが数多く行われている。それに伴い、コーティング材料の信頼性や安全性に対する要求が高まっている。特に製造時や使用中におけるコーティング層のはく離または割れが大きな問題となる。それらの原因の1つとして、基材とセラミックスの熱膨張係数の差やコーティング時のピーニング効果に起因した残留応力の存在が考えられている。コーティング材料の残留応力評価に関しては、特性X線を用いた研究 [89]~[100] や固有ひずみを利用した研究 [101] がある。コーティング層を逐次薄層除去して特性X線により残留応力を測定した報告 [97][98] によると、コーティング界面近傍に深さ方向の急な応力こう配が確認されている。一方、コーティング処理により、コーティング層だけではなく基材の接合界面近傍に分布する残留応力が、コーティング材料の疲労強度に大きな影響を及ぼすことが指摘されている [97]。しかしながら、両者に分布する残留応力、特にコーティング界面の残留応力を非破壊的に測定した報告はまだないようである。

本章では、コーティング界面近傍に分布する残留応力のエネルギー分散法を利用した測定法を提案する。実際に測定を行いコーティング界面近傍に分布する残留応力の非破壊評価法としての本法の可能性を検討した。測定対象として、生体適合性（親和性、不活性、無毒性など）からバイオマテリアルとしても注目されている窒化チタン TiN を PVD 法でコーティングしたオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 を使用した。なお、本法による測定に先立ち、白色X線を用いた $\sin^2\psi$ による測定を行い、深さ方向応力こう配の存在の有無を確認した。

5.2 測定理論

5.2.1 X線の吸収を考慮した平均のひずみ

コーティング試料表面に図 5-1 に示す直角座標系を設定する。試料に対し、白色X線を側傾法（Bragg角 θ 、傾斜角 ψ ）で入射する。強度 I_0 のX線は、コーティング層、基材内部に指数関数的に減衰しながら侵入し、Bragg の条件を満たす格子面の存在する深さ z で回折して表面にもどる。コーティング層内部で回折するX線の強度 I_R は、エネルギーを E_{hkl} 、線吸収係数を $\mu(E_{hkl})$ 、反射係数を κ とすると式 (5-1) のように表される。

$$I_R(E_{hkl}, z) = \kappa I_0 \exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})z}{\sin\theta \cos\psi}\right] \quad (5-1)$$

また、基材内部で回折し表面にもどってくるX線の強度 I'_R は、エネルギーを E_{hkl} 、

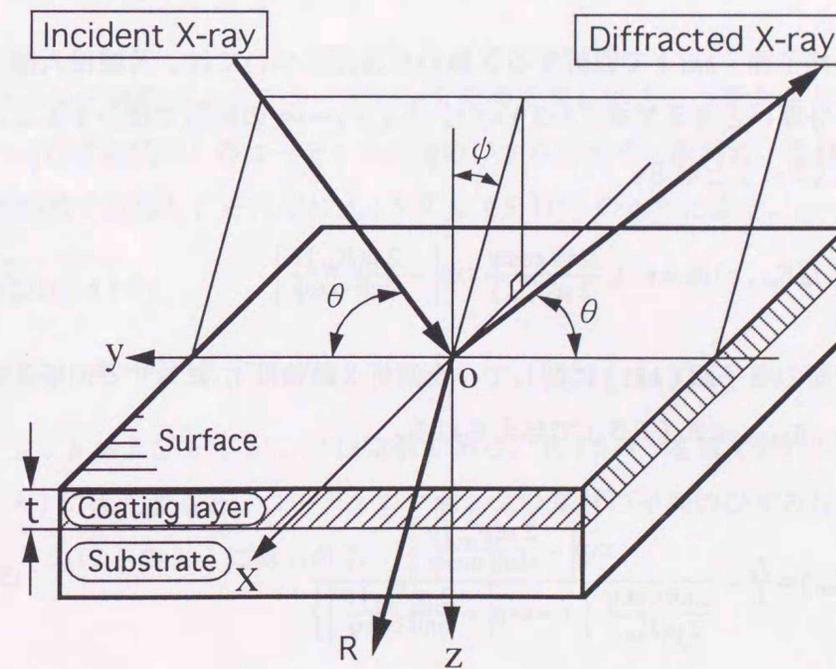


図 5-1 試料に設定した座標系と白色X線の入射方向

線吸収係数を $\mu'(E)$ 、反射係数を κ' 、コーティング層の厚さを t とすると式 (5-2) のように表される。

$$I_R'(E_{hkl}, z) = \kappa' I_0 \exp\left\{-\frac{2[\mu(E_{hkl})t + \mu'(E_{hkl})(z-t)]}{\sin\theta \cos\psi}\right\} \quad (5-2)$$

白色 X 線を用いる場合、試料内部のひずみこう配によって、ある格子面 (hkl) で回折する X 線に関する線吸収係数は厳密には変化する。しかしながら、一般に用いられる材料において、その変化は微小である。そこで本法では、線吸収係数を各格子面 (hkl) について一定とみなし、ひずみのない試料 (以下、無ひずみ試料) で回折する X 線のエネルギー E_{hkl} を使って計算する。基材とコーティング層の線吸収係数は、第 1 章に示した Victreen の実験式 (1-12) を使って求める。

コーティング層の格子面 (hkl) で回折する X 線の全強度は、式 (5-1) の I_R をコーティング層の厚さ t 全体にわたって積分することにより得られ、式 (5-3) で示される。

$$I_t = \int_0^t I_R(E_{hkl}, z) dz = \kappa' I_0 \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \left\{1 - \exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})t}{\sin\theta \cos\psi}\right]\right\} \quad (5-3)$$

また、基材の格子面 (hkl) で回折する X 線の全強度については、X 線侵入深さに対して基材は十分厚いと考えて式 (5-2) の I_R' を $z = t \sim \infty$ の範囲で積分することにより得られ、式 (5-4) となる。

$$I_\infty = \int_t^\infty I_R'(E_{hkl}, z) dz = \kappa' I_0 \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu'(E_{hkl})} \exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})t}{\sin\theta \cos\psi}\right] \quad (5-4)$$

コーティング層の格子面 (hkl) に関して、全回折 X 線強度 I_t に対する回折 X 線強度 I_R' の割合 $f(z, E_{hkl})$ は式 (5-5) で与えられる。

$$f(z, E_{hkl}) = \frac{I_R'}{I_t} = \frac{\exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})z}{\sin\theta \cos\psi}\right]}{\frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \left\{1 - \exp\left[-\frac{2\mu(E_{hkl})t}{\sin\theta \cos\psi}\right]\right\}} \quad (5-5)$$

同様に、基材の格子面 (hkl) に関して、全回折 X 線強度 I_∞ に対する回折 X 線強度

I_R' の割合 $f'(z, E_{hkl})$ は式 (5-6) で与えられる。

$$f'(z, E_{hkl}) = \frac{I_R'}{I_\infty} = \frac{2\mu'(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} \exp\left[-\frac{2\mu'(E_{hkl})(z-t)}{\sin\theta \cos\psi}\right] \quad (5-6)$$

したがって、コーティング層において、試料面法線から ϕ 傾いた方向の深さ z における格子面 (hkl) のひずみを $\varepsilon_{hkl}^\psi(z)$ とすると、X 線の吸収を考慮した格子面 (hkl) の重みつき平均のひずみ $\bar{\varepsilon}_{hkl}^\psi$ は式 (5-7) で表される。

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^\psi = \int_0^t f(z, E_{hkl}) \varepsilon_{hkl}^\psi(z) dz \quad (5-7)$$

同様に、基材における格子面 (hkl) の重みつき平均のひずみ $\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\psi'}$ は式 (5-8) で表される。

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\psi'} = \int_t^\infty f'(z, E_{hkl}) \varepsilon_{hkl}^{\psi'}(z) dz \quad (5-8)$$

5.2.2 ひずみ分布

コーティング処理によってコーティング界面近傍に応力こう配が生じている試料 (以下、有ひずみ試料) のコーティング層のひずみ分布を一次関数、基材のひずみ分布を指数関数で近似し、それぞれ式 (5-9)、(5-10) のように表す。

$$\varepsilon_{hkl}^\psi(z) = a + bz \quad (5-9)$$

$$\varepsilon_{hkl}^{\psi'}(z) = a' + b' \exp[-c'(z-t)] \quad (5-10)$$

ここで、 a 、 b および a' 、 b' 、 c' は定数である。式 (5-9) を式 (5-7)、式 (5-10) を式 (5-8) に代入すると、コーティング層および基材の平均のひずみはそれぞれ式 (5-11)、(5-12) のように得られる。

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\psi} = a + b \left\{ \frac{t}{1 - \exp\left[\frac{2\mu(E_{hkl})t}{\sin\theta \cos\psi}\right]} + \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \right\} \quad (5-11)$$

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\psi} = a' + b' \frac{\frac{2\mu'(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi}}{\frac{2\mu'(E_{hkl})}{\sin\theta \cos\psi} + c'} \quad (5-12)$$

エネルギー分散法における平均のひずみ $\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\psi}$ は、有ひずみ、無ひずみ試料の格子面 (hkl) で回折する X 線のエネルギーをそれぞれ E_{hkl} 、 E_{hkl}^n とすると式 (5-13) で表される。

$$\bar{\varepsilon}_{hkl}^{\psi} = \frac{E_{hkl}^n - E_{hkl}}{E_{hkl}} \approx \frac{E_{hkl}^n - E_{hkl}}{E_{hkl}^n} \quad (5-13)$$

コーティング層と基材における平均のひずみに対応する侵入深さ \bar{z}_{hkl}^{ψ} は、式 (5-9) と式 (5-11)、式 (5-10) と式 (5-12) を等しくおくことにより、それぞれ式 (5-14)、(5-15) のように得られる。

$$\bar{z}_{hkl}^{\psi} = \frac{t}{1 - \exp\left[\frac{2\mu(E_{hkl})t}{\sin\theta \cos\psi}\right]} + \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu(E_{hkl})} \quad (5-14)$$

$$\bar{z}_{hkl}^{\psi} = \frac{1}{c'} \ln \left[1 + c' \frac{\sin\theta \cos\psi}{2\mu'(E_{hkl})} \right] + t \quad (5-15)$$

本法による測定では、同時に複数の格子面 (hkl) の平均のひずみとその侵入深さが求められる。したがって、代数的または最小二乗法を用いて式 (5-9) の定数 a 、 b および式 (5-10) の定数 a' 、 b' 、 c' を決めることができれば、コーティング層および基材のひずみの深さに沿った分布を決定することができる。

5.2.3 応力分布

コーティング層と基材の表層では、それぞれ図 5-2 に示す平面応力状態と仮定す

れば、X 軸に平行で試料法線に対し ϕ 傾いた方向のひずみ ε_{ϕ} は式 (5-16) となる。

$$\varepsilon_{\phi} = \frac{1+\nu}{E_M} \sigma_x \sin^2\psi + \varepsilon_z \quad (5-16)$$

ここで、 E_M は縦弾性係数、 ν はポアソン比である。式 (5-16) においてひずみを深さ z の関数とし、 σ_x について整理すれば式 (5-17) となる。

$$\sigma_x(z) = \frac{E_M}{1+\nu} \frac{\varepsilon_{\phi}(z) - \varepsilon_z(z)}{\sin^2\psi} \quad (5-17)$$

したがって、コーティング層と基材について、 $\phi = 0^\circ$ と $\phi \neq 0^\circ$ の 2 方向のひずみの深さに沿った分布を求めることによって、両者の X 方向応力の深さ分布が得られる。

5.2.4 回折 X 線のピークエネルギーの決定

白色 X 線による測定では、コーティング層と基材それぞれについて同時に、図 5-3 に示すように回折 X 線のエネルギーに対応したチャンネルごとのカウント (強度)

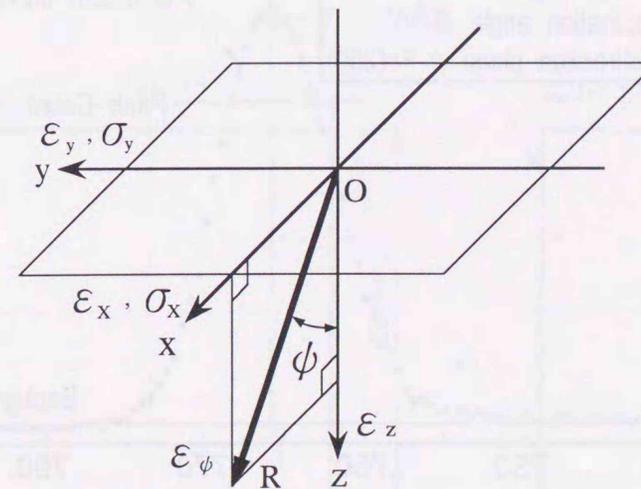


図 5-2 平面応力状態のひずみ、応力成分

分布が得られる。そこで図 5-3 に示すように、測定データからバックグラウンドを差し引き、最大カウントの 80%以上の領域を式 (5-18) に示すガウス曲線を使って近似し、その曲線の中心をピークチャンネルとする。

$$\text{Counts} = \exp(s \text{CN}^2 + t \text{CN} + u) \quad (5-18)$$

ここで、 CN はチャンネル番号、 s 、 t 、 u は定数である。

さらに、チャンネル番号を X 線のエネルギーに変換するエネルギー較正式 (5-19) を使って、回折 X 線のピークエネルギーを求める。

$$E = p + q \text{CN} \quad (5-19)$$

ここで、 p 、 q は定数である。エネルギー較正式はエネルギーが明らかな複数の試料を測定し、チャンネル番号とエネルギーの関係を一次式に最小二乗近似して定める。エネルギー較正式は、コーティング層および基材の両者に共通である。

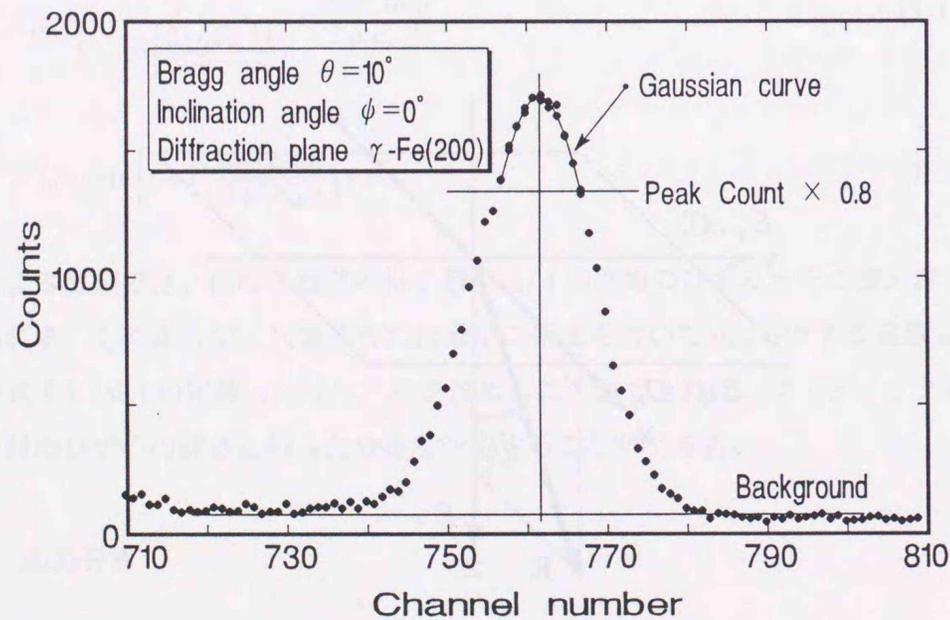


図 5-3 回折線プロファイルピークの決定

5.3 適用例 — TiN コーティングされた SUS316 の残留応力測定 —

5.3.1 実験

(1) 試料

コーティング用の基材には、生体材料としても用いられるオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 を使用した。試験片形状を図 5-4 に示す。平面研削盤を用いて表面粗さ $3 \sim 5 \mu\text{mRmax}$ に前加工し、さらに回転式のラップマシンを用いて湿式ラッピング加工 (ラッピングパウダー GC# 2000 平均粒径 $6.7 \mu\text{m}$ 、丸善ラッピングオイル LAP-500) を施し表面粗さ $0.46 \mu\text{mRmax}$ に仕上げた。

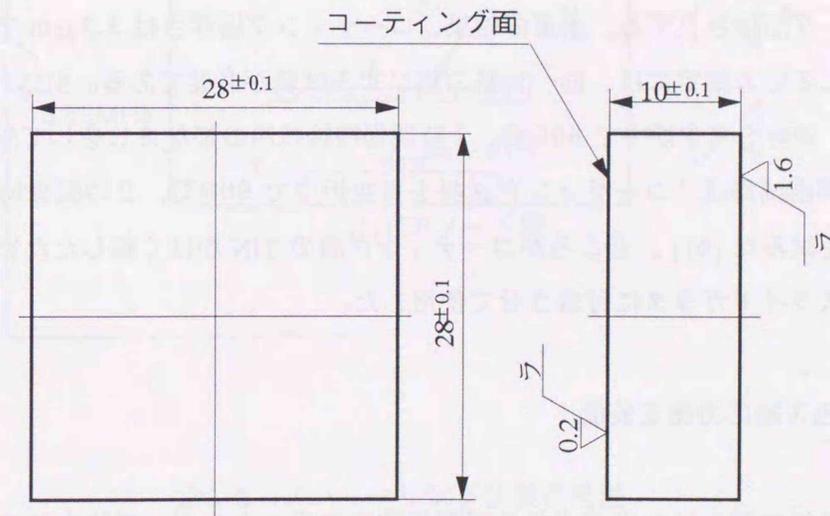


図 5-4 基材 (SUS316) の形状

この基材に、高周波マグネトロンスパッタ装置（日電アネルバ社製 SPF332H）を用いて、PVD法によりTiNをコーティングした。これを有ひずみ試料とする。スパッタリングは、チタンTiをターゲットとし、放電ガスにアルゴンガスAr、反応性ガスに窒素ガスN₂を用いた反応性スパッタ蒸着法（マグネatron式）で行った。スパッタリング装置の概略図を図5-5、スパッタリング条件を表5-1に示す。まず、チャンバー内の圧力が1×10⁻⁵Pa以下になるまで排気を行った後、N₂を4.2×10⁻³Paまで導入し、次にArを6.0×10⁻²Paまで導入する。排気系のバルブを閉じ、Ar+N₂の圧力を4Paにする。進行波電力250W及び反射波電力30Wで放電を起こす。シャッターを閉じたまま約15分プリスパッタを行う。これは、前回のスパッタリングの後にチャンバーをリークした時、ターゲット表面が酸化や吸着などによって汚染されているので、ターゲット表面の汚染物質を飛ばし浄化するために行う。プリスパッタの後シャッターを開け、所定の時間放電を行いスパッタリングする。スパッタリング終了後、試料をチャンバー内で十分冷却し、その後チャンバーをリークし試料を取り出す。

コーティング層の厚さの測定には表面うねり測定を応用した触針法を用いた。まず、スパッタリングの際に、コーティング用基材の隣にマスクをしたスライドガラスを置く。コーティング後マスクをはずし、触針式粗さ測定器（小坂研究所製サーフコーダSE-3C）を用いてスライドガラス上のTiN蒸着部と未蒸着部の段差を測定しコーティング層厚さとする。測定の結果、コーティング層厚さは3.3μmであった。

本法による応力測定には、同一材料の無ひずみ試料が必要である。SUS316無ひずみ試料は、基材を真空炉中で860℃、1時間保持後徐冷の焼なましをして作製した。TiN無ひずみ試料は、コーティング試料を真空炉中で900℃、2時間保持後徐冷による作製を試みた[91]。ところがコーティング層のTiNがはく離したため、それを粉末にしスライドガラスに付着させて使用した。

(2) 白色X線応力測定装置

白色X線の発生は北海道大学共同利用施設の高エネルギー超強力X線発生装置（リガク製RU-1000C2）、回折X線の検出は固体半導体検出器（SSD：Princeton

表5-1 スパッタリング条件

Target		Ti
Power	W	250
Total pressure (Ar + N ₂)	Pa	4.0
Nitrogen gas content	%	6.5

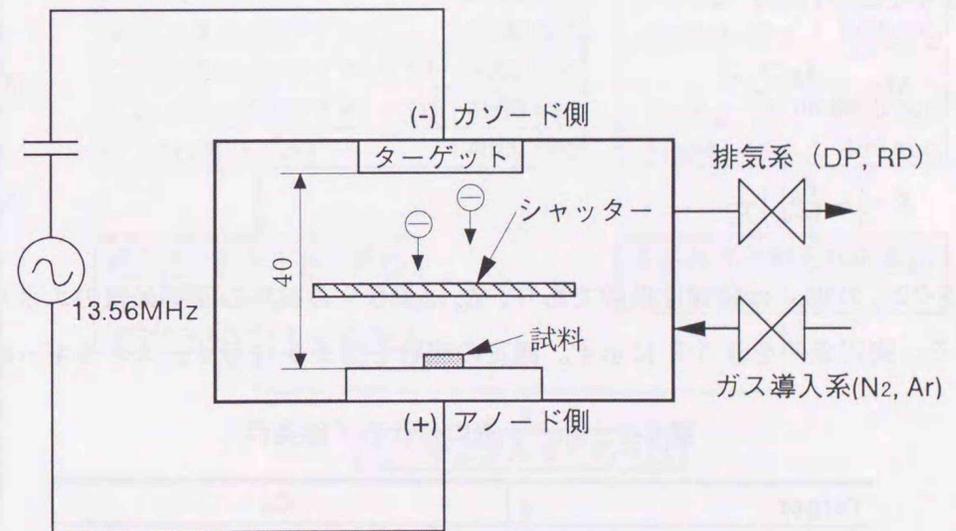


図5-5 スパッタリング装置概略図

Gamma Tech 社製 IGP110)、波高分析には多重波高分析器(MCA: Tracor Northern 社製 TN-1750)を使用した。なお、測定中の温度変化が測定値に及ぼす影響を小さくするため、装置全体を恒温室(室温 23℃)に設置してある。

(3) $\sin^2\psi$ 法による測定

本法による測定に先立ち、基材 SUS316 と TiN コーティング試料に深さ方向の応力こう配が存在するかどうか確認するため、各試料に対し $\sin^2\psi$ 法による測定を側傾法で行った。白色 X 線を用いる場合 Bragg角を一定として測定するので、回折 X 線のエネルギー E と $\sin^2\psi$ の関係が求められる。測定理論式として式(5-20)を用いる[52]。

$$\sigma_x = M \cdot K \tag{5-20}$$

ここで、 M は $E - \sin^2\psi$ 線図の傾き、 K は応力定数であり、それぞれ式(5-21)、(5-22)で表される。

$$M = \frac{\partial E}{\partial(\sin^2\psi)} \tag{5-21}$$

$$K = \left(-\frac{E_M}{1+\nu}\right) \frac{1}{E_n} \tag{5-22}$$

式(5-22)の E_M は縦弾性係数であり、 E_n は無ひずみ試料の回折 X 線のエネルギーである。測定条件を表 5-2 に示す。測定の流れを図 5-6 に示す。エネルギー較正式

表 5-2 $\sin^2\psi$ 法における X 線条件

Target	Cu	
Tube voltage	kV	100
Tube current	mA	140
Bragg angle θ	degree	10
Inclination angle ψ	degree	0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45
Measured specimen	SUS316	SUS316 coated with TiN
Fixed Time	second	2400 4800

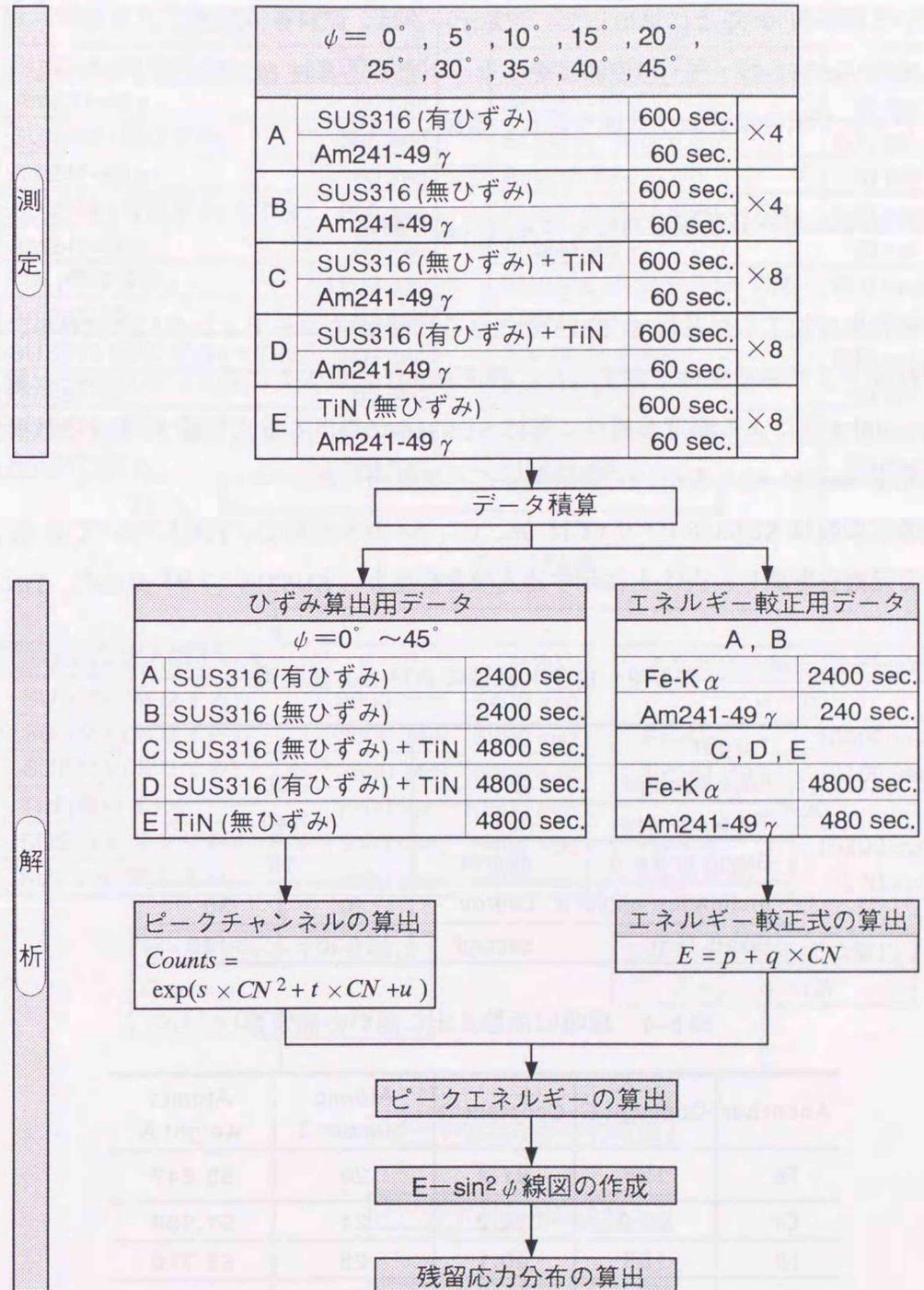


図 5-6 TiN コーティングした SUS316 の $\sin^2\psi$ 法による測定および解析の流れ

は、測定時に基材 SUS316 から出る蛍光 X 線 Fe-K α と放射性同位元素 Am241-49 γ を用いて傾斜角 ψ ごとに算出した。測定データは、試料を 600 秒、エネルギー較正のための Am241-49 γ を 60 秒測定を 1 セットとし、基材 SUS316 は 4 セット、TiN コーティング試料は 8 セット繰り返し、積算して求めた。

(4) エネルギー分散法を利用した方法による測定

表面仕上げ加工した基材 SUS316 と、さらに TiN をコーティングした試料を、それぞれ表 5-3 に示す条件で測定した。測定の流れを図 5-7 に示す。エネルギー較正式は、 $\sin^2\psi$ 法による測定と同様に基材 SUS316 から出る蛍光 X 線 Fe-K α と放射性同位元素 Am241-49 γ を用いて傾斜角 ψ ごとに算出した。

線吸収係数は SUS316 については Fe、Cr、Ni の 3 元素を、TiN については Ti と N の 2 元素を考慮し、表 5-4 に示す諸定数と密度 ρ (SUS316 : 7.93 g/cm³、TiN :

表 5-3 白色 X 線法における X 線条件

Target	Cu	
Tube voltage	kV	100
Tube current	mA	140
Bragg angle θ	degree	10
Inclination angle ψ	degree	0 30
Fixed Time	second	3600 5400

表 5-4 線吸収係数算出に用いた諸定数

Absorber	Constant C	Constant D	Atomic number Z	Atomic weight A
Fe	126	27.2	26	55.847
Cr	99.0	18.2	24	51.996
Ni	158	40.1	28	58.710
Ti	75.6	12.3	22	47.900
N	2.05	0.0317	7	14.007

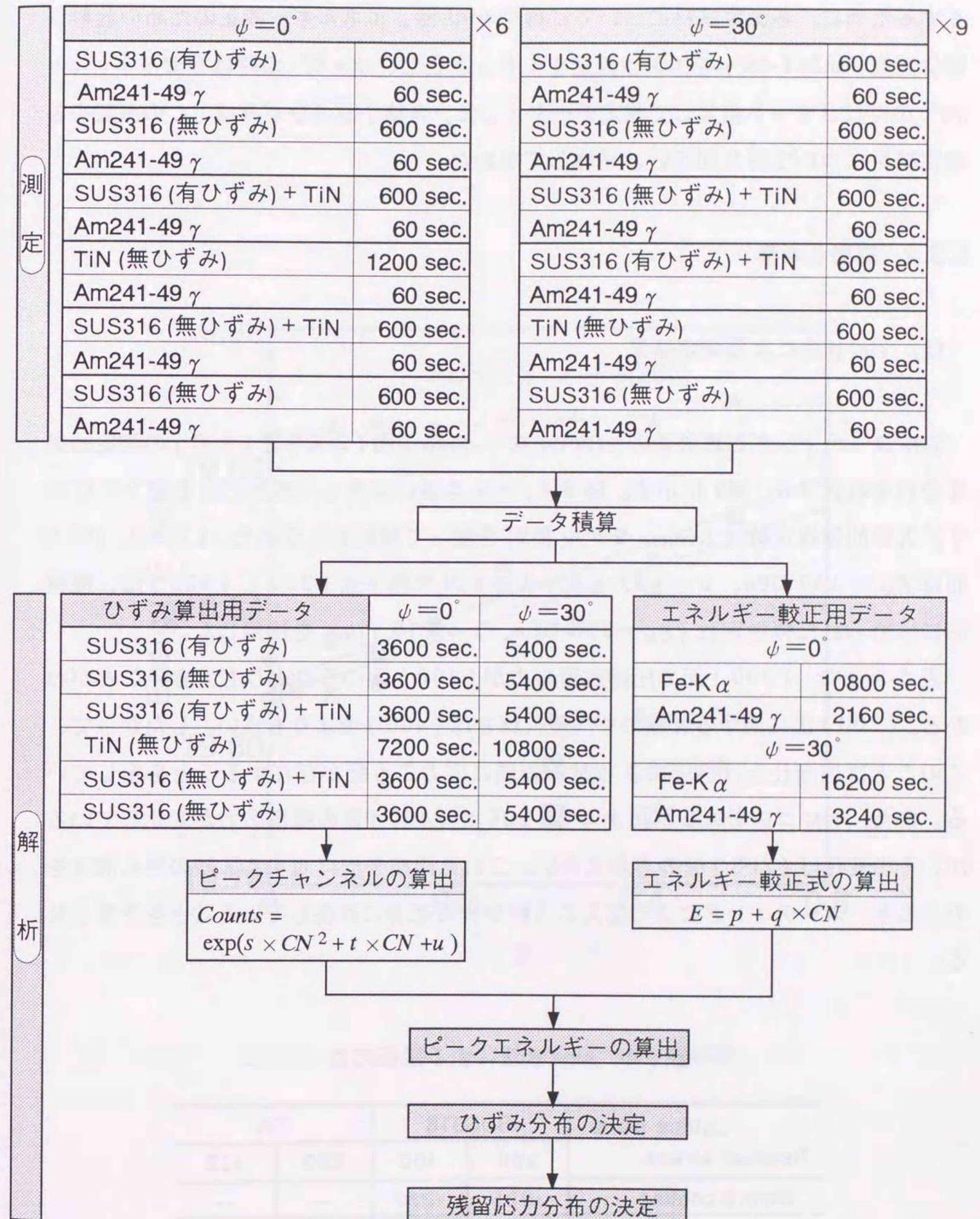


図 5-7 TiN コーティングした SUS316 の白色 X 線法による測定および解析の流れ

5.43 g/cm³) を用いて式 (1-12)、(1-13) より求めた。統計的ゆらぎの影響を小さくするために、各測定試料について試料を 600 秒、エネルギー較正のための放射性同位元素 Am241-49 γ を 60 秒測定を 1 セットとし、 $\phi = 0^\circ$ の時は 6 セット、 $\phi = 30^\circ$ の時は 9 セット積算して測定データとした。各格子面のひずみは、この測定を各測定試料について計 3 回行い、平均して求めた。

5.3.2 結果と考察

(1) $\sin^2 \phi$ 法による測定結果

TiN コーティング処理前後の SUS316 の γ -Fe 格子面 (200) と (400) の測定結果をそれぞれ図 5-8、5-9 に示す。図 5-8、5-9 を基に算出した残留応力を表 5-5 に示す。X 線の弾性定数は Kröner モデル [62] を使って理論的に求めた。(200)、(400) 面は $E_M = 167$ GPa、 $\nu = 0.33$ となった。TiN の格子面 (220)、(422) は、機械的に求められた弾性定数 ($E_M = 250$ GPa、 $\nu = 0.19$) [90] を使用した。

表 5-5 より、(200) 面の圧縮残留応力が (400) 面のそれよりも大きいことがわかる。(200) 面に対する X 線の平均侵入深さは (400) 面よりも浅い。したがって、このことは表面仕上げ加工により試料表層に応力こう配が存在することを示している。また、TiN コーティングによって (200)、(400) 面の残留応力が変化しているが、その変化は (200) 面の方が大きい。これも両格子面に対する X 線の侵入深さを考えると、コーティングによる応力こう配が界面近傍に存在していることを予想させる。

表 5-5 $\sin^2 \phi$ 法による残留応力

Lattice plane	SUS316		TiN	
	200	400	220	422
Residual stress				
Before coating	-625	-237	--	--
After coating	-577	-275	-913	842

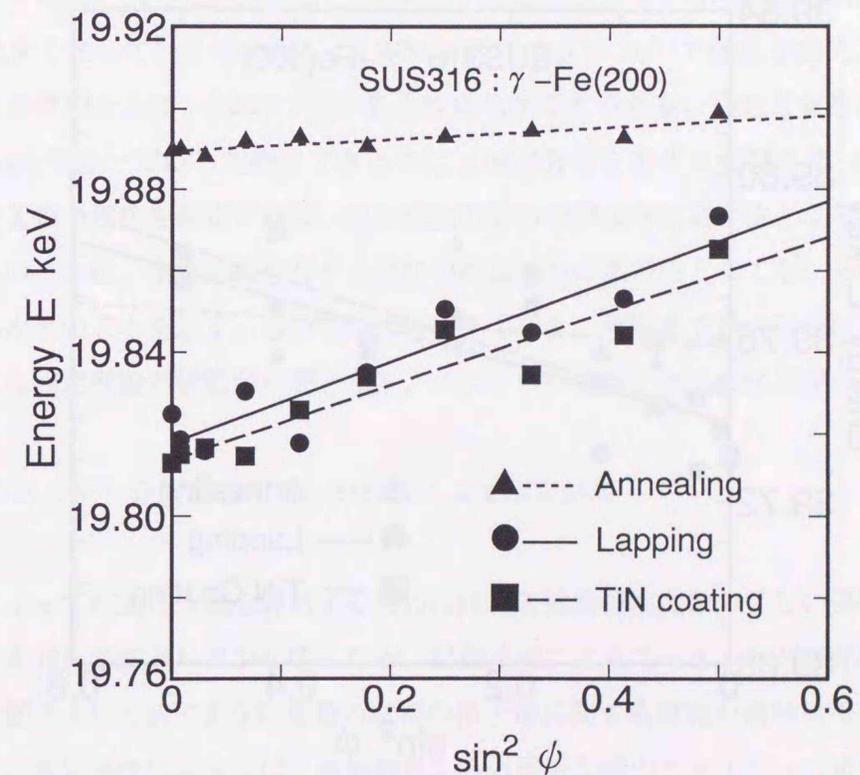


図 5-8 SUS316 : γ -Fe(200) の $\sin^2 \phi$ 線図

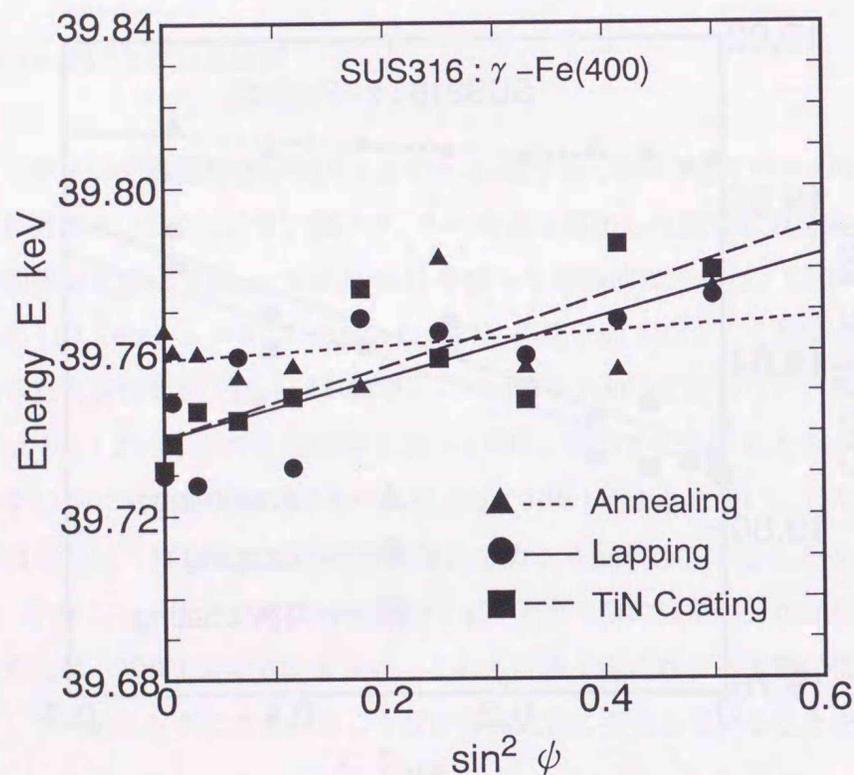


図 5-9 SUS316: γ -Fe(400) の $\sin^2 \phi$ 線図

TiN 粉末試料と TiN コーティング試料の TiN の (220) 面と (422) 面の測定結果をそれぞれ図 5-10、5-11 に示す。図 5-10、5-11 を基に算出した残留応力を表 5-5 に示す。(220) 面が圧縮応力になったのに対し、(422) 面では引張応力となった。したがって、コーティング層にも急な応力こう配の存在が推測される。

図 5-12 に、傾き角 ϕ によるコーティング層 TiN の各格子面における回折 X 線カウント数 (強度) の変化を示す。均質等方性材料で結晶粒の方位がランダムな試料の場合、傾き角 ϕ と X 線の検出効率の関係から、 $\phi = 0^\circ$ の時が最も回折 X 線の強度が大きくなる。図 5-12 をみると、(422) 面では $\phi = 0^\circ$ の時が最も回折 X 線の強度が大きくなっているのに対し、(220) 面では $\phi = 30^\circ$ で強度が最大となっている。この原因として、(220) 面の集合組織化が考えられる。白色 X 線を用いた場合、Bragg 角を一定にして測定できるので、測定方位を変化させ傾き角 ϕ を数点とり回折 X 線の強度を測定すれば、集合組織の分布の詳細な測定手法となる可能性がある。このことは、集合組織を有する材料の残留応力の測定法としても、その可能性がたいへん高いことを示す。しかしながら、その場合、均質等方性の仮定は成り立たず、新たな測定理論の構築が必要となる。これについては、今後の検討課題とする。

(2) エネルギー分散法を利用した方法による測定結果

本法によって応力こう配を評価するためには、X 線の弾性定数の等しい複数の格子面に関する回折 X 線データが必要となる。白色 X 線によるコーティング処理材料の測定では、図 5-13 に示すように複数の材料の格子面に関する情報が同時に得られる。そのため、測定条件によっては、異種材料からの回折 X 線のエネルギーに重なりが生じ、ピークエネルギーの算出に支障をきたすことがあるので、本実験では回折 X 線のピークエネルギーが重なっていない格子面を測定に選んだ。SUS316 の γ -Fe は、X 線の弾性定数がほぼ等しいとみなせる格子面 (200)、(400)、(420) を用いた。X 線の弾性定数は Kröner モデル [64] を使って理論的に求めた。(200)、(400) 面は $E_M = 167$ GPa、 $\nu = 0.33$ 、(420) 面は $E_M = 194$ GPa、 $\nu = 0.30$ となった。応力算出の際には、これらの平均値を用いた。TiN は格子面 (220)、(422) を用いた。TiN は機械的に求められた弾性定数 ($E_M = 250$ GPa、 $\nu = 0.19$) [90] を使用し

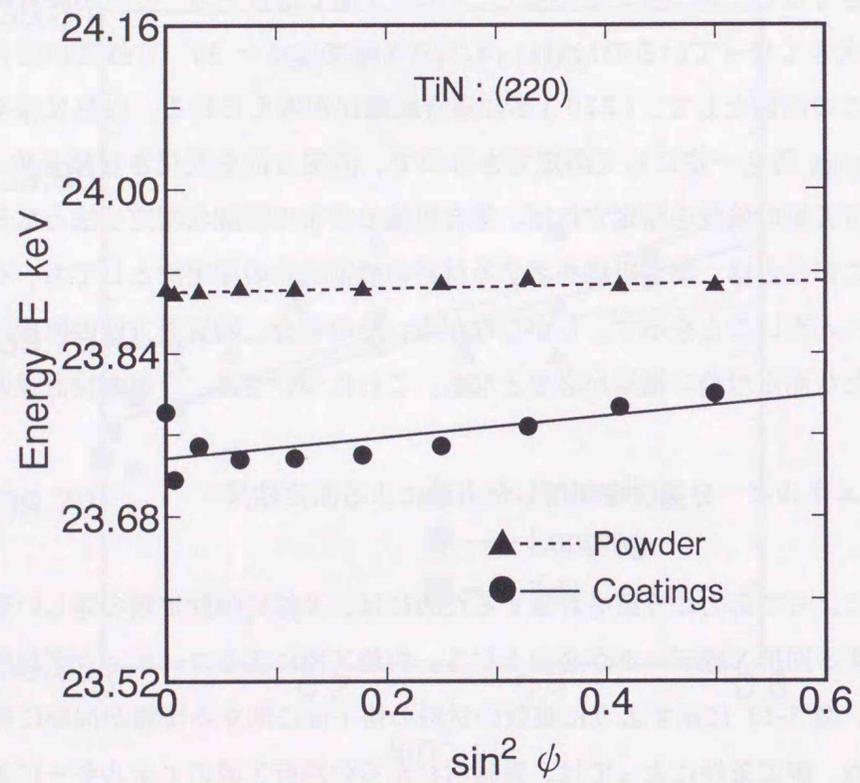


図 5-10 TiN(220) の sin²φ 線図

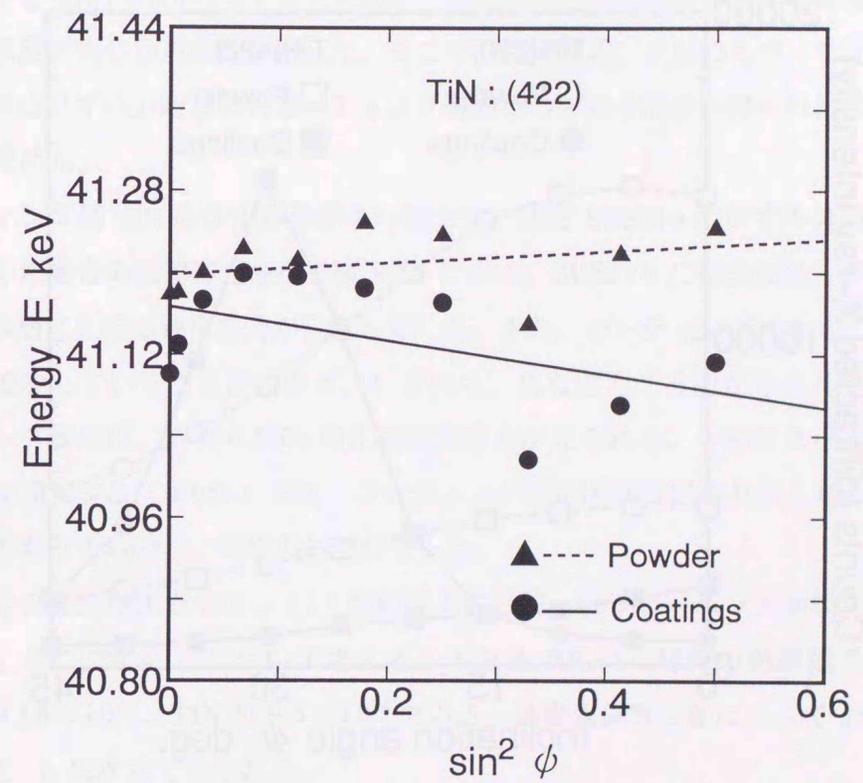


図 5-11 TiN(422) の sin²φ 線図

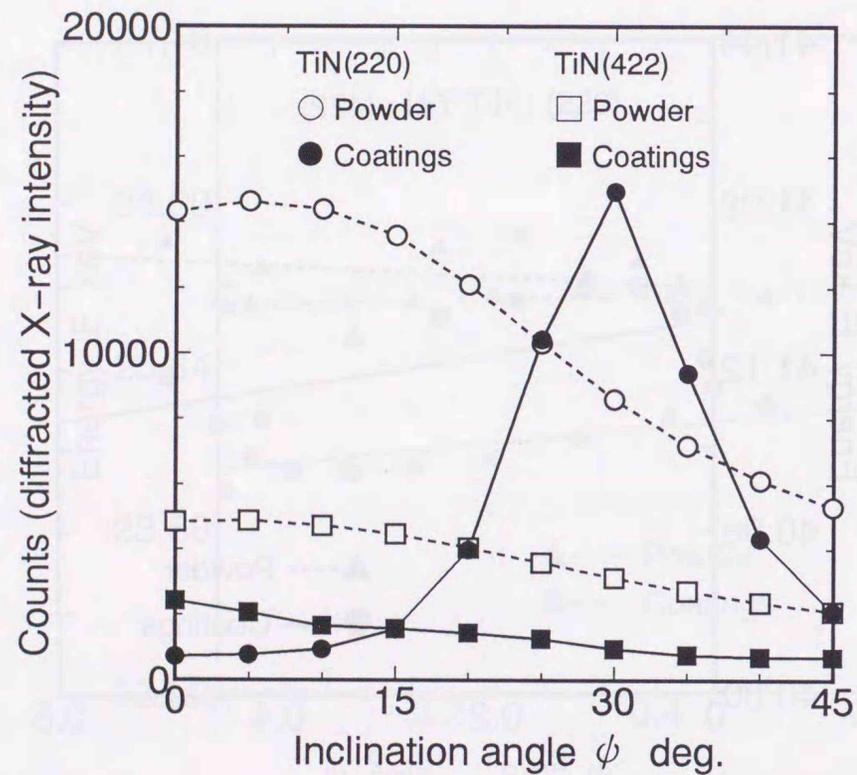


図 5-12 傾き角 φ による回折 X 線強度の変化

た。

図 5-14 に基材 SUS316 のコーティング前のひずみ分布を示す。コーティング後の基材 SUS316 とコーティング層の TiN に分布するひずみを図 5-15 に示す。図中の ● ▲ 印は、基材 SUS316 のひずみの深さ分布を指数関数近似した場合の各格子面の平均のひずみとそれに対応する侵入深さを表している。平均のひずみには測定値を用い、侵入深さを式 (5-14)、(5-15) で計算し図 5-14、5-15 にプロットしている。コーティング層の TiN については、解析に用いた 2 つの格子面に対する平均の侵入深さが両者とも約 1.6 μm と近すぎたため、一次関数近似した場合のひずみ分布の傾きに大きな誤差が生じる可能性があった。そこで、傾きを零、すなわちコーティング層内では一定のひずみ分布とし、コーティング層の 2 つの格子面から得られたひずみを平均して求めた。

コーティング層 TiN のひずみ分布を一定とし、基材 SUS316 のひずみ分布を指数関数近似した場合の残留応力分布を図 5-16 に示す。SUS316 には表面仕上げ加工によって、表層に圧縮の残留応力が存在している。また、コーティングによって圧縮残留応力が増加していることがわかる。いずれも、急な応力こう配が存在している。コーティング層には、約 790 MPa の圧縮残留応力が見られる。一般にスパッタリングなどの物理蒸着法 (PVD) では、コーティング層に圧縮残留応力が生じることが報告されており [90][91]、同様の結果となった。

残留応力の発生原因として、(i) 熱膨張係数の差、(ii) ピーニング効果が考えられている。ここで、(i) について考える。本実験で用いた材料の熱膨張係数は、SUS316 が 18×10^{-6} 、TiN が 9.5×10^{-6} である。熱膨張係数の差によって TiN に生じる熱応力 σ_T は次式で表される。

$$\sigma_T = \frac{E_{TiN}}{1 - \nu_{TiN}} (\alpha_{TiN} - \alpha_{SUS316}) \Delta T \quad (5-23)$$

ここで、 E_{TiN} は TiN の縦弾性係数、 ν_{TiN} は TiN のポアソン比、 α_{TiN} は TiN の熱膨張係数、 α_{SUS316} は SUS316 の熱膨張係数、 ΔT はスパッタリング前後の温度差である。スパッタリング後の温度降下が 200 °C 程度とすると、コーティング層には約 470 MPa の圧縮残留応力が発生することになるが、これは測定された値よりも小さい。

したがって、実際には、先に挙げたピーニング効果が大きく作用しているものと思われる。

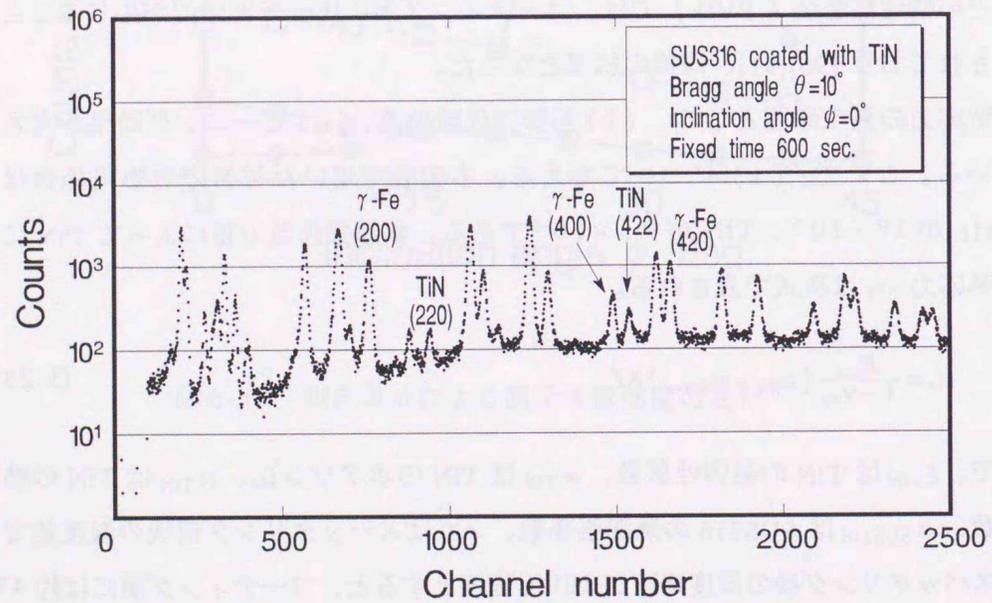


図5-13 TiNコーティングしたSUS316の回折X線のカウント分布

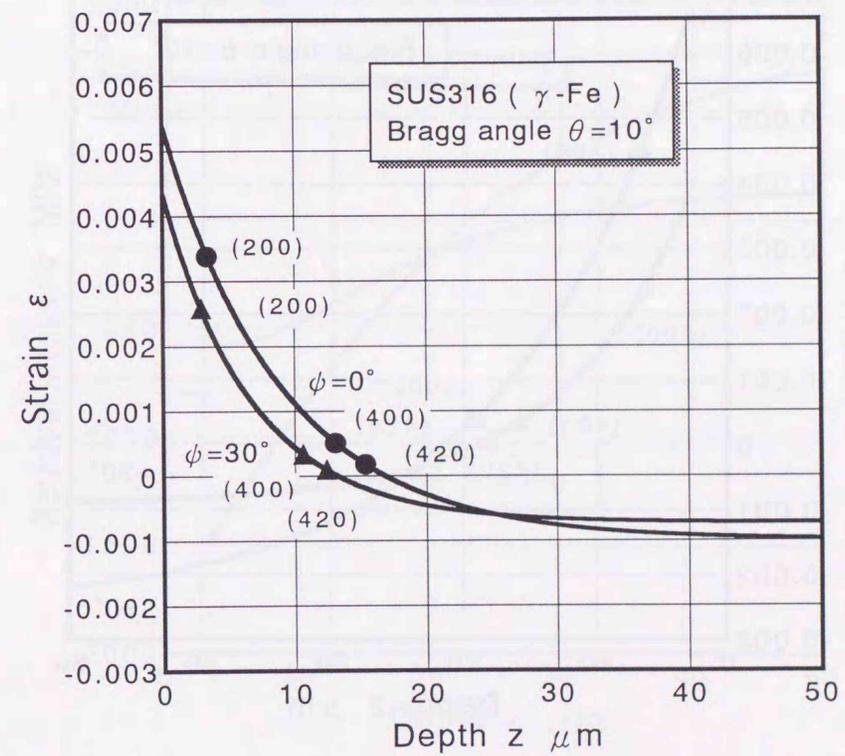


図5-14 基材SUS316の残留ひずみ分布

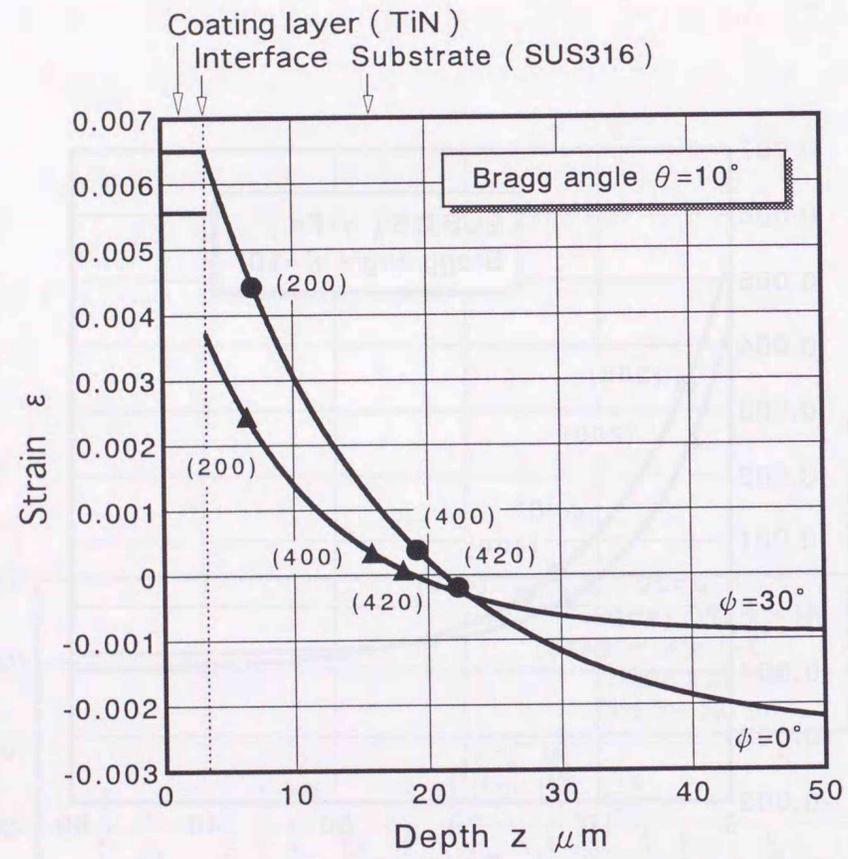


図5-15 TiNコーティング SUS316の残留ひずみ分布

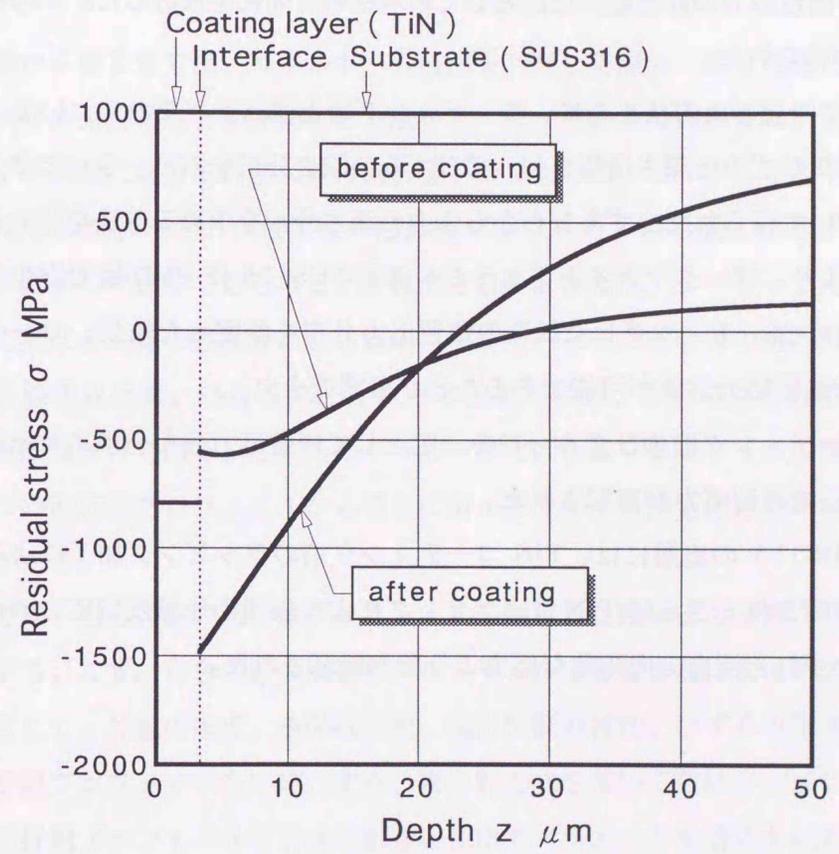


図5-16 TiNコーティング SUS316の残留応力分布

5.4 結言

本章では、コーティング界面近傍に分布する残留応力の白色X線法による測定法を提案した。実際に本法を用いて、コーティング試料の残留応力分布を測定した。そして、基材とコーティング層の両者に分布する残留応力を評価し、コーティング界面近傍に分布する残留応力の非破壊評価法としての本法の有効性を検討した。その結果、以下のことが得られた。

(1) 第3章で開発した方法を基に、コーティング層と基材それぞれについて、2面以上の格子面のひずみと深さ情報を使ってひずみの深さ分布を求め、さらに2方向の傾き角 ϕ について得られたひずみ分布から応力の深さ分布を求める方法を開発した。

(2) 本法により、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 に PVD 法で窒化チタン TiN を $3.3\ \mu\text{m}$ コーティングした試料の残留応力分布を測定した結果、コーティング界面近傍の残留応力評価が可能であることが確認できた。

(3) TiN コーティング層のひずみ分布を一定として残留応力分布を求めた結果、約 790 MPa の圧縮残留応力が確認された。

(4) 基材 SUS316 の表層には、TiN コーティング前のラッピング加工による圧縮残留応力が確認され、さらに TiN コーティングにより表層の圧縮残留応力の増加がみられた。いずれも深さ方向の急な応力こう配が確認された。

第6章 回折線プロファイルを利用した残留応力の深さ分布測定

6.1 緒言

第3章から第5章では、エネルギー分散法を利用して深さに沿って変化する残留応力や三次元応力分布などを評価する方法を述べた。それらの方法では、無ひずみ試料と有ひずみ試料における白色X線の回折線プロファイルのピークエネルギーの差からひずみを求めた。一方、白色X線の回折線プロファイルの形成にはさまざまなパラメータが関係しているであろうことが推測される。例えば、ターゲットに用いる金属によって異なるX線の強度分布、X線のエネルギーとその吸収体の組み合わせによって決まる線吸収係数、SSD や MCA などの装置の特性、さらに深さに沿って変化する格子面間隔などである。これらのパラメータと回折線プロファイルの関係がわかれば、1つの回折線プロファイルから深さに沿って変化する残留応力分布が求められる可能性がある。

本章では、白色X線の回折線プロファイルを利用した残留応力の深さ分布測定理論を提案する。まず、白色X線の回折線プロファイルに影響を及ぼすと考えられるパラメータとして、X線の強度、線吸収係数、検出装置の特性、ひずみの深さ分布を考慮し、回折線プロファイルを定式化する。得られた式を用いて数値シミュレーションを行い、回折線プロファイルの形状に影響を及ぼすパラメータを明らかにする。そのパラメータを使用して、複数の格子面の回折線プロファイルのピークから応力こう配と表面応力を評価するための測定理論を示す。

適用例として、(a) 円筒形の SK4 鋼板を平板に拘束した場合の残留応力の深さ分布の測定を行い、本法の実用性を検証する。

6.2 測定理論

6.2.1 ひずみ分布と白色X線回折深さの関係

格子面 (hkl) のひずみ ε_{hkl} が表面からの深さ z に対して直線的に変化する場合を考える [14]。このとき $\varepsilon_{hkl}(z)$ は式 (6-1) で表される。

$$\varepsilon_{hkl}(z) = Az + B \quad (6-1)$$

ここで、 A 、 B は定数である。また、焼なましなどによりひずみを除去された試料（以下、無ひずみ試料）の格子面間隔を d_{hkl}^0 、機械加工などにより残留ひずみが存在する試料（以下、有ひずみ試料）の格子面間隔の深さ分布を $d_{hkl}(z)$ とすると、ひずみ $\varepsilon_{hkl}(z)$ はさらに式 (6-2) で書ける。

$$\varepsilon_{hkl}(z) = \frac{d_{hkl}(z) - d_{hkl}^0}{d_{hkl}^0} \quad (6-2)$$

格子面間隔 d_{hkl} と深さ z の関係は式 (6-1)、(6-2) より次式となる。

$$d_{hkl}(z) = az + b \quad (6-3)$$

ここで、係数 a 、 b は式 (6-4) で表される。

$$a = A d_{hkl}^0, b = (B+1) d_{hkl}^0 \quad (6-4)$$

さて、一般に格子面間隔 d は、Bragg角 θ 、回折X線のエネルギー E 、Planck の定数 h 、光速度 c を使って次式のように表される。

$$d = \frac{hc}{2 \sin \theta E} \quad (6-5)$$

よって、Bragg角 θ が一定の場合、式 (6-3)、(6-4)、(6-5) よりエネルギー E のX線が回折する深さ z は、無ひずみ試料の面間隔 d_{hkl} で回折するX線のエネルギーを E_0 とすると次式で得られる。

$$z = \frac{1}{A} \left[\frac{E_0 - E}{E} - B \right] \quad (6-6)$$

6.2.2 白色X線の回折線プロファイル

白色X線を図 6-1 に示す Bragg角 θ 、傾き角 ϕ で試料に入射する。ひずみの分布する試料に白色X線を入射した場合の、回折線プロファイルの模式図を図 6-2 に示す。図 6-2 の [Stage 1] は試料における現象、[Stage 2] は SSD (半導体検出器) における現象、[Stage 3] は MCA (多重波高分析器) における現象をそれぞれ表す。さて、強度 I_0 、エネルギー E のX線は試料内部で吸収され指数関数的に減衰しながら侵入し、ある深さ z で回折して表面に出てくる。図 6-2 の [Stage 1] に示した回折X線の強度 $I(E, z)$ は、線吸収係数 $\mu(E)$ と反射係数 κ によって式 (6-7) のよ

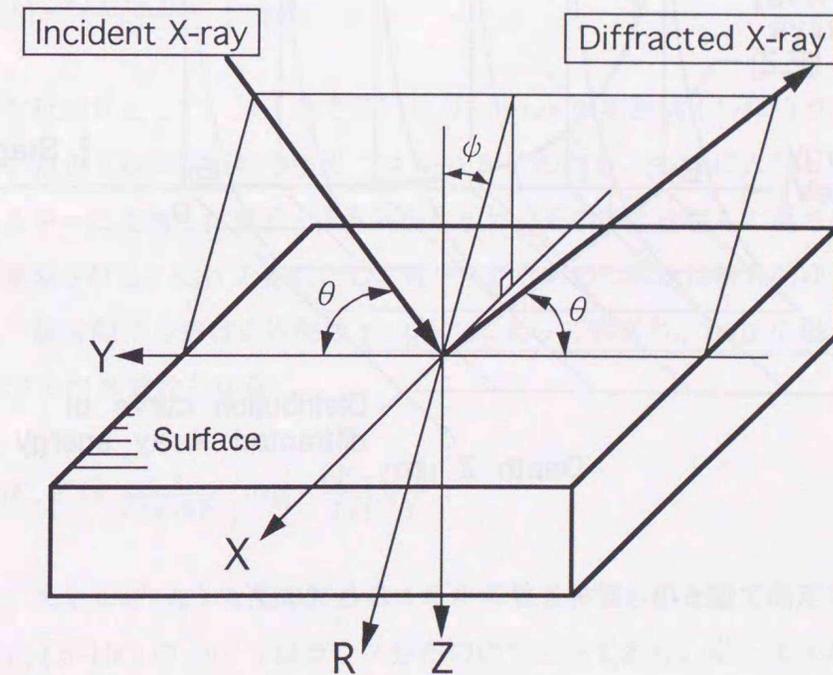


図 6-1 試料に設定した座標系と白色X線入射方向

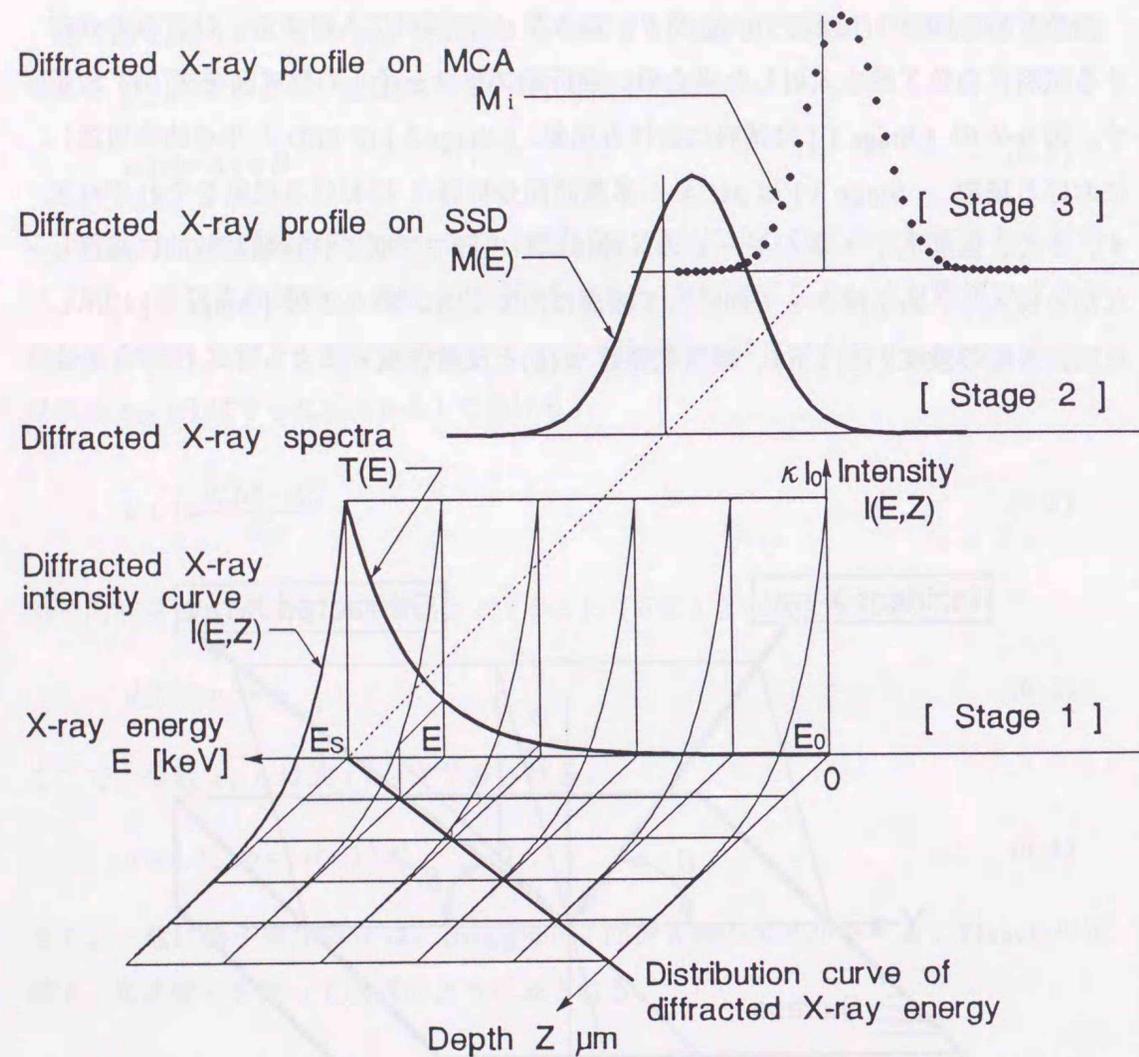


図6-2 回折X線スペクトルとプロファイル

うに表される [57]。

$$I(E, z) = \kappa I_0 \exp\left[-\frac{2\mu(E)z}{\sin\theta \cos\psi}\right] \quad (6-7)$$

白色X線の場合、さまざまなエネルギーのX線が試料に同時に入射する。それぞれのX線は、そのエネルギー E に対し Bragg の条件を満たす格子面間隔が存在する深さ z まで侵入して回折する。したがって、試料内部でひずみ分布が深さに沿って変化する場合、図 6-2 の [Stage 1] に示す回折線スペクトル $T(E)$ のように、エネルギー E に対して連続的に変化した回折X線の強度分布が得られる。この回折線スペクトル $T(E)$ は、式 (6-7) に式 (6-6) を代入して式 (6-8) のように得られる。

$$T(E) = \kappa I_0 \exp\left\{-\frac{2\mu(E)}{\sin\theta \cos\psi} \frac{1}{A} \left[\frac{E_0 - E}{E} - B\right]\right\} \quad (6-8)$$

ここで、Fe の場合、線吸収係数 $\mu(E)$ はX線のエネルギーが K 吸収端エネルギー (7.1072 keV) 以上の場合、式 (6-9) で近似できる [57][60]。

$$\mu(E) = \frac{12.60 \times 10^5}{E^3} \quad [1/cm] \quad (6-9)$$

より正確な近似式として、第1章で示した Victoreen の実験式 (1-12) がある [60]。一般に、白色X線の回折線の検出には SSD が使われる。SSD に入射したX線は、そのエネルギーに比例した電子・正孔対を生成し、その数に比例した高さをもつ電圧パルスに変換される。SSD の特性として電子・正孔対の生成数は統計的ゆらぎの影響を受ける。統計的ゆらぎは応答関数 [58][59] によって表され、SSD の場合は式 (6-10) で示すガウス関数となる。

$$R(E, E') = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \hat{\sigma}(E')} \exp\left[-\frac{(E - E')^2}{2 \hat{\sigma}(E')^2}\right] \quad (6-10)$$

この式は、エネルギー E' のX線が E のエネルギーを持つものとして測定される確率を示す。式 (6-10) の $\hat{\sigma}(E')$ はガウス分布の標準偏差であり、単一エネルギースペクトルを測定したときに得られる分布曲線の半価幅 (Full Width of Half Maximum

Intensity, $FWHM$) より式 (6-11) で求められる [59]。

$$\hat{\sigma}(E') = \frac{FWHM(E')}{2\sqrt{2\ln 2}} \quad (6-11)$$

上式の $FWHM(E')$ には、SSD の他に測定系全体の電子回路雑音による分解能低下の影響が重畳される。したがって、白色 X 線の回折線スペクトル $T(E')$ は応答関数 $R(E, E')$ によってフォルディング [59] され式 (6-12) となり、図 6-2 の [Stage 2] に示す分布となる。

$$M(E) = \int_0^{\infty} R(E, E') T(E') dE' \quad (6-12)$$

SSD で発生した電圧パルスは増幅器を経て MCA に入る。電圧パルスは AD 変換器によりその波高 (電圧) をデジタル化され、波高レベルに対応したチャンネルにカウントされる。MCA は多数のチャンネルを持ち、各チャンネルにはチャンネル毎に設定された波高範囲に入る電圧パルスのカウント数が記録される。波高は X 線のエネルギーに対応するので、波高範囲に対応するエネルギー範囲を ΔE とすると、最終的に MCA のチャンネル i に記録されるカウント数は式 (6-13) となり、図 6-2 の [Stage 3] に示すチャンネルごとの離散的なプロファイルとなる。

$$M_i = \int_{E_i - \Delta E/2}^{E_i + \Delta E/2} M(E) dE$$

$$= \int_{E_i - \Delta E/2}^{E_i + \Delta E/2} \int_0^{\infty} \frac{\kappa I_0}{\sqrt{2\pi} \hat{\sigma}(E')} \exp\left[-\frac{(E-E')^2}{2\hat{\sigma}(E')^2}\right] \exp\left\{-\frac{2\mu(E')}{\sin\theta \cos\psi} \frac{1}{A} \left[\frac{E_0-E'}{E'} - B\right]\right\} dE' dE \quad (6-13)$$

6.3 応力分布を求めるための解析手順

6.3.1 回折線プロファイルの数値シミュレーション

式 (6-13) のパラメータは、あらかじめ仮定したひずみ分布式 (6-1) の係数 A と B 、入射 X 線強度 I_0 と反射係数 κ である。応答関数の標準偏差 $\hat{\sigma}(E')$ も測定環境などの影響でわずかではあるが変化するのでパラメータとなる。入射 X 線強度 I_0 はエネルギー E の関数であるが、回折 X 線スペクトルのエネルギー幅は極めて小さいので定数とする。解析計算に先立ち、これらのパラメータが回折 X 線のプロファイルにどのような影響を及ぼすか、数値シミュレーションを行い確認した。英ら [14] は特性 X 線の場合について同様の考察を詳しく行っている。それによると、ひずみこう配がある場合は、回折線プロファイルの重心位置を問題にすべきことを指摘している。しかし、深さに沿った各層から得られるプロファイルの標準偏差が十分大きい場合は、近似的にピーク位置を重心位置に置き換えることができるとしている。白色 X 線の場合も同様のことが言える。本研究で使用した装置の応答関数の標準偏差は十分大きいので、プロファイルのピーク位置と重心位置は近似的に等しいとみなし、ここではピーク位置について考える。数値シミュレーションは、後述する実験で使用する円筒形試料 (曲率半径 40 mm、板厚 0.2 mm) を平板に拘束した場合を想定し、表 6-1 に示す基準条件を基に行った。そして、各パラメータの基準に対する比率をそれぞれ表 6-2 のように変化させて計算を行った。

図 6-3(a) は強度に関連した係数の積 κI_0 、標準偏差 $\hat{\sigma}(E)$ をそれぞれ変化させた場合、図 6-3(b) はひずみ分布式 (6-1) の係数 A と B をそれぞれ変化させた場合の回折線プロファイルのシミュレーション結果を示す。図の縦軸は基準条件で計算された回折 X 線の強度を 1.0 とした場合の、各回折 X 線の比強度を示す。横軸はチャンネル $No.$ に対応し、基準条件から求められたピークチャンネルを▲印で示してある。また、それぞれの条件で得られたピークチャンネルに対応したエネルギーの基準に対する変化率を表 6-2 の右欄に示す。

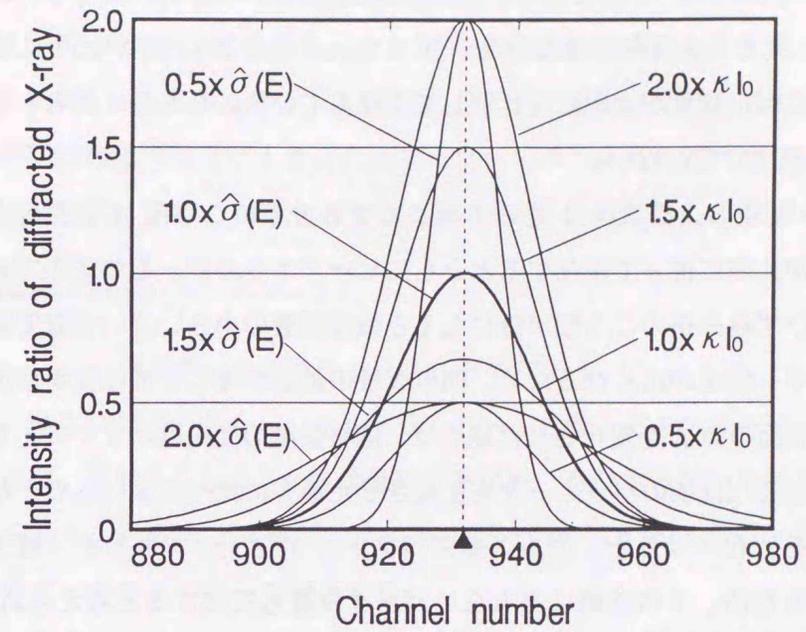
図 6-3(a) および表 6-2 をみると、強度に関連した係数の積 κI_0 を変化させた場合、

表6-1 数値シミュレーションの基準条件

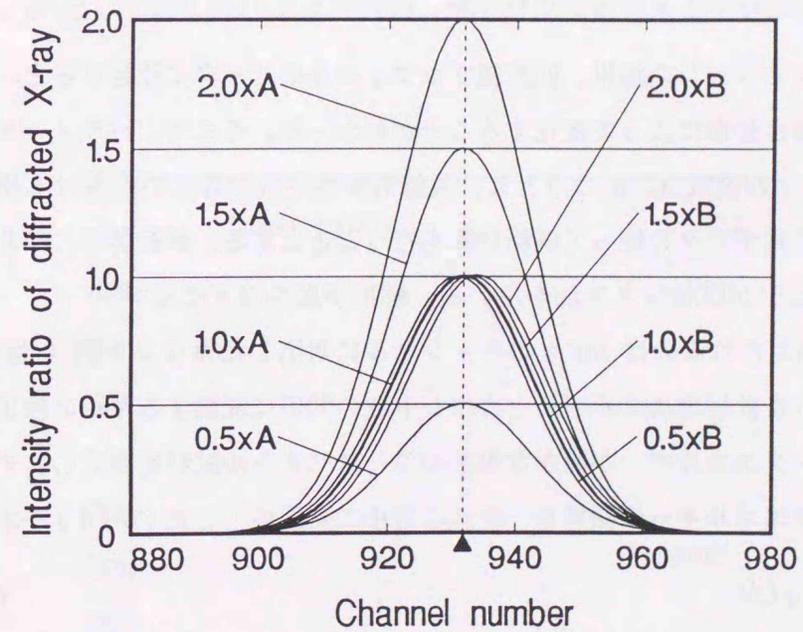
Diffraction plane	$\alpha\text{-Fe} (211)$
Young's modulus	$E_M = 221 \text{ GPa}$
Poisson's ratio	$\nu = 0.271$
Bragg angle	$\theta = 12.5 \text{ deg.}$
Inclination angle	$\phi = 0 \text{ deg.}$
Energy calibration equation	$E = 0.02733 \times CN - 0.9534 \text{ [keV]}$
Strain distribution	$\varepsilon_z(z) = 9.29 \times 10^{-6} \times z - 9.29 \times 10^{-4}$
Intensity coefficient	$\kappa I_0 = 1.0$
Standard deviation of response function	$\hat{\sigma}(E) = 0.4247 \exp[0.4708 \log_e(E) + 4.103] \text{ [eV]}$

表6-2 数値シミュレーションにおける各パラメータの基準条件に対する比率と数値シミュレーションによる回折線プロファイルのピークエネルギー変化率

Intensity coefficient κI_0	Standard deviation $\hat{\sigma}(E)$	Strain gradient A	Surface strain B	Peak energy change ratio %
0.5	1.0	1.0	1.0	0.000
1.0				0.000
1.5				0.000
2.0				0.000
1.0	0.5	1.0	1.0	0.000
	1.5			0.000
	2.0			0.000
1.0	1.0	0.5	1.0	0.006
		1.5		0.006
		2.0		0.012
1.0	1.0	1.0	0.5	0.046
			1.5	0.047
			2.0	0.093



(a) 強度に関連した係数 κ と I_0 、標準偏差 $\hat{\sigma}(E)$ を変化させた場合



(b) z 方向ひずみ分布のこう配 A、表面の値 B を変化させた場合

図6-3 回折線プロファイルの数値シミュレーション

プロファイルの $FWHM$ は変化しないが回折強度は比率に従って変化している。一方、標準偏差 $\hat{\sigma}(E)$ を変化させた場合、プロファイルの $FWHM$ が比率に従って変化するとともに回折強度が比率に反比例して変化している。しかし、両者ともピークエネルギーは変化していない。

つぎに図 6-3(b) および表 6-2 をみると、ひずみ分布のこう配 A を変化させた場合、回折強度が比率に従って変化するとともにピークエネルギーもわずかであるが変化している。ひずみ分布のこう配が急になると強度減衰の小さい浅い位置で回折する X 線のエネルギー領域が広がるため、回折 X 線の総量が増し回折強度が増加すると考えられる。表面の値 B を変化させた場合は、回折強度の変化はわずかであるがピークエネルギーの変化は他のパラメータを変化させた場合に比べ大きいものとなった。表面のひずみを変化させると、回折 X 線スペクトル $T(E)$ のエネルギー軸上の位置が直接変化するため、その移動にともないピーク位置も変化すると考えられる。

6.3.2 ひずみ分布を決定するための解析手順

数値シミュレーションの結果、回折線プロファイルのピークに注目すると、その位置はひずみの深さ分布によって変化することがわかった。そこで、パラメータをひずみ分布式 (6-1) の係数 A 、 B のみとし、X 線的弾性定数が等しいとおける格子面の 2 面以上の回折線データを使って解析計算を行うこととする。解析計算には非線形最小二乗法であるシンプレックス法を用いる。解析手順を以下に示す。

i) 実際に測定されるのは MCA のチャンネルに対応したカウント数 (強度) であるので、それを X 線のエネルギーとカウント数の関係に変換するための較正式が必要となる。ピークエネルギーが明かな複数の単一スペクトル試料を測定し、チャンネル番号とピークエネルギーの関係を一次式に最小二乗近似して式 (6-14) を求める。

$$E = p + q CN \quad (6-14)$$

ここで、 p 、 q は定数、 CN はチャンネル番号である。

ii) 計算に使用する格子面の回折線ピークエネルギーを、無ひずみ試料、有ひずみ試料の測定データそれぞれについて求める。まず、図 6-4 に示すように回折線プロ

ファイルのピーク両側において平坦となる位置の合計 10 チャンネル分のカウント数を平均しバックグラウンドとする。カウントデータよりバックグラウンドを差し引き、ピークの 60% 以上のカウント数を有するデータを使ってピークチャンネルを求める。応答関数の標準偏差が大きいためプロファイルの非対称性が小さいので、ピークチャンネルは式 (6-15) に示すガウス曲線 [63] を使用し最小二乗法で求める。

$$Counts = \exp(s CN^2 + t CN + u) \quad (6-15)$$

ここで、 s 、 t 、 u は定数、 CN はチャンネル番号である。

さらに、得られたピークチャンネルを式 (6-14) を使ってエネルギーに変換する。また、測定中、試料から出る $K\alpha$ 線は無ひずみ試料、有ひずみ試料に関わらず一定のものであるから、両者の $K\alpha$ 線ピークエネルギーが一致するように、各回折線プロファイルのピークエネルギーを補正する。

iii) シンプレックス法のパラメータとして使う A 、 B の初期値を決定する。表面の値 B は、測定された無ひずみ試料、有ひずみ試料の回折線ピークエネルギーをそれぞれ E_0^p 、 E^p として式 (6-16) より求め、解析計算に使用する全格子面について平

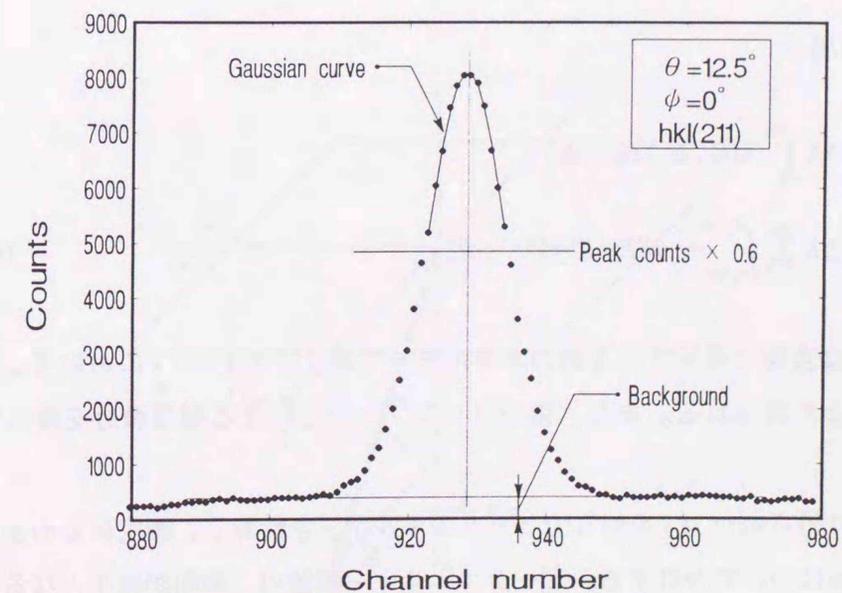


図 6-4 回折線プロファイルピークの決定

均する。

$$B = \frac{E_0^p - E^p}{E^p} \quad (6-16)$$

ひずみ分布のこう配 A は、 B と符号が逆の零以外の任意の値とする。

iv) シンプレックス法を実行する。まず、MCA の最小測定エネルギー間隔 ΔE 内では $M(E)$ は直線的に変化していると考え、式 (6-13) の E に関する積分を式 (6-17) で近似する。

$$M_i = \Delta E M(E_i) \quad (6-17)$$

さらに、回折線スペクトル $T(E)$ の分布は、ひずみ分布および測定時の傾き角 ψ によって2種類に分けられるので、積分区間をそれぞれ次式のように設定して求める。

・ $E_0^p > E^p$ の場合

$$\begin{aligned} M_i &= \Delta E \int_{E_s}^{\infty} R(E_i, E') T(E') dE' \\ &= \Delta E \sum_{j=0}^{\infty} \int_{E_s + \Delta E^j}^{E_s + \Delta E^{j+1}} R(E_i, E') T(E') dE' \end{aligned} \quad (6-18)$$

・ $E_0^p < E^p$ の場合

$$\begin{aligned} M_i &= \Delta E \int_0^{E_s} R(E_i, E') T(E') dE' \\ &= \Delta E \sum_{j=0}^{\infty} \int_{E_s - \Delta E^{j+1}}^{E_s - \Delta E^j} R(E_i, E') T(E') dE' \end{aligned} \quad (6-19)$$

ここで、 E_s は表面で回折する X 線のエネルギーであり、式 (6-6) において z を零とおくことにより得られる。また、積分はシンプソン法による数値積分を使って求める。

計算により得られた M_i を使ってピークエネルギーを計算し、測定値との差の二乗和を全格子面について合計する。ピークエネルギー誤差の二乗和が最小となるまでパラメータを変えながら計算を繰り返す。最終的に式 (6-1) の係数 A 、 B が求められ、

ひずみ分布が決定する。

以上の計算は、著者が作成したプログラム (C 言語) を用いて行う。

6.3.3 応力の深さ分布の算出

試料表層では図 6-5 に示す平面応力状態であると仮定すれば [18]、 ψ 方向のひずみは次式となる。

$$\epsilon_\psi = \frac{1+\nu}{E_M} \sigma_x \sin^2 \psi + \epsilon_z \quad (6-20)$$

ここで、 E_M は縦弾性係数、 ν はポアソン比である。式 (6-20) においてひずみを深さ z の関数とし、 σ_x について整理すれば式 (6-21) となる。

$$\sigma_x(z) = \frac{E_M}{1+\nu} \frac{\epsilon_\psi(z) - \epsilon_z(z)}{\sin^2 \psi} \quad (6-21)$$

したがって、2 方向のひずみの深さ分布を求めることによって、 x 方向応力の深さに沿った分布が得られる。

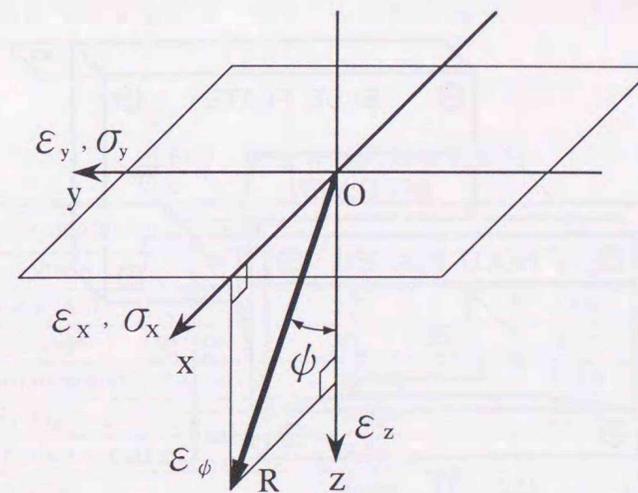


図 6-5 平面応力状態の応力・ひずみ成分

6.4 適用例1 一平板に拘束された円筒形鋼板 SK4 の応力測定一

6.4.1 実験

(1) 試料

試料は SK4 炭素工具鋼 (JIS G4401) を用い、幅 100 mm、厚さ 0.2 mm の板材中央から一辺 28 mm の正方形に切り出した。それを円筒形成形用治具にはさみ、真空炉を用いて 760℃まで加熱し 30 分保持の後炉内で徐冷し、曲率半径 40 mm の円筒形に成形した。その試料を図 6-6 に示す装置を使って平板に拘束することによって既知の応力分布を作り有ひずみ試料とし、表面が引張応力となる方を測定面とした。無ひずみ試料は同一材料の正方形平板とし、上記と同じ条件で熱処理して作製した。

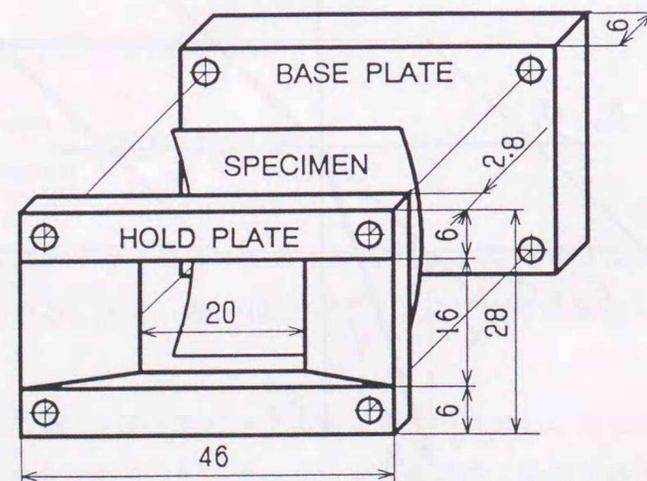


図 6-6 平板拘束用装置

(2) エネルギー較正式

白色 X 線による応力測定実験に先立ち、エネルギー較正用試料の測定を行った。Fe、Ni、Cu、Sr、Sb、Ba、Am241-49 γ の 7 種類の標準試料より較正式を定めた。

(3) 応力測定条件

白色 X 線の発生には北海道大学共同利用施設「高エネルギー超強力 X 線回折室」の超強力 X 線発生装置 (リガク製 RU-1000C2)、回折 X 線の検出には SSD (Princeton Gamma Tech社製 IGP110)、波高分析には MCA (Tracor Northern社製 TN-1750) を使用した。測定システムを構成する回路素子の特性が温度によって変動しやすく測定値に影響を及ぼすため [51]、装置全体を恒温室 (室温 23℃) に設置してある。

測定は無ひずみ試料、有ひずみ試料それぞれについて表 6-3 に示す条件で 5 回行った。測定および解析の流れを図 6-7 に示す。まず、無ひずみ試料について傾き角 $\phi = 0^\circ$ で 5 回、 $\phi = 30^\circ$ で 5 回、それぞれ連続して行い、つぎに有ひずみ試料について同様に行った。実験に使用した SSD は、X 線のエネルギーとして約 25 keV~60 keV の範囲で検出効率が 100%となるので、回折 X 線のエネルギーがその範囲に収まるように使用する格子面の面間隔と Bragg の条件式より θ の値を決定している。また、測定時間が傾き角 ϕ で異なるのは、 $\phi = 30^\circ$ では X 線の照射面積が減少するため回折

表 6-3 白色 X 線応力測定条件

Polychromatic X-ray target		Cu	
Tube voltage	kV	100	
Tube current	mA	140	
Bias voltage	V	200	
Divergence angle of soller slit	degree	0.16	
Bragg angle θ	degree	12.5	
Inclination angle ϕ	degree	0	30
Fixed time	second	1000	1200

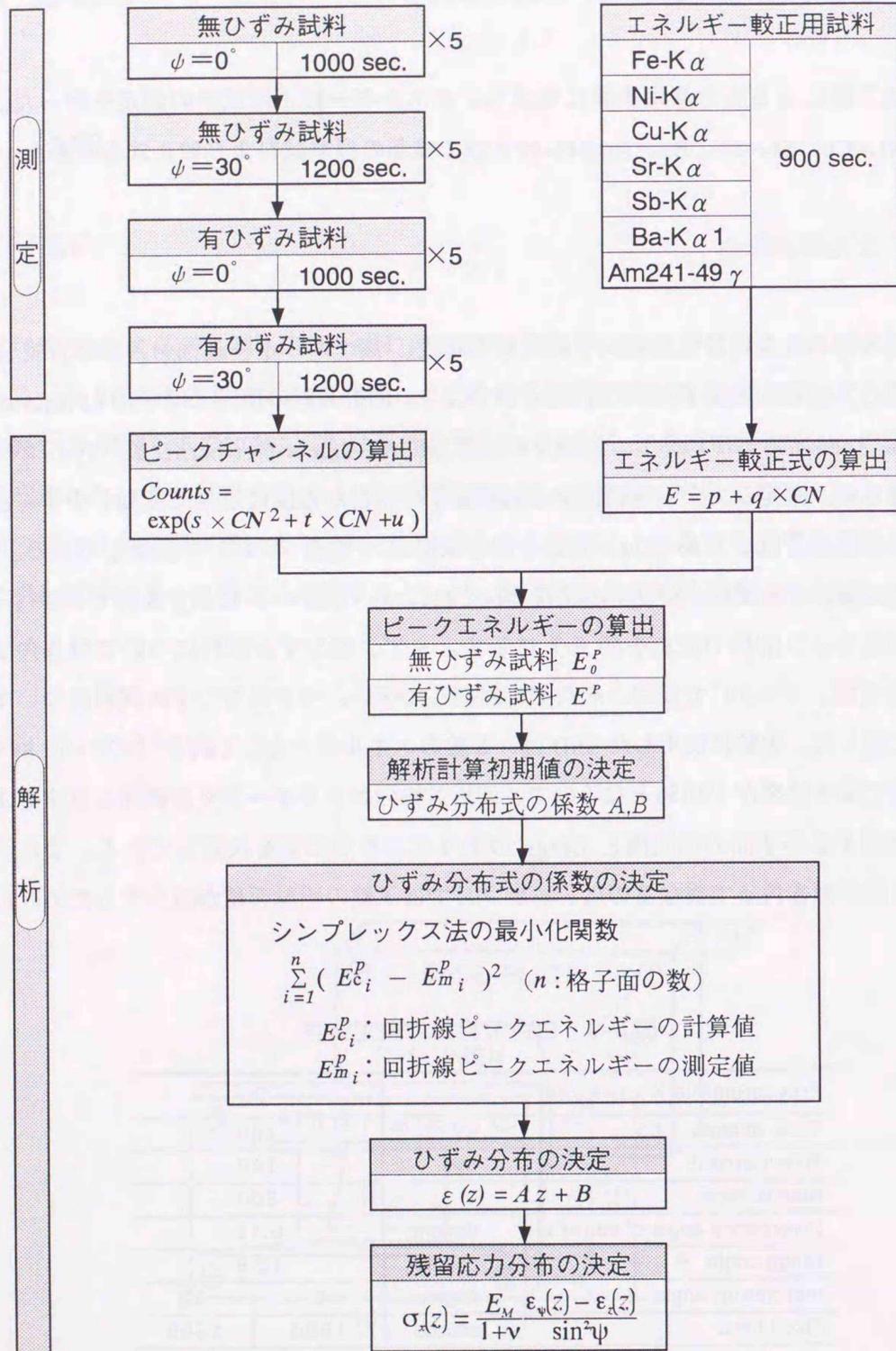


図6-7 測定および解析の流れ

X線のカウント数も減少するので、カウント数を $\psi = 0^\circ$ の場合と同程度とし、カウント数の統計的誤差（カウント数を n とすると \sqrt{n}/n ）の影響を各測定データについてできるだけ同じようにするためである。

6.4.2 結果と考察

(1) エネルギー較正式

測定結果を表6-4に示す。結果を1次式に最小二乗近似し、エネルギー較正式として式(6-22)を得た。

$$E = -9.5340 \times 10^{-1} + 2.7332 \times 10^{-2} \times CN \quad [keV] \quad (6-22)$$

エネルギーとチャンネル番号の関係を図6-8に示す。

(2) 解析結果

白色X線による測定の場合、図6-9に示すように複数の格子面の面間隔情報が情報が同時に得られるが、今回の解析にはX線の弾性定数が同じものと扱える(211)、

表6-4 エネルギー較正用試料測定結果

Calibration specimen	Measured peak channel	Standard energy keV
Fe-K α	268.654	6.39995
Ni-K α	307.999	7.47294
Cu-K α	328.792	8.04168
Sr-K α	552.152	14.1438
Sb-K α	998.383	26.2785
Ba-K α	1212.55	32.1965
Am241-49 γ	2212.55	59.5370

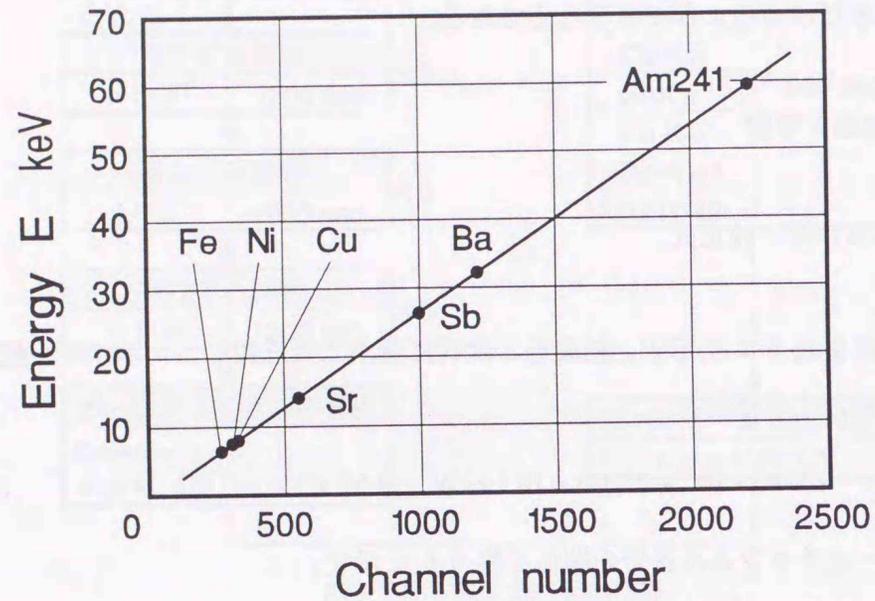


図6-8 エネルギーとチャンネル番号の関係

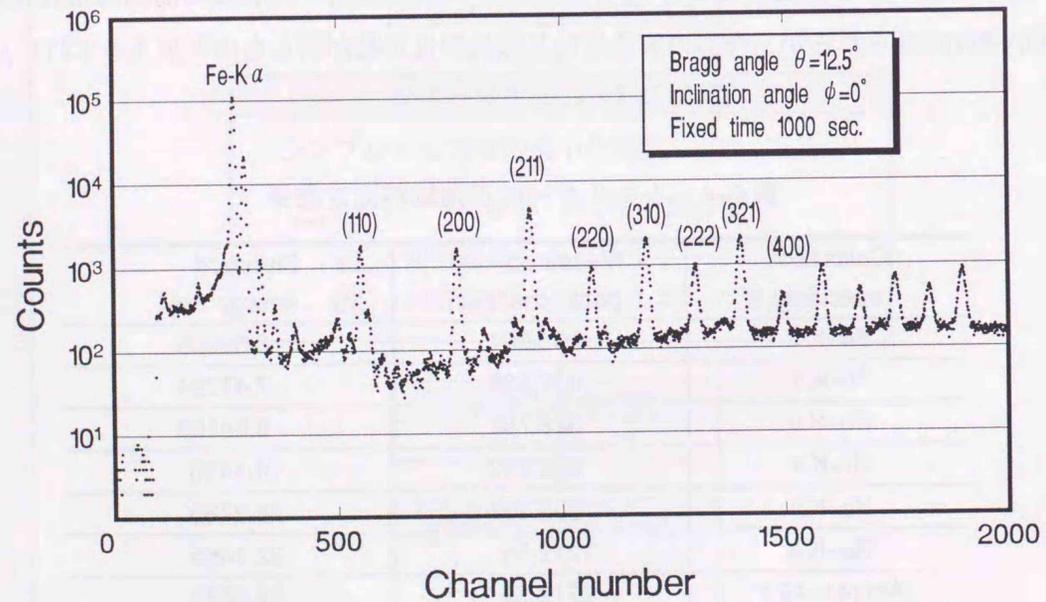


図6-9 回折X線カウント分布

(220)、(321)面を使用した[62]。ひずみ分布式(6-1)の係数 A 、 B の初期値を、各測定データについて表6-5のように定めて解析を行った。解析結果を同じく表6-5に示す。表6-5のトータルピーク誤差は、各格子面の回折線ピークエネルギーについて、測定値と解析値の差を二乗し合計したものである。この値が小さいほど非線形最小二乗法による解析結果が測定値に近いことを示す。また反復数は解析計算に用いたシンプレックス法の反復計算回数を示す。

表6-5 解析条件と結果

No.	ϕ deg.	Constants	Initial value	Calculated value	Total peak error (eV) ²	Iteration number
1	0	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	8.39×10^{-6}	10.5	55
		B	-6.995×10^{-4}	-9.27×10^{-4}		
1	30	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	7.12×10^{-9}	19.5	51
		B	-1.253×10^{-4}	-1.80×10^{-4}		
2	0	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	6.77×10^{-6}	20.6	48
		B	-7.162×10^{-4}	-8.96×10^{-4}		
2	30	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	3.26×10^{-6}	2.21	53
		B	-1.722×10^{-4}	-2.29×10^{-4}		
3	0	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	5.50×10^{-7}	0.908	55
		B	-7.064×10^{-4}	-7.33×10^{-4}		
3	30	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	2.59×10^{-6}	8.90	52
		B	-1.665×10^{-4}	-2.43×10^{-4}		
4	0	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	9.96×10^{-6}	13.8	54
		B	-6.796×10^{-4}	-9.11×10^{-4}		
4	30	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	2.02×10^{-7}	18.3	46
		B	-1.334×10^{-4}	-1.49×10^{-4}		
5	0	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	13.5×10^{-6}	11.2	47
		B	-6.579×10^{-4}	-9.61×10^{-4}		
5	30	A $1/\mu\text{m}$	1.000×10^{-5}	5.45×10^{-9}	4.07	67
		B	-6.368×10^{-5}	-7.89×10^{-5}		

(3) ひずみ、応力分布

表 6-5 に示したひずみ分布解析結果を、各方向について平均した値を図 6-10 に示す。 ϵ_ϕ は $\phi = 30^\circ$ 方向、 ϵ_z は $\phi = 0^\circ$ 方向のひずみ分布を示す。応力分布の解析結果および理論値を図 6-11 に示す。応力の理論値は、弾性力学による薄板曲げ理論の解である次式を用いて計算した。

$$\sigma_x = \frac{E_M}{(1-\nu^2)r} \left(\frac{t}{2} - z \right) \quad (6-23)$$

ここで、 E_M は縦弾性係数、 ν はポアソン比、 r は曲率半径、 t は板厚、 z は薄板の中立面からの距離である。なお、この計算では機械的弾性定数 ($E_M: 206 \text{ GPa}$ 、 $\nu: 0.3$) を用いた。また、解析値は格子面として (211)、(220)、(321) 面を使用し、Kröner による X 線の弾性定数 ($E_M: 221 \text{ GPa}$ 、 $\nu: 0.271$) [61] を用いて計算し平均した。

(4) 測定誤差評価

応力分布図 6-11 をみると、理論値と比較して解析結果では表面応力で約 13%、応力こう配で約 19% の誤差が出た。誤差の原因としては、測定用試料の寸法精度、試料の不完全拘束、測定データの誤差、解析計算誤差など考えられるが、ここで測定データのカウンタ数による統計的誤差の影響について考える。今回の測定における各格子面の回折線プロファイルピークの平均最低カウンタ数は、無ひずみ試料を傾き角 $\phi = 0^\circ$ で測定したときの (220) 面における 772.8 カウンタであった。この場合のカウンタ数の統計的誤差は約 3.6% である。この誤差を小さくするためにはカウンタ数を大きくすればよい。そこで、今回測定した 5 回分のデータを積算し、 $\phi = 0^\circ$ について 5000 秒、 $\phi = 30^\circ$ については 6000 秒のデータを作成した。この場合、(220) 面のカウンタ数は 3864 となり統計的誤差は約 1.6% である。解析計算の結果、応力分布式として次式を得た。

$$\sigma_x(z) = 506 - 4.96 \times z \quad [\text{MPa}] \quad (6-24)$$

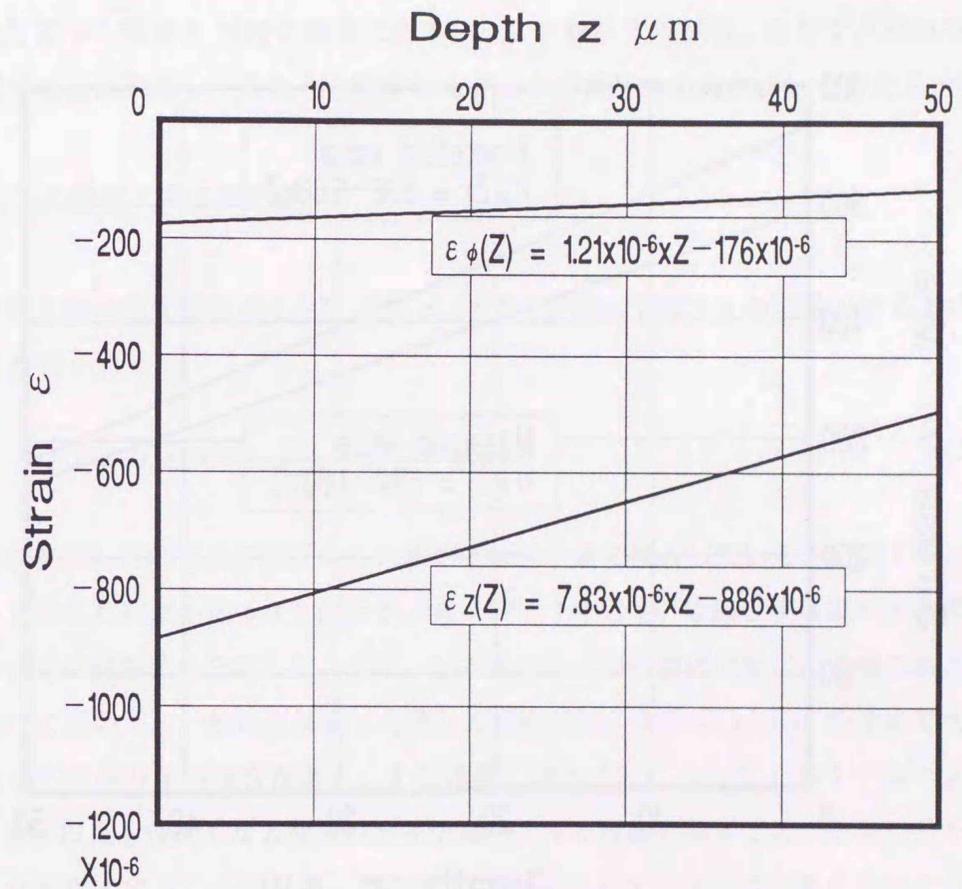


図 6-10 ひずみ分布

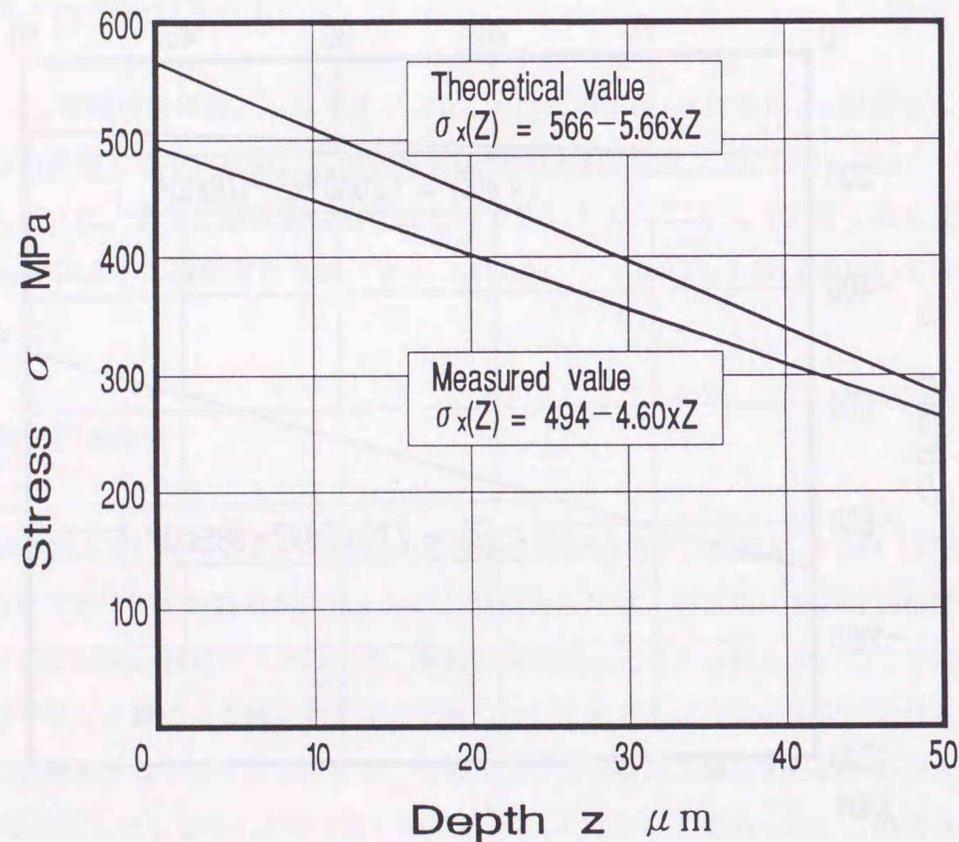


図6-11 応力分布 (I)

理論値との誤差は表面応力で約 11%、応力こう配で約 12%となり両者とも減少した。図 6-12 に新たな解析結果を示す。カウント数による統計的誤差は測定精度に影響を及ぼしていたと言える。したがって、解析に使用する格子面についてはできるだけカウント数が多くなるように測定すべきである。しかし、1回の測定時間を長くすると無ひずみ試料、有ひずみ試料の測定間隔も長くなるため、それによるピーク変動の影響が出てくる可能性もあり、単純に測定時間を長くすることはできない。測定方法としては、高間ら [54] の報告にあるように、無ひずみ試料、有ひずみ試料を短い時間で交互に測定し、それらを積算したデータを使用する方がよいと考えられる。

(5) X線侵入深さの影響

回折 X 線の強度関数式 (6-7) を、式 (6-6) を使って深さ z の関数とすると式 (6-25) が得られる。

$$T(z) = \kappa I_0 \exp\left[-\frac{2z}{\sin\theta \cos\psi} \mu\left(\frac{E_0}{Az+B+1}\right)\right] \quad (6-25)$$

解析に使用した格子面で回折する X 線がどの深さまで侵入しているか、式 (6-25) を使って求めた結果を図 6-13 に示す。式 (6-25) 中の E_0 は無ひずみ試料の各格子面についての理論値を使用した。また、ひずみ分布式の係数は測定により得られた値を平均して用いた。一般に表面加工を施した材料では、深さ数 $10 \mu\text{m}$ 程度まで大きな応力こう配を有する場合が多い。その場合、図 6-13 に示した (321) 面のように $100 \mu\text{m}$ 以上も侵入した X 線のひずみ情報を使って直線近似すると、実際の分布と異なった結果を得ることになる。したがって、そのような分布に本法を適用する場合は、3.5 節で述べたように分布の近似式を直線以外のものにするなどの方法を検討しなければならない。

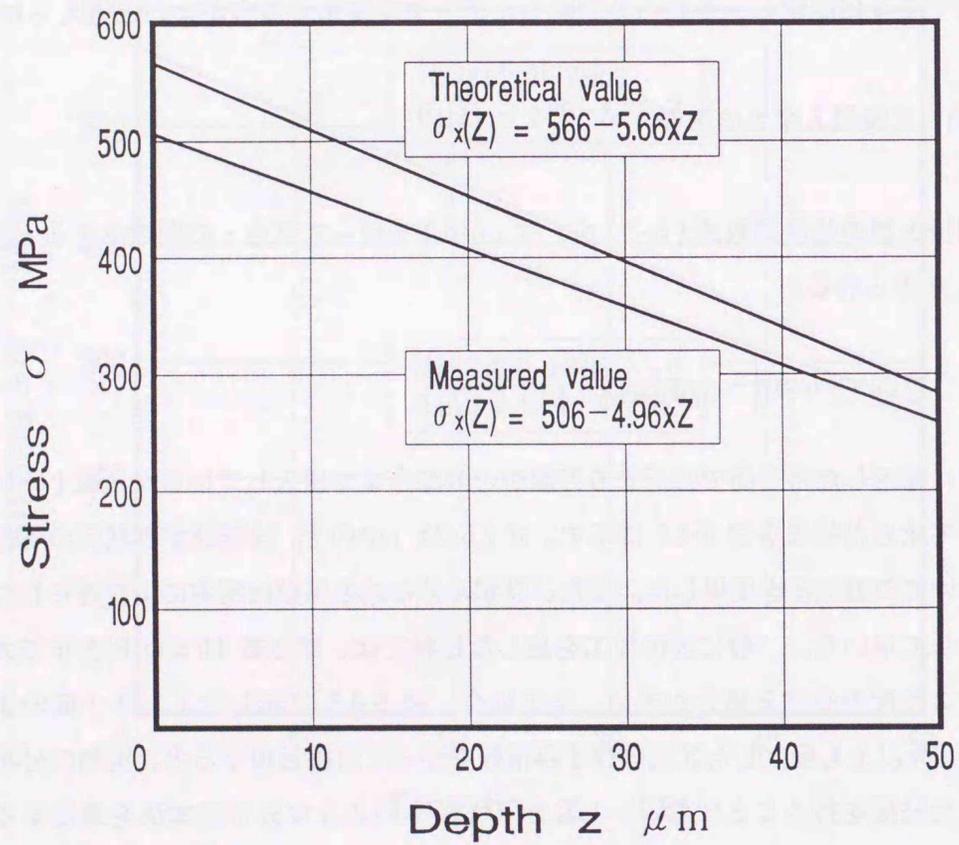


図6-12 応力分布 (II)

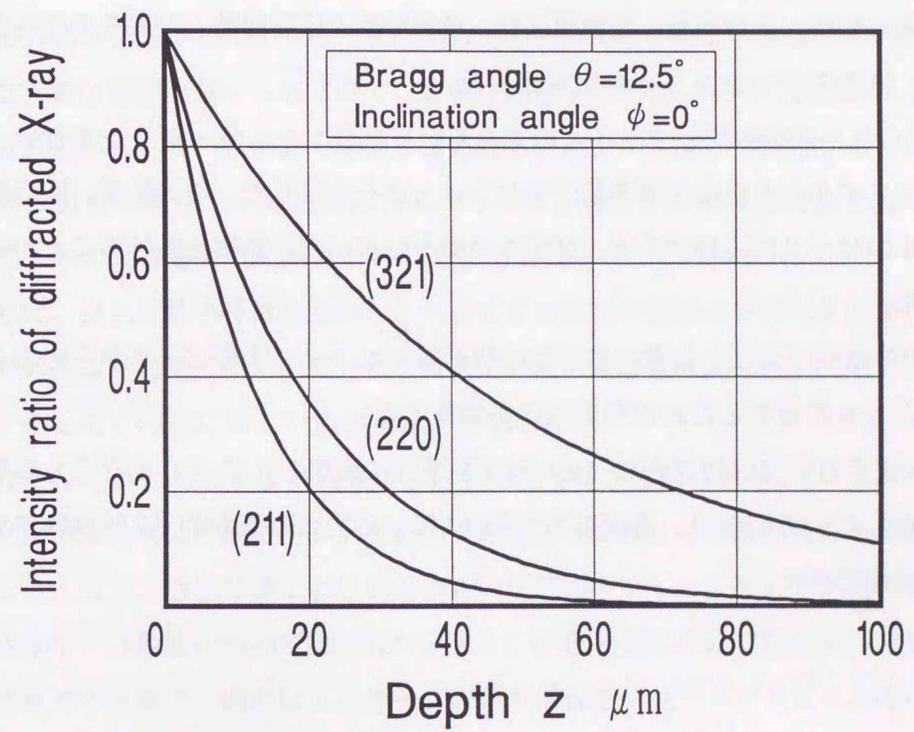


図6-13 侵入深さによる回折X線の強度比

6.5 結言

白色X線の回折線プロファイルを利用した応力の深さ分布測定理論を提案した。適用例として、(a)円筒形に成型されたSK4鋼板を平板に拘束した場合の残留応力の深さ分布の測定を行い、本法の実用性を検証した。

その結果、以下のことが得られた。

(1) 白色X線の回折線プロファイルに影響を及ぼすと考えられるパラメータとして、X線の強度、反射係数、線吸収係数、検出装置の応答関数、ひずみの深さ分布を考慮し、回折線プロファイルを定式化した。

(2) 得られた回折線プロファイルの式を用いて数値シミュレーションを行い、回折線プロファイルの形状に影響を及ぼすパラメータを検討した。その結果、回折線プロファイルのピークに注目すると、ひずみの深さ分布にのみ影響を受けることが明らかとなった。

(3) (2)の結果を基に、複数の格子面の回折線プロファイルのピークから応力こう配と表面応力を評価するための測定理論を構築した。

(4) 本法を用いて、円筒形のSK4鋼板を平板に拘束した場合の残留応力の深さ分布を測定した。その結果、表面応力が約11%、応力こう配が約12%の誤差で応力分布を評価できた。

第7章 結論

残留応力が材料強度や寿命に及ぼす影響あるいは残留応力の果たす役割を正確に評価するためには、残留応力の非破壊測定が必要不可欠である。X線応力測定法は、残留応力の非破壊測定に重要な役割を担ってきた。特に、特性X線による $\sin^2\psi$ 法の果たしてきた役割はたいへん大きい。しかしながら、近年、 $\sin^2\psi$ 法では評価が困難な残留応力分布が報告されている。残留応力が深さに沿って変化する場合である。一方、白色X線は連続波長からなるので、材料に照射した場合、同時に複数の格子面からの回折X線が得られ、残留応力の深さ分布測定にたいへん高い可能性がある。しかし、実際に白色X線を用いて残留応力の深さ分布を測定した例はほとんど無く、また、白色X線の利点を有効に活用した測定法も開発されていない。

本研究は、白色X線の特徴を生かし、さまざまな材質や構造の材料に生じている残留応力の応力こう配や三次元的応力状態に対応した測定理論の開発を目的として行なわれた。そして、各種の新しい測定理論を提示した。

本研究で得られた結論および成果は、以下の通りにまとめられる。

第1章は、本論文の序論である。X線応力測定法のこれまでの研究成果と問題点を概説するとともに、白色X線による応力測定の可能性を示した。そして、白色X線によるエネルギー分散法について説明した。また、白色X線を用いて残留応力評価をする際に留意すべき事項、例えばエスケープ現象や回折線プロファイルピークのゆらぎなどについて説明した。

第2章は、異なった波長を持つ2種類の特性X線を用いて、表層の残留応力の深さに沿った分布を非破壊的に測定する方法を提唱した。X線による測定応力は、X線の侵入深さに関する重み付き平均値である。侵入深さは使用する特性X線の波長と測定対象物の材質によって異なる。したがって、残留応力分布が深さに沿って変化している場合、測定に使用する特性X線によって、残留応力値とそれに対応する深さは異なる。このことを利用して、2種類の特性X線を用いて応力こう配を有する残留応力分布を非破壊的に評価するための測定理論を開発した。

適用例として、圧延加工、熱処理、さらに研削加工を施された製材用帯鋸材 (JIS SKS51) の残留応力を測定した。本法の実用性を検討するために、深さに沿って変化する残留応力分布の厳密な評価法である逐次薄層除去法による測定も行った。その際、逐次薄層除去法による測定値に対して、使用するX線の侵入深さに基づく補正を行った。その結果、逐次薄層除去法による結果と比較して、本法は深さに沿って変化する残留応力の測定法として十分実用性のあることが確認できた。

第3章は、白色X線によるエネルギー分散法を利用した残留応力の深さ分布測定理論を提唱した。エネルギー分散法によって得られる平均のひずみとその深さの関係を、ひずみの深さ分布を仮定し回折X線の強度減衰を考慮することによって定式化した。そして、弾性的性質が同じ2面以上の回折面の平均のひずみと深さ情報を使ってひずみの深さ分布を求める測定理論を開発した。

実際に、適用例として研削加工したアルミナセラミックスの表層に分布する残留応力を測定した。アルミナセラミックスは鉄鋼材料に比べ線吸収係数が小さいため、X線が試料内部に深く侵入する。回折面によっては、応力がほぼ零に近い深さの情報も含めて平均化された残留応力が求められるため、実際の分布と異なる可能性が大きい。そこで、残留応力の算出の際は、回折X線の平均侵入深さが比較的浅い回折面のひずみ情報から、ひずみの深さ分布を一次関数近似して残留応力分布を求めた。その結果、研削方向には引張り残留応力、逆の方向では圧縮残留応力が生じることがわかった。同様に、研削方向と直角な方向では、いずれも表面で圧縮応力を示し、深さに沿って減少した。このように、アルミナセラミックスの表層に分布する残留応力の直線的応力こう配を評価することができた。

二つめの適用例として表面をラッピング処理したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 の残留応力を測定した。この例では、ひずみの深さ分布を指数関数近似して求めた。その結果、特に、試料表面で引張りの残留応力が深さ $3\mu\text{m}$ で圧縮の残留応力に変わる急な応力こう配が生じることがわかった。

また、ひずみ分布の近似について詳しく考察し、試料表層に生じた急な応力こう配を評価する場合はひずみ分布を一次関数近似するよりも指数関数近似した方が有効であることを示した。

第4章は、エネルギー分散法を応用して三次元応力分布を求める測定理論を提唱し

た。すなわち、第3章で開発した方法を使って方向余弦の異なる6方向のひずみの深さ分布を求め、均質等方弾性体の仮定の下で三次元応力の6個の応力成分を求める方法を示した。

適用例として、1ストローク、ダウンカットによる研削加工を施した S50C 炭素鋼の残留応力分布を測定した。ひずみ分布の近似式として一次関数と指数関数を検討したところ、指数関数近似した方が測定値との誤差が小さいことがわかった。そこで、6方向のひずみの深さ分布を指数関数近似して求め、三次元応力を算出した。その結果、表層に分布する三次元残留応力の3つの垂直応力は各方向とも圧縮応力を示し、特に研削方向に直角な方向には急激な応力こう配が確認された。また、3つの垂直応力の最大値は、いずれも表面から深さ数 μm の位置に生じた。z 方向応力成分も、表面下数 $10\mu\text{m}$ の深さに存在していた。このように、三次元応力分布が本手法で推定できた。

第5章は、エネルギー分散法を応用して、コーティング界面近傍に分布する残留応力を評価するための測定理論を提唱した。第3章で開発した方法を基に、コーティング層と基材それぞれの応力の深さ分布を同時にかつ非破壊的に求める方法を示した。まず、コーティング層の各格子面の平均のひずみと深さの関係を、深さに沿って変化するひずみ分布を仮定し、コーティング層の厚さと回折X線の強度減衰を考慮することによって求めた。基材の各格子面の平均のひずみと深さの関係は、ひずみの深さ分布を仮定し、コーティング層透過による回折X線の強度減衰と基材内の強度減衰を考慮して求めた。そして、第3章と同様に、弾性的性質が同じ2面以上の回折面の平均のひずみと深さ情報を使って、基材とコーティング層のひずみの深さ分布を求める測定理論を開発した。

適用例として、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 に PVD 法で窒化チタン TiN を $3.3\mu\text{m}$ コーティングした試料の残留応力を測定した。その結果、TiN コーティング層では、圧縮の残留応力が確認された。また、TiN コーティングにより、基材 SUS316 に圧縮残留応力の増加がみられた。このように、コーティング層と基材それぞれの応力の深さ分布を同時にかつ非破壊的に求めることができた。

第6章は、白色X線の回折線プロファイルに着目した測定理論を提唱した。まず、残留応力が深さに沿って変化している材料に白色X線を照射して得られる回折線プロ

ファイルの形状を検出装置の特性も考慮して定式化した。そして、回折線プロファイルの形状は、どのようなパラメータによって支配されているか、数値シミュレーションを行い検討した。その結果、回折線プロファイルの形状はX線の強度、線吸収係数、SSDの応答関数、ひずみの深さ分布（一次関数近似）によって変化するが、そのピークに注目するとひずみの深さ分布によってのみ変化することが明らかになった。この結果を基に、測定によって得られた複数の格子面の回折線プロファイルピークからひずみこう配と表面ひずみを非線形最小二乗法によって求める測定理論を構築した。そして、均質等方弾性体および平面応力状態を仮定し、2方向の傾き角 ψ について得られたひずみ分布から応力の深さ分布を求める方法を開発した。

実際に、適用例として円筒形に成形したSK4炭素工具鋼を平板に拘束した場合の応力分布を測定した。その結果、薄板の曲げ理論から求められる理論値と比較して、表面応力は約11%、応力こう配は約12%の誤差の範囲で評価することができた。

以上、本研究では、白色X線を用いて残留応力の深さ分布を非破壊的に評価するための測定理論を提唱するとともに、実際にそれらの測定法を用いて、機械加工された鉄鋼材料、セラミックスやコーティング材料に生じた残留応力の深さ分布を測定し、工業的にも有益な結果を得ることができた。特に、コーティング材料のコーティング層と基材の残留応力の深さ分布を同時にかつ非破壊的に評価できるのは、現在、本法においてなく、たいへん有用な方法と考える。なお、白色X線を用いた測定の現時点の欠点である回折線プロファイルピークの「ゆらぎ」は検出装置側の問題であり、これが改善されれば測定時間を短縮できるとともに測定精度も向上する。また、検出装置の分解能がさらに向上すれば、回折線プロファイルが残留応力の深さ分布によって非対称となる現象がより明確になるため、第6章で求めた一格子面の回折線プロファイルの式から残留応力の深さ分布を求めることも可能になる。

現在、複合材料や傾斜材の残留応力や集合組織を有する材料の残留応力の評価が重要な課題となっている。このような材料を特性X線を用いて測定すると、測定中に検出器が動く場合、X線が回折する領域や経路が測定中刻々と変化し回折線プロファイルの形成過程が複雑になる。それに対し、白色X線を用いた測定はBragg角を一定とするため、測定中はX線源、試料や検出器を動かさない。したがって、X線の回折

する領域や経路が特定でき、回折線プロファイルと材料内部の組成やその変化との関係を定式化しやすい。また、高温・低温といった特殊な環境下の応力の非破壊評価手法の確立が望まれている。この場合も、白色X線を用いれば測定中に検出器などが動かないので、高温・低温環境用実験装置の製作やそのような環境下にある材料のX線測定が容易になる。このように、白色X線を利用した測定法は、これらの応力分布の測定にもたいへん高い可能性があると言える。

今後も、新しい材料、新しい製造・加工法の開発に伴い、新たな形態の残留応力の発生は避けられないだろう。新しい測定法の開発があって、初めて新しい現象が明らかになることもある。いままで述べてきた白色X線による測定の利点から、白色X線による測定法が、今後、さまざまな応力の非破壊評価において、たいへん高い役割を担えるものと認識している。

謝 辞

本研究を行う機会を与えて下さり、その遂行ならびに本論文のまとめにあたり、終始、懇切なる御指導と御鞭撻を賜りました 北海道大学大学院工学研究科 教授 鶴飼隆好 博士 に心から感謝の意を表し厚く御礼申し上げます。本論文のまとめにあたり、多くの御教示と御指導を賜りました 北海道大学大学院工学研究科 教授 石川博将 博士、北海道大学大学院工学研究科 教授 野口 徹 博士、北海道大学大学院工学研究科 教授 丸川健三郎 博士 に衷心より御礼申し上げます。

本研究に対して極めて本質的な御示唆を頂くとともに、本論文のまとめにあたり、力強い御激励を頂きました 北海道大学大学院工学研究科 助教授 但野 茂 博士 に心から深謝の意を表します。

本研究の遂行にあたり、貴重な御助言を頂きました 北海道大学大学院工学研究科 助教授 高間俊彦 博士、北海道大学大学院工学研究科 助手 土谷浩一 博士 に心から感謝の意を表します。

本研究の実験を進めるにあたり、白色X線発生装置や測定装置の調整・設定に御協力頂いた 北海道大学文部技官 藤田昌久 氏 に感謝の意を表します。また、実験装置や試料の作製に御協力頂いた 北海道大学文部技官 高田寿明 氏、北海道大学大学院工学研究科 助手 西村生哉 氏、北海道立工業試験場 赤澤敏之 氏 に感謝の意を表します。

機械設計学講座の学生として、当時、ともに実験を行い討論しあった黒田裕一 氏（現 富士重工業(株)）、江尻 拓 氏（現 日本鋼管(株)）、野村文志 氏（現 トヨタ自動車(株)）、石毛 真 氏（現 (財)鉄道総合技術研究所）、内田 耕 氏（現 日本製紙(株)）、岡崎友博 氏（現 JR北海道）、東藤正浩 氏（現 北海道大学大学院工学研究科博士課程後期）に感謝の意を表します。

このように、この研究は多くの方々の御指導、御鞭撻、御協力によって成就したものであり、ここにあらためて厚く御礼申し上げます。

参考文献

- [1] Sachs, G. and Weerts, J., "Elastizitätsmessungen mit Röntgenstrahlen", Z. Physik, 64, (1930), 344-358.
- [2] Glocker, R. and Osswald, E., "Einzelbestimmung der elastischen Hauptspannungen mit Röntgenstrahlen", Z. Tech. Physik, 16, (1935), 237-242.
- [3] Gisen, F., Glocker, R. and Osswald, E., "Einzelbestimmung von elastischen Spannungen mit Röntgenstrahlen II", Z. Tech. Physik, 17, (1936), 145-155.
- [4] 石井, "X線による三次元応力の測定法", 日本機械学会論文集, 13-43, (1947), 71-78.
- [5] Christenson, A. L., and Rowland, E. S., "X-ray Measurement of Residual Stress in Hardened High Carbon Steel", Trans. A.S.M., 45, (1953), 638-676.
- [6] Moore, M. G., and Evans, W. P., "Mathematical Correction for Stress in Removed Layers in X-ray Diffraction", SAE Trans., 66, (1958), 340-345.
- [7] 平・有馬, "X線による応力測定法に関する研究（測定値の回折面依存性について）", 材料試験, 11-110, (1962), 651-660.
- [8] 平・吉岡, "X線による残留応力分布測定法について", 材料試験, 11-110, (1962), 675-682.
- [9] 蒲地・渡辺, "X線応力測定の実用化に関する研究", 材料試験, 11-110, (1962), 643-650.
- [10] 種村・中島, "平行ビームX線ディフラクトメータによる応力測定", 材料試験, 11-110, (1962), 631-636.
- [11] Lode, W. and Peiter, A., "Numerik Röntgenographischer Eigenspannungsanalysen Oberflächennaher Schichten", HTM, 32-5, (1977), 235-240.
- [12] Dölle, H., "The Influence of Multiaxial Stress States, Stress Gradients and Elastic Anisotropy on the Evaluation of (Residual) Stresses by X-rays", J. Applied Crystallography, 12, (1979), 489-501.
- [13] Lode, W. and Peiter, A., "Theorie des Röntgen-Integralverfahrens", HTM, 35-3, (1980), 148-155.

- [14] 英・藤原・西岡, "急激な応力こう配のあるときのX線の残留応力解析における重み付き平均解析法の理論", 材料, 30-330, (1981), 247-253.
- [15] 英・藤原・西岡, "X線の残留応力解析における重み付き平均解析法の実験的検討", 材料, 30-330, (1981), 254-260.
- [16] 英・藤原, "X線応力測定における有向性加工表面層の残留応力と $d - \sin^2 \psi$ 曲線", 材料, 30-338, (1981), 1095-1101.
- [17] 英・藤原, "有向性加工層のX線の応力測定における ψ スプリットと微視的残留応力について", 材料, 31-342, (1982), 227-233.
- [18] 佐々木・吉岡・倉本, "X線侵入深さを考慮した三軸応力解析(その1. 積分法を用いた一般解法)", 非破壊検査, 32-8, (1983), 614-622.
- [19] 吉岡・佐々木・倉本, "X線侵入深さを考慮した三軸応力解析(その2. 一部の応力こう配を無視できる場合への積分法の適用)", 非破壊検査, 32-8, (1983), 623-630.
- [20] 吉岡・佐々木・倉本, "X線侵入深さを考慮した三軸応力解析(その3. $\cos \psi$ を用いた実用的解法)", 非破壊検査, 34-2, (1985), 52-59.
- [21] 吉岡・佐々木・倉本, "多項式近似によるX線三軸応力解析法および平面応力問題への適用", 材料, 33-367, (1984), 405-410.
- [22] 佐々木・吉岡・倉本, " ψ 角変化に基づいたX線応力測定による応力こう配の測定", 材料, 34-380, (1985), 506-512.
- [23] 倉本・佐々木・梅津・西本・吉岡, "研削加工法の相違の表面残留応力への影響(積分法およびDolle-Hauk法による解析結果)", 材料, 34-380, (1985), 499-505.
- [24] 土肥・鶴飼, "X線の侵入深さを考慮した平板の残留応力測定理論", 日本機械学会論文集, 45-393, A(1979), 464-472.
- [25] 土肥・鶴飼, "X線の侵入深さを考慮した球の残留応力測定理論", 日本機械学会論文集, 47-414, A(1981), 191-195.
- [26] 土肥・鶴飼, "X線の侵入深さを考慮した円筒の残留応力測定理論", 日本機械学会論文集, 48-429, A(1982), 646-651.
- [27] 土肥・鶴飼, "X線の侵入深さを考慮したX線残留応力測定法", 非破壊検査, 32-12, (1983), 964-970.

- [28] 鶴飼・柴野, "X線侵入深さを利用した残留応力の簡易測定法", 非破壊検査, 43-10, (1995), 652-657.
- [29] Sasaki, T., Kuramoto, M. and Yoshioka, Y., "X-ray Multiaxial Stress Analysis Taking Account of Stress Gradient", Adv. X-ray Analysis, 27, (1984), 121-128.
- [30] Noyan, I. C. and Cohen, J. B., "Determining Stresses in The Presence of Nonlinearities in Interplanar Spacing vs. $\sin^2 \psi$ ", Adv. X-ray Analysis, 27, (1984), 129-147.
- [31] Hauk, V. M., "Stress Evaluation on Materials Having Non-Linear Lattice Strain Distribution", Adv. X-ray Analysis, 27, (1984), 101-120.
- [32] Coppa, P. and Gola, M. M., "Non-Destructive Residual Stress Measurement under The Surface by X-ray Diffractometry", Proc. Int. Conf. Exp. Mech., (1985), 747-752.
- [33] Gola, M. M. and Coppa, P., "Possible Experimental X-ray Diffractometry Evidence of Couple-Stresses", J. Applied Mechanics, 55, (1988), 539-544.
- [34] 田中・松井・四方・西方, "ジルコニア・アルミナ複合セラミックスの3軸残留相応力のX線測定", 材料, 41-464, (1992), 593-599.
- [35] Yajima, Z., Hirose, Y., Kishi, Y. and Tanaka, K., "X-ray Residual Stress Measurement of Ground Surface of Metal-Ceramic Composite", Adv. X-ray Analysis, 34, (1991), 679-687.
- [36] Riessen, A. and O'Connor, B. H., "Depth Profiling of Ceramic Specimens using Multi-Wavelength X-ray Bragg-Brentano Diffraction Data with Particular Reference to Zirconia-Aluminas", Adv. X-ray Analysis, 35, (1992), 169-175.
- [37] Kooi, B. J., Sloof, W. G., Somers, M. A. J., Vermeulen, A. C., Delhez, R., Keijser, Th. H. and Mittemeijer, E. J., "Development and Relaxation of Stress in Thin Layers", Residual Stress III-Science and Technology-, (1992), 11-20.
- [38] Predecki, P. Zhu, X. and Ballard, B., "Proposed Methods for Depth Profiling of Residual Stresses Using Grazing Incidence X-ray Diffraction(GIXD)", Adv. X-ray Analysis, 36, (1993), 237-245.
- [39] Predecki, P., Ballard, B. and Zhu, X., "Proposed Methods for Depth Profiling of Residual Stresses Using Beam-Limiting Masks", Adv. X-ray Analysis, 36, (1993), 247-255.

- [40] Härting, M. and Fritsch, G., "Depth Resolved Nondestructive Residual Stress Measurements in TiAl6V4 Alloy", Proc. Int. Conf. Residual Stresses, (1994), 189-194.
- [41] Ballard, B., Zhu, X. and Predecki, P., "Depth Profiling of Residual Stresses by Asymmetric Grazing Incidence X-ray Diffraction(GIXD)", Proc. Int. Conf. Residual Stresses, (1994), 1133-1143.
- [42] 細谷, "X線の新しい検出器", 日本結晶学会誌, 8-3, (1966), 181-184.
- [43] Giessen, B. C. and Gordon, G. E., "X-ray Diffraction: New High-Speed Technique Based on X-ray Spectrography", Science, 159-3818, (1968), 973-975.
- [44] 高柳, "半導体検出器によるX線の測定", 日本結晶学会誌, 10-1, (1968), 26-30.
- [45] Cameron, J. F. and Ridley J. D., "Semiconductor X-ray Spectrometers", IEEE Trans. Nucl. Sci., NS-17, (1970), 363-368.
- [46] Sparks, C. J. and Gedcke, D. A., "Rapid Recording of Powder Diffraction Patterns with Si(Li) X-ray Energy Analysis System: W and Cu Targets and Error Analysis", Adv. X-ray Analysis, 15, (1972), 240-253.
- [47] 岡崎, "連続X線を用いた回折実験", 日本結晶学会誌, 14-4, (1972), 140-148.
- [48] 深町・細谷, "X線回折実験におけるエネルギー分散型検出器の利用", 日本物理学会誌, 28-5, (1973), 389-402.
- [49] Fukamachi, T., Hosoya, S. and Terasaki, O., "The Precision of Interplanar Distances Measured by an Energy-Dispersive Diffractometer", J. Appl. Cryst., 6, (1973), 117-122.
- [50] 佐藤, "白色X線を用いた新しい応力測定法", 日本金属学会報, 15, (1976), 53-54.
- [51] 高間・佐藤, "エネルギー分散X線回折法とその応用", X線分析の進歩, IX (1977), 17-25.
- [52] 長尾・楠本, "白色X線応力測定法", 材料, 26-285, (1977), 576-583.
- [53] Bechtoldt, C. J., Placious, R. C., Boettinger, W. J. and Kuriyama, M., "X-ray Residual Stress Mapping in Industrial Materials by Energy Dispersive Diffractometry", Adv. X-ray Analysis, 25, (1981), 329-338.

- [54] 高間・佐藤, "短波長白色X線の利用", 日本金属学会会報, 24-11, (1985), 905-913.
- [55] Black, D. R., Bechtoldt, C. J., Placious, R. C. and Kuriyama, M., "Three Dimensional Strain Measurements with X-ray Energy Dispersive Spectroscopy" J. Nondestructive Evaluation, 5-1, (1985), 21-25.
- [56] 坂井田・原田・三好・田中・細川・大澤, "エネルギー分散回折法によるセラミックスの残留応力測定", 日本材料学会第29回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, (1993), 80-85.
- [57] B.D.Cullity, "Elements of X-ray Diffraction", 2nd ed. (1978), Addison-Wesley.
- [58] Tsoufanidis, N., "The Use of an Analytical Response Function for Unfolding Beta Spectra", Nuclear Instruments and Methods, 73, (1969), 98-102.
- [59] Tsoufanidis, N., "Measurement and Detection of Radiation", (1983), McGraw-Hill.
- [60] Macgillavry, C.H., Rieck, G.D. and Lonsdale, K. 編, "The International Union of Crystallography, Inter-national Tables for X-ray Crystallography.", 3(1962), 157, The Kynoch Press.
- [61] 日本材料学会, "X線応力測定", 養賢堂, (1990).
- [62] 日本材料学会X線材料強度部門委員会, "X線応力測定法標準", (1982).
- [63] 栗田, "最小二乗法による放物線およびガウス関数の迅速な計算法とその工学への応用", 日本機械学会論文集, 54-508, A(1988), 2176-2180.
- [64] 日本材料学会X線材料強度部門委員会応力測定と弾性分科会編, "格子ひずみの回折面依存性に関する共同研究結果", 材料, 20-219, (1971), 1257-1271.
- [65] Lange, F.F., James, M.R. and Green, D.J., "Determination of Residual Surface Stresses Caused by Grinding in Polycrystalline Al₂O₃", J. Am. Ceram. Soc., 66, (1983), C16-17.
- [66] 田中・松井・秋庭, "焼結アルミナのX線応力測定", 材料, 35-394, (1986), 749-754.
- [67] Walls, D. J., Evans, A. G., Marshall, D. B. and James, M. R., "Residual Stresses in Machined Ceramic Surfaces", J. Am. Ceram. Soc., 69-1, (1986), 44-47.

- [68] 田中・松井・栗村・秋庭, "焼結アルミナのX線の弾性定数", 材料, 36-407, (1986), 792-798.
- [69] 岸本・上野・河本・近藤, "常圧焼結 Si_3N_4 のX線による残留応力測定", 材料, 36-407, (1987), 810-816.
- [70] 田中・栗村・松井・秋庭, "常圧焼結窒化ケイ素のX線残留応力測定", 材料, 36-407, (1987), 817-821.
- [71] 英・藤原・藤本, "常圧, ホットプレスおよびHIP成形した Si_3N_4 セラミックスのX線応力測定の基礎", 材料, 37-413, (1988), 204-209.
- [72] 英・藤原・藤本, "ホットプレスした Si_3N_4 セラミックスの研削加工層の残留応力とその熱的安定性", 材料, 37-413, (1988), 210-215.
- [73] 田中・栗村・秋庭・鈴木・中川, "イットリア部分安定化ジルコニアのX線残留応力測定", 日本機械学会論文集, 55-510, A(1989), 318-325.
- [74] Chiu, C. C., "Determination of the Elastic Modulus and Residual Stresses in Ceramic Coating Using a Strain Gage", J. Am. Ceram. Soc., 73-7, (1990), 1999-2005.
- [75] 鈴木・田中, "研削された窒化ケイ素の残留応力と欠陥", 材料, 40-454, (1991), 818-824.
- [76] 村田・水谷・田中 "セラミックス研削面残留応力の大きさと存在深さに関する材料除去現象をもとにした一考察", 材料, 41-464, (1992), 624-630.
- [77] Eigenmann, B., Scholtes, B. and Macherauch, E., "An Improved Technique for X-ray Residual Stress Determinations on Ceramics with Steep Subsurface Stress Gradients", Residual Stress III - Science and Technology-, 1(1992), 601-606, Elsevier Applied Science.
- [78] Pfeiffer, W., "Characterization of Near-Surface Conditions of Machined Ceramics by Use of X-ray Residual Stress Measurements", Residual Stress III - Science and Technology-, 1(1992), 607-612, Elsevier Applied Science.
- [79] 坂井田・原田・田中, "低角入射X線法によるセラミックスの研削残留応力分布の評価", 材料, 42-477, (1993), 641-647.
- [80] 小田・宮川, "18Cr-8Niオーステナイト系ステンレス鋼のX線応力測定", 材料, 24-256, (1975), 22-28.

- [81] 蒲地・谷・田中, "オーステナイト系ステンレス鋼の深絞り加工材の残留応力", 材料, 24-256, (1975), 29-34.
- [82] 小田・宮川, "18Cr-8Niオーステナイト系ステンレス鋼のX線の弾性定数", 材料, 27-294, (1978), 226-229.
- [83] 宮川・小田, "18Cr-8Niオーステナイト系ステンレス鋼予ひずみ材のX線の弾性定数測定", 材料, 28-306, (1979), 218-223.
- [84] 宮川・大山・小田, "18Cr-8Niオーステナイト系ステンレス鋼X線応力測定データ処理法と精度について", 材料, 29-320, (1980), 428-433.
- [85] 宮川・大山・小田, "二相ステンレス鋼のX線応力測定", 材料, 30-330, (1981), 222-227.
- [86] 宮川・大山・小田, "複合揺動法による18-8ステンレス粗粒鋼のX線応力測定", 材料, 32-354, (1983), 292-297.
- [87] 奥村, "パソコンによるデータ解析入門", (1986), 技術評論社.
- [88] 栗谷 隆, "データ解析—アナログとデジタル—", (1983), 学会出版センター.
- [89] 鈴木・林・松原・渋谷, "イオンプレーティング(PVD)法によって窒化チタンを被覆した超硬合金の界面部組織と抗折力", 日本金属学会誌, 48-2, (1984), 214-219.
- [90] 山本・蒲地, "化学蒸着法および物理蒸着法によりTiCあるいはTiNを被覆した超鋼合金の表面残留応力", 日本金属学会誌, 49-2, (1985), 120-124.
- [91] 鈴木・松原・松尾・渋谷, "イオンプレーティング(PVD)法によって超硬合金上に被覆したTi(C,N)被膜中に生じる残留圧縮応力について", 日本金属学会誌, 49-9, (1985), 773-778.
- [92] 塩沢・韓, "PVD法によるTiN被覆炭素鋼の低サイクル疲労強度", 日本機械学会論文集, 59-559, A(1993), 733-740.
- [93] 鈴木・田中・河合, "CVD法によるTiC-SiC系被覆膜の残留応力", 日本機械学会論文集, 58-555, A(1992), 2172-2178.
- [94] 英・富永・藤原, "c軸配向した窒化アルミニウム膜のX線の残留応力解析", 材料, 42-472, (1993), 90-95.

- [95] Cohen, J. B., "Stresses in Thin Films", Adv. X-ray Analysis, 33, (1990), 25-32.
- [96] Cernik, R. J., Clark, S. M. and Pattison, P., "Study of Thin Films and Multilayers Using Energy-Dispersive Diffraction of Synchrotron Radiation", Adv. X-ray Analysis, 33, (1990), 101-107.
- [97] 橋本・長嶋・白鳥, "TiC被覆鋼材の残留応力分布と疲労強度", 材料, 39-437, (1990), 150-156.
- [98] 高瀬・遠藤・吉田・河上, "後熱処理したTiC被覆鋼のX線残留応力分布測定", 材料, 39-441, (1990), 632-637.
- [99] 田中・峰・鈴木・川瀬, "爆発溶射アルミナ被膜のX線残留応力測定", 材料, 40-448, (1991), 96-101.
- [100] Yeager, M. D., Ruud, C. O. and Chen, P. C., "The Determination of Three-Dimensional Stress Tensors on Multilayer Thin Films", J. Nondestructive Evaluation, 10-3, (1991), 79-87.
- [101] 寺崎・秋山・吉村, "蒸着膜に生じる残留応力について", 日本機械学会論文集, 59-567, A(1993), 2694-2701.
- [102] 柴野・鶴飼・但野, "白色X線の回折線ピークを利用した応力の深さ方向分布の測定法", 日本機械学会論文集, 60-571, A(1994), 784-791.
- [103] 鶴飼・柴野・石毛, "白色X線による三次元応力測定", 日本機械学会論文集, 60-575, A(1994), 1610-1616.
- [104] 柴野・鶴飼・但野, "白色X線による残留応力の深さ方向分布測定", 材料, 43-490, (1994), 806-811.
- [105] 柴野・鶴飼・但野・東藤, "白色X線法によるセラミックコーティング界面近傍の残留応力評価", 日本機械学会論文集, 61-586, A(1995), 1356-1362.
- [106] 柴野・鶴飼・但野・東藤, "白色X線法による表面仕上げされたオーステナイト系ステンレス鋼の残留応力評価", 日本機械学会論文集, 61-591, A(1995), 2469-2475.
- [107] Shibano, J., Tadano, S., Ukai, T. and Todoh M., "Polychromatic X-ray Method for Residual Stress Measurements in a Ceramic Coating Interface", Proceedings of the International Symposium on Advanced Thecnology in Experimental Mechanics, (1995), 207-212.

- [108] Shibano, J., Tadano, S. and Ukai, T., "Polychromatic X-ray Method for Residual Stress Measurements in a Subsurface Layer", Experimental Mechanics, 36-1, (1996), 24-32.
- [109] 柴野・鶴飼・但野・岡崎, "白色X線法による研削されたアルミナセラミックスの残留応力測定", 非破壊検査, 45-5, (1996), 349-355.
- [110] J. Shibano, S. Tadano, T. Ukai and M. Todoh : Polychromatic X-ray Method for Residual Stress Measurement of a Ceramic Coating Material, Experimental Mechanics, (投稿中).
- [111] 但野・東藤・柴野・鶴飼, "ハイドロキシアパタイトをコーティングしたチタンインプラントの残留応力評価", 日本機械学会論文集, (投稿中).
- [112] 柴野・但野・東藤・加藤・鶴飼, "ハイドロキシアパタイト焼結時に生じる残留応力", 日本機械学会論文集, (投稿中).

記号一覧

—第1章—

E	: X線 (光量子) のエネルギー, keV
λ	: X線の波長, Å
G	: X線の発生効率
Z	: ターゲットの原子番号
V	: 管電圧、電子の加速電圧, V
i	: 管電流、電子の加速電流, A
e	: 電子の電荷, C
λ_{SWL}	: X線最短波長, Å
m	: X線変換効率の式 (1-4) の係数
h	: Planck 定数, J·s
c	: 光速度, m/s
$\lambda_{K\alpha}$: 特性X線 $K\alpha$ の波長, Å
E_K	: K殻の電子の結合エネルギー, keV
E_L	: L殻の電子の結合エネルギー, keV
I	: X線の強度
V_K	: K系列の特性X線の励起電圧, V
n	: 特性X線の強度の式 (1-6) の係数、Bragg の条件式 (1-7) の回折次数
d	: 格子面間隔, μm
θ	: Bragg角, degree
I_0	: 入射X線の強度
x	: X線の侵入深さ, cm
I_x	: 物質表面から深さ x cm 侵入したX線の強度
μ	: 線吸収係数, $1/\text{cm}$
ρ	: 物質の密度, cm^3/g
C, D	: Victoreen の実験式 (1-12) における測定物質に依存する定数
N_A	: アボガドロ数
Z	: 吸収物質の原子番号
A	: 吸収物質の原子量
σ_{K-N}	: Klein-Nishina のコンプトン散乱全断面積の式
a, b, c	: 結晶軸

a_0, b_0, c_0	: 格子定数 (軸長)
α, β, γ	: 格子定数 (軸角)
h, k, l	: 結晶の格子面を示すミラー指数
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$: 主応力
$\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$: 主ひずみ
E_M	: 縦弾性係数, GPa
ν	: ポアソン比
$\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$: x, y, z 方向の応力
$\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z$: x, y, z 方向のひずみ
$\varepsilon_{\phi\phi}$: 図 1-13 に示される OP 方向のひずみ
M	: $\varepsilon_{\phi\phi} - \sin^2\phi$ 線図の直線のこう配
$d_{\phi\phi}$: 図 1-13 に示される OP 方向と法線が一致する回折面の面間隔
d_0	: 無応力状態の回折面の面間隔
ε_{hkl}	: 格子面 (hkl) のひずみ
d_{hkl}^s	: ひずみの有る試料の格子面間隔, μm
d_{hkl}^n	: ひずみの無い試料の格子面間隔, μm
λ_{hkl}^s	: ひずみの有る試料の格子面で回折するX線の波長, Å
λ_{hkl}^n	: ひずみの無い試料の格子面で回折するX線の波長, Å
E_{hkl}^s	: ひずみの有る試料の格子面で回折するX線のエネルギー, keV
E_{hkl}^n	: ひずみの無い試料の格子面で回折するX線のエネルギー, keV
S_{ij}	: 弾性コンプライアンス定数 ($i, j = 1 \sim 6$), $1/\text{MPa}$
S_0	: 式 (1-37) で定義される値, $1/\text{MPa}$
Γ	: 方位関数
γ	: X線の弾性定数を算出するための Kröner モデルにおける Voigt モデルと Reuss モデルの混合比
E_{hkl}	: 格子面 (hkl) で回折するX線のピークのエネルギー, keV
E_{hkl}^e	: 格子面 (hkl) で回折するX線のエスケープピークエネルギー, keV

—第2章—

I	: 回折X線強度
I_0	: 入射X線強度
ϕ_0	: X線の入射角, degree
l_1, l_2	: 回折X線の経路長さ, μm
μ	: 線吸収係数, $1/\text{cm}$
$2\theta_M(z)$: 深さ z まで薄層除去された試料の特性X線による測定回折角, degree

- $2\theta(\zeta)$: 深さ ζ に存在する結晶における特性 X 線の回折角, degree
 $\sigma(z)$: 深さ z に沿って変化する残留応力, MPa
 a : 応力こう配, MPa/ μm
 σ_0 : 表面の残留応力値, MPa
 $\sigma_M(\psi_0)$: 回折線プロファイルのピーク位置の回折角から計算される応力, MPa
 $z(\psi_0)$: $\sigma_M(\psi_0)$ に対応する深さ, μm
 σ_{Cr} : Cr 特性 X 線によって測定された応力, MPa
 σ_{Co} : Co 特性 X 線によって測定された応力, MPa
 z_{Cr} : σ_{Cr} に対応する深さ, μm
 z_{Co} : σ_{Co} に対応する深さ, μm

—第3章—

- $I_R(E, z)$: 回折 X 線の強度
 $\bar{\varepsilon}_{hkl}$: 格子面 (hkl) の平均のひずみ
 $\bar{\rho}$: 試料の平均密度, cm^3/g
 g_i : 線吸収係数算出の際に用いる i 番目の元素の質量割合
 $(\mu/\rho)_i$: i 番目の元素の質量吸収係数, cm^2/g
 I_∞ : 格子面 (hkl) で回折する X 線の全強度
 $f(z, E_{hkl})$: 全回折強度 I_∞ に対し、深さ z で回折する X 線の強度 I_R の割合
 σ_1, σ_2 : 主応力, MPa
 $\bar{\varepsilon}^{\phi}_{hkl}$: 方向角 ϕ 、傾き角 ψ 方向の平均のひずみ
 \bar{z}^{ϕ}_{hkl} : 方向角 ϕ 、傾き角 ψ 方向の平均のひずみに対応する侵入深さ
 α, β, γ : ひずみの深さ分布を指数関数近似した場合の式の定数
 $d(z)$: 格子面間隔の深さ方向分布
 \bar{d} : 平均の格子面間隔
 d_0 : 無ひずみ試料の格子面間隔
 p, q : 格子面間隔の深さ方向分布を直線近似した場合の式の定数
 t : 格子面間隔の分布が一定となる深さ, μm
 p', q' : 格子面間隔の深さ分布を直線近似した場合の定数
 d_c : 深さ方向に一定の格子面間隔
 ξ, η, ζ : 格子面間隔の深さ分布を指数関数近似した場合の式の定数

—第4章—

- l, m, n : 方向余弦
 ε : l, m, n の方向余弦をもつ方向のひずみ

- ε_i : 独立な方向余弦 l, m, n をもつ方向のひずみ ($i = 1 \sim 6$)
 $\varepsilon_x, \varepsilon_y,$
 $\varepsilon_z, \gamma_{xy},$
 γ_{yz}, γ_{zx} : ひずみの 6 成分
 $\{\varepsilon_i\}$: ε_i ($i = 1 \sim 6$) からなる列ベクトル
 $\{\varepsilon\}$: $\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z, \gamma_{xy}, \gamma_{yz}, \gamma_{zx}$ からなる列ベクトル
 $[A]$: 方向余弦からなるマトリックス
 $[D_i]$: $[A]$ マトリックスの第 i 列を列ベクトル $\{\varepsilon_i\}$ で置き換えたマトリックス
 $|A|$: マトリックス $[A]$ の行列式
 $|D_i|$: マトリックス $[D_i]$ の行列式
 $\sigma_x, \sigma_y,$
 $\sigma_z, \tau_{xy},$
 τ_{yz}, τ_{zx} : 応力の 6 成分
 ε_s : 式 (4-68) で定義されるひずみ
 a_j : 最小二乗近似に用いる式の j 番目の係数
 $s^2(a_j)$: 係数 a_j の分散
 y_i : 測定値
 s_i : 各測定値の標準偏差
 α_0 : 式 (4-74) で定義される定数
 α_{ij} : 式 (4-75) ~ (4-83) で定義される定数 ($i, j = 1 \sim 6$)
 $\Delta\sigma_x$: σ_x の誤差
 $\Delta\sigma_y$: σ_y の誤差
 $\Delta\tau_{xy}$: τ_{xy} の誤差

—第5章—

- $I_R(E, z)$: コーティング層の回折 X 線強度
 $I'_R(E, z)$: 基材の回折 X 線強度
 $\mu(E)$: コーティング層の線吸収係数, $1/\text{cm}$
 $\mu'(E)$: 基材の線吸収係数, $1/\text{cm}$
 κ : コーティング層の反射係数
 κ' : 基材の反射係数
 t : コーティング層の厚さ, μm
 a, b : コーティング層におけるひずみ分布式 (5-9) で定義される定数
 a', b', c' : 基材におけるひずみ分布式 (5-10) で定義される定数
 $\bar{\varepsilon}^{\phi}_{hkl}$: コーティング層における格子面 (hkl) の傾き角 ψ 方向の平均のひずみ

$\bar{\varepsilon}^{\phi}_{hkl}$: 基材における格子面 (hkl) の傾き角 ϕ 方向の平均のひずみ
\bar{z}^{ϕ}_{hkl}	: コーティング層における傾き角 ϕ 方向の平均のひずみに対応した侵入深さ
\bar{z}'^{ϕ}_{hkl}	: 基材における傾き角 ϕ 方向の平均のひずみに対応する侵入深さ
M	: 式 (5-23) で定義される $E - \sin^2 \phi$ 線図の傾き
K	: $\sin^2 \phi$ 法における応力定数
σ_T	: 熱応力, MPa
E_{TiN}	: TiN の縦弾性係数, GPa
ν_{TiN}	: TiN のポアソン比
α_{TiN}	: TiN の熱膨張係数
α_{SUS316}	: SUS316 の熱膨張係数
ΔT	: スパッタリング前後のコーティング材の温度差, degree

—第6章—

$\varepsilon_{hkl}(z)$: ひずみの深さ方向分布
z	: 深さ, μm
A	: ひずみの深さ方向分布のこう配, $1/\mu m$
B	: 試料表面のひずみ値
$d_{hkl}(z)$: 格子面の面間隔の深さ方向分布, μm
d_{hkl}^0	: 無ひずみ試料の格子面の面間隔, μm
a	: 格子面間隔の深さ方向分布のこう配
b	: 試料表面の格子面間隔, μm
$I(E, z)$: 回折 X 線の強度
κ	: X 線反射係数
I_0	: 入射 X 線強度
$\mu(E)$: エネルギー E の X 線に対する線吸収係数, $1/\mu m$
ϕ	: 傾き角, degree
$T(E)$: 回折 X 線スペクトル
ρ	: 物質の密度, cm^3/g
$R(E, E')$: SSD の応答関数
$\hat{\sigma}(E)$: ガウス分布の標準偏差
$FWHM(E)$: 回折線プロファイルの半価幅
$M(E)$: SSD における回折線プロファイル
M_i	: MCA における離散的な回折線プロファイル
p	: エネルギー較正式の定数, keV

q	: エネルギー較正式の定数, keV/Channel
CN	: MCA のチャンネル No.
s, t, u	: プロファイルピークを求めるためのガウス分布式の定数
E_0^p	: 無ひずみ試料から得られる回折線のピークエネルギー, keV
E^p	: 有ひずみ試料から得られる回折線のピークエネルギー, keV
ΔE	: MCA の最小測定エネルギー間隔, keV
ε_{ϕ}	: ϕ 方向のひずみ
σ_x	: x 方向の残留応力, MPa
ε_z	: z 方向のひずみ
E_M	: 縦弾性係数, GPa
ν	: ポアソン比

