

展望

放射光の鉄鋼研究への応用-2

放射光によるX線応力解析の基礎と応用

Fundamentals and Applications of X-Ray Stress Analysis Using Synchrotron Radiation

秋庭義明
Yoshiaki Akiniwa

名古屋大学 大学院工学研究科
機械理工学専攻

1 はじめに

構造用部材の設計、製作、維持保全においては、外部より作用する負荷応力のみならず、機械加工、熱処理、表面処理、溶接等によって生じる残留応力の把握が不可欠である。特に、機械構造部材の損傷で最も問題となる疲労や応力腐食割れの場合には、部材表面もしくは表面下の応力分布の評価が重要である。

X線応力測定法は、多結晶材料中の応力を、非破壊的に測定する手法として極めて有用であり、その標準化が図られるとともに現場技術として実用化され^{1,2)}、多方面で利用されてきている。近年、構造部材中の応力測定法に関する要求はますます厳しくなっており、微小領域内の応力や、材料内部の応力分布の評価が求められるようになってきた。前者では、急激な応力勾配が存在するような応力集中部の応力分布や、MEMSのような部材そのものが微小である場合が対象となる。また、極薄膜のように平面内では十分大きな領域でも、厚さが極めて薄い場合も同様である。このような場合、従来のX線法(封入管を用いたX線回折装置による測定法)では、測定に極めて長時間を要し、また必ずしも十分な精度が得られない場合が多く限界があった。また後者では、各種機械加工面、ピーニング等の表面処理材の内部応力分布が対象となるが、X線の侵入深さが数 μm 程度であるため、機械加工や表面改質によって導入される数100 μm 程度の領域に広がる残留応力分布を得るためには、電解研磨によって表面層を数 μm 除去して、その時点での表面近傍の残留応力を測定、再び表面層の除去、測定を繰り返す手法が用いられてきた。しかしながら、この逐次表面除去法で測定された残留応力には表面を除去したことによる残留応力の再配分の効果が含まれるため、それを補正する必要があり、かつ厳密な意味での非破壊測定ではないため、実製品そのものの測定はできない等の問題があった。

封入管を用いたX線に対して、挿入光源が設置された第3世代の放射光では、高輝度のX線を任意の波長で取り出すことができ($K\alpha 1$ と $K\alpha 2$ の問題もない)、平行性にも優れるため、微小部の応力測定に適する^{3,4)}。また、100 keVを超える高エネルギーのX線を得ることができる。高エネルギーのX線になるほど波長は短く、X線の侵入深さは大きくなり、封入管X線としてよく用いられるCr- $K\alpha$ 特性X線と比較して、数100倍以上材料内部の情報を得ることもできる。中性子法では、さらに内部の情報が得られるものの、回折強度が弱いために数 mm^3 程度以上の測定体積が必要とされ、空間分解能に限界がある^{5,6)}。実験室X線、放射光、中性子法いずれも結晶からの回折を原理としており、回折面間隔の変化を捉えるが、得られる情報範囲の違いが3者の相補性を生む。本稿では、放射光の特徴を利用したひずみ・応力解析の基礎を略述した後、これまでの応力評価研究について紹介し、今後の展望を述べる。

2 X線応力測定の原理

2.1 $\sin^2 \psi$ 法

材料に応力が作用してひずみが生じると、格子間隔が変化する。X線応力測定法は、X線の回折現象を利用して格子間隔を測定し、これをもとに応力を求めようとするものである。図1は多結晶材料におけるX線の回折を模式的に表したものである。波長 λ のX線を入射すると、次のBraggの条件を満足する回折角 θ に回折X線が観察される。

$$\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots (1)$$

ここで d は回折格子面の間隔である。いま、無ひずみ状態での回折面間隔を d_0 、回折角を θ_0 とし、変形後のそれらをそれぞれ $d = d_0 + \Delta d$ 、 $\theta = \theta_0 + \Delta \theta$ とする。入射X線の波長を一定とすると、回折角の変化量 $\Delta \theta$ は式(1)より次のよう

になる。

$$\begin{aligned} \Delta\theta &= \theta - \theta_0 \\ &= -\tan\theta_0 \cdot (\Delta d/d_0) \\ &= -\tan\theta_0 \cdot \epsilon \dots\dots\dots(2) \end{aligned}$$

上式より、回折角変化からひずみ ϵ が求められる。ここで、同一のひずみに対して $\tan\theta_0$ が大きいほど、つまり θ_0 が 90° に近いほど回折角変化も大きくなり、ひずみ感度が高くなる。

図2に示すように応力測定点をOとし、主応力および主ひずみをそれぞれ $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3, \epsilon_1, \epsilon_2, \epsilon_3$ とする。ここで、X線侵入深さが浅い場合、平面応力状態 ($\sigma_3=0$) とみなすことができる。試料面内で、主応力 σ_1 方向から ϕ だけ回転した方向に $x-y$ 軸をとり、それぞれの方向の応力を σ_x, σ_y とすると、ひずみ $\epsilon_x, \epsilon_y, \epsilon_z$ は次式で与えられる。

$$\begin{aligned} \epsilon_x &= (\sigma_x - \nu\sigma_y)/E \\ \epsilon_y &= (\sigma_y - \nu\sigma_x)/E \\ \epsilon_z &= \epsilon_3 = -\nu(\sigma_x + \sigma_y)/E \dots\dots\dots(3) \end{aligned}$$

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比である。

いま、測定したい応力を σ_x とする。図2でOP方向のひずみ ϵ_ψ は主ひずみを用いて次のように表わせる。

$$\begin{aligned} \epsilon_\psi &= \epsilon_1 \cos^2\phi \sin^2\psi + \epsilon_2 \sin^2\phi \sin^2\psi + \epsilon_3 \cos^2\psi \\ &= (\epsilon_1 \cos^2\phi + \epsilon_2 \sin^2\phi) \sin^2\psi + \epsilon_3 (1 - \sin^2\psi) \dots\dots\dots(4) \end{aligned}$$

ここで、ひずみの変換式および式 (3) を用いると次式が得られる。

$$\epsilon_\psi = [(1+\nu)/E] \sigma_x \sin^2\psi - (\nu/E) (\sigma_x + \sigma_y) \dots\dots(5)$$

式 (2) を用いると、回折角で表わすことができる。

$$\begin{aligned} 2\theta &= -2[(1+\nu)/E] \tan\theta_0 \sigma_x \sin^2\psi \\ &\quad + (2\nu/E) \tan\theta_0 (\sigma_x + \sigma_y) + 2\theta_0 \dots\dots\dots(6) \end{aligned}$$

すなわち、回折角 2θ と $\sin^2\psi$ の関係をプロットすると ($\sin^2\psi$ 線図)、両者は直線関係となり、その傾きは弾性定数と σ_x の積となる。従って、あらかじめ弾性定数がわかっているならば、 2θ と $\sin^2\psi$ の関係の傾きより σ_x を求めることができる。本方法は $\sin^2\psi$ 法と称され、無ひずみ状態での回折角が $\tan\theta_0$ の積としてのみ関係するため、 θ_0 に高精度が要求されない点に優れ、現場技術として活用されるゆえんである。

なお、上述の弾性定数 E および ν は、機械的な値とは異なり、回折面に依存するためX線の弾性定数と称され、あらかじめ既知の応力に対して測定しておく必要がある。

X線の侵入深さ内で急激な応力勾配がある場合や、集合組織がある場合、また三軸応力状態にある場合には $\sin^2\psi$ 線図は非線形になり、他の解析手法を用いる必要がある。

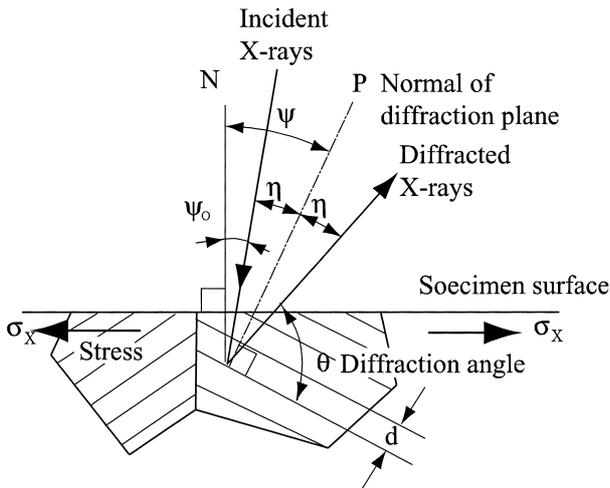


図1 X線の回折

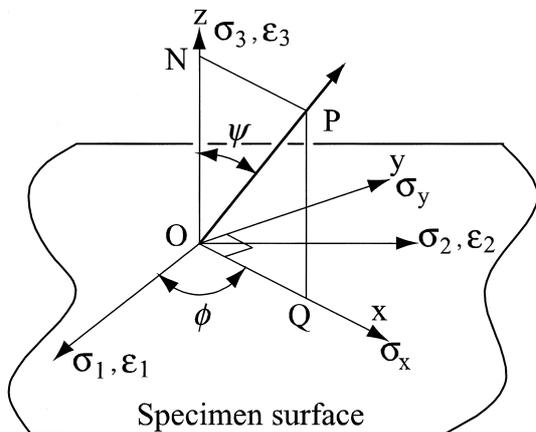


図2 試料表面での応力状態

2.2 非線形解析法

X線により測定される応力は、表面下の応力分布の重み付き平均であり、次式で与えられる⁷⁻⁹⁾。

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

ここで、 z は表面からの距離、 $\sigma(z)$ は残留応力分布、 h は板厚、 T は侵入深さである。試験片厚さが、侵入深さ T に対して十分大きいとすると次式となる。

$$\langle \sigma_x(T) \rangle = \frac{1}{T} \int_0^h \sigma(z) \exp(-z/T) dz \dots\dots\dots(8)$$

また、X線で測定される回折角も重み付き平均応力で表されるため、回折角は次式で与えられる。

$$\langle 2\theta \rangle = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \langle \sigma_x(T) \rangle \sin^2 \Psi$$

$$+ \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 \left(\langle \sigma_x(T) \rangle + \langle \sigma_y(T) \rangle \right) + 2\theta_0 \dots (9)$$

ここで、 $\langle \sigma_x(T) \rangle$ は式 (7) より得られる。 $\langle \sigma_x(T) \rangle$ が内部方向に分布を有する場合、 ψ 角の変化とともに侵入深さが変化するため、 $\sin^2 \psi$ 線図は非線形となる。実験的に得られた非線形な $\sin^2 \psi$ 線図をもとに、逆問題解析することによって $\sigma(z)$ を求めることができる。

2.3 X線侵入深さ一定法

前述のごとく、X線法によって測定される応力は、試料内部方向の重み付き平均であり、式 (7) で与えられる。このとき、 ψ 角の変化によらず侵入深さを一定にすることができれば、 $\sin^2 \psi$ 線図は直線となり、非線形解析によらずに残留応力が評価できる。

並傾法におけるX線経路についての模式図を図3に示す。ここで、側傾法に対する χ 軸回転を重畳すると、X線の侵入深さは次式で表される¹⁰⁾。

$$T = \frac{\cos \chi \sin \omega}{\mu} \frac{\sin(2\theta - \omega)}{\sin \omega + \sin(2\theta - \omega)} \dots (10)$$

ここで、 μ は線吸収係数である。試料面法線と回折面法線のなす角度 ψ は、 χ と ω を用いて次式のようになる。

$$\cos \Psi = \cos \chi \cos(\theta - \omega) \dots (11)$$

すなわち、式 (10) (11) を用いて、任意の ψ 角を与えることによって、侵入深さ T が一定となるような ω 、 χ を決定することができる。これは秋庭らによって初めて提案された手法であり、侵入深さ一定法と称されている¹¹⁾。

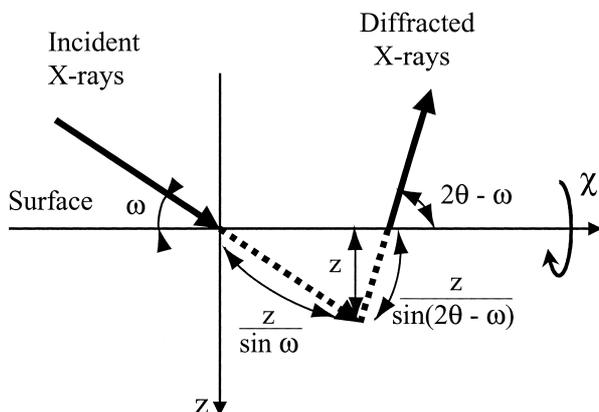


図3 X線経路

なお、 $\psi = 0$ における侵入深さは次式となる。

$$T_0 = \frac{\sin \theta_0}{2\mu} \dots (12)$$

柳瀬ら¹⁰⁾ は入射角を一定とする条件で、近似的に侵入深さを一定とする方法を提案している。入射角を α とすると、 α と χ 、 ω は次式で関係する。

$$\sin \alpha = \cos \chi \sin \omega \dots (13)$$

ただし、厳密には α が小さい場合に侵入深さがほぼ一定となるものの、 α が大きくなるにつれてその誤差が大きくなることに注意する必要がある。

侵入深さ一定の条件のもとで測定された応力 $\langle \sigma_x(T) \rangle$ は、逆ラプラス変換することにより実残留応力分布 $\sigma(z)$ へと変換することができる。

3 高エネルギーX線による応力分布測定

3.1 $\sin^2 \psi$ 法

前述のように疲労破壊や応力腐食割れに対しては、表面近傍の引張残留応力の影響が極めて大きく、破壊強度の向上には表面処理による圧縮残留応力の導入が有効となる。表面圧縮残留応力の導入手法としては、従来からショットピーニングが用いられており、近年では施工の簡易さや材料深部までの圧縮層の形成を目的としたウォータージェットピーニング¹²⁾ やレーザーピーニング¹³⁾ が開発されている。これらの表面処理に際しては、極表面での応力のみならず、その加工層である0.1 mmから1 mm程度までの内部の応力分布が重要であり、その高精度な測定が品質管理に際して求められる。

放射光では、高エネルギーのX線を得ることができるため、材料内部の情報を得ることができる。図4には、炭素鋼に対

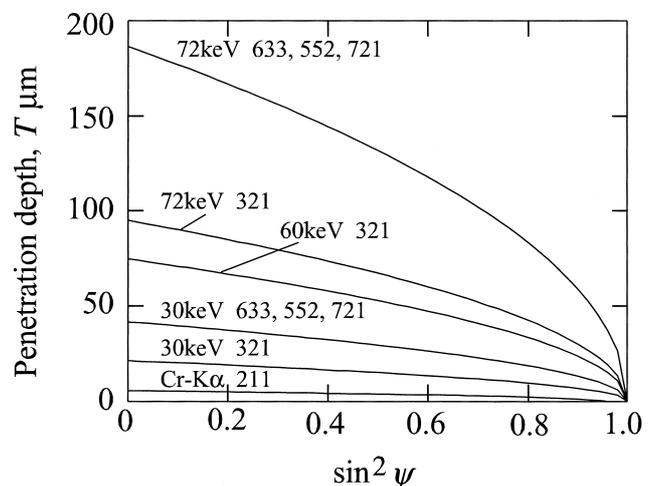


図4 侵入深さと $\sin^2 \psi$ の関係

する侵入深さ T と $\sin^2\psi$ の関係を示す。ここで、Cr- $K\alpha$ 線の場合は並傾法で、その他は側傾法の侵入深さを示す。高エネルギーでは強い回折は低角にしか生じないため、広範囲の $\sin^2\psi$ に対して測定するためには側傾法を用いなければならない。 $\sin^2\psi = 0$ での侵入深さ T_0 は、Cr- $K\alpha$ 線で $5.5\ \mu\text{m}$ であるのに対して $72\ \text{keV}$ では最大 $186\ \mu\text{m}$ となり、約34倍内部まで侵入する。

図5は、表1に示した条件でショットピーニング処理したS45C材の残留応力分布である。表面を電解研磨によって逐次研磨し、実験室X線装置を用いてCr- $K\alpha$ 線で測定した。図中の白抜き印は測定値で、黒塗り印は表面除去の影響を補正した後の値である。圧縮残留応力深さはMP材、HP材について、それぞれ約130および約300 μm である。

同一の材料についてSPring-8のビームラインBL02B1にて測定した。図6 (a) は $72\ \text{keV}$ でFe321回折面について得られたMP材の $\sin^2\psi$ 線図の例である。 $\sin^2\psi$ が0から0.5の範囲では、おおよそ直線近似が可能である。これより得られる残留応力を (b) に示す。ここで横軸は侵入深さ T であり、 T_0 に対してプロットした。図中の○印は、図5に示した逐次研磨法の補正後のデータを式 (7) で変換した後の値である。さらに図中には、2つの回折面と3種類のエネルギーの組み合わせで得られるデータをプロットした¹⁴⁾。高エネルギーで非破壊的に測定した値は、逐次表面除去法に比較して、侵入深さが浅いところではやや大きめに、深いところではやや低めの圧縮応力となっているものの、おおよそ一致している。

表1 ショットピーニング条件

Specimen	Nominal shot diameter (mm)	Air pressure (MPa)	Coverage (%)
HP	0.8	0.3	100
MP	0.4	0.15	60~70

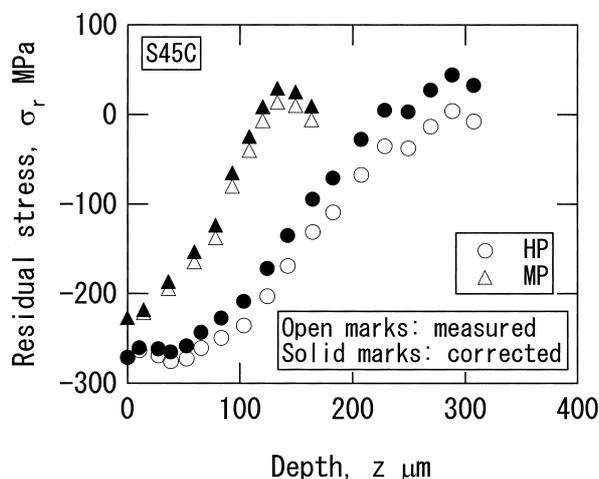
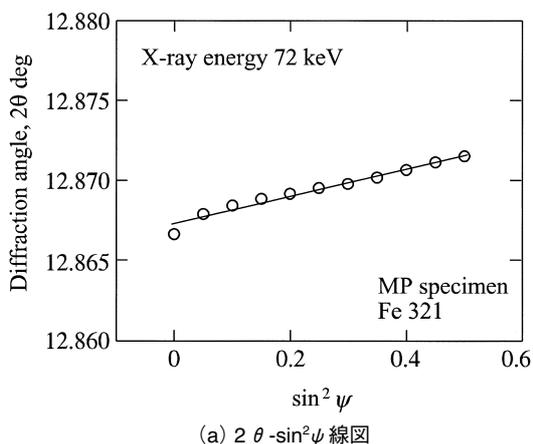


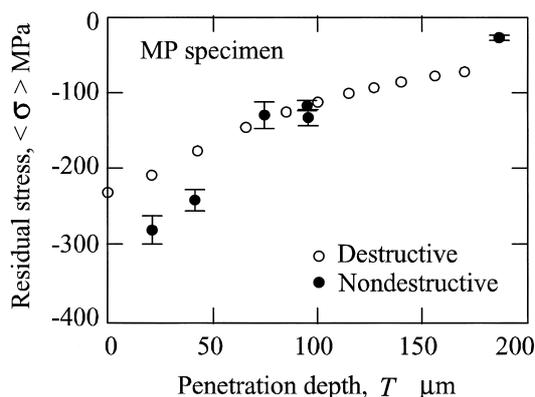
図5 逐次研磨法によるショットピーニング材の内部応力分布

3.2 非線形解析

図6に示したように $\sin^2\psi$ が0.5程度まででは、 $\sin^2\psi$ 線図は直線近似が可能であったが、より広範囲では直線で近似できなくなる。図7はHP材のFe633, 552, 721回折面より得られた $\sin^2\psi$ 線図である。やはり $\sin^2\psi$ が0.5程度までは直線近似が可能であるが、それ以上になると非線形になり下に凸部



(a) $2\theta - \sin^2\psi$ 線図



(b) 残留応力と侵入深さの関係

図6 $\sin^2\psi$ 法による材料内部の応力分布

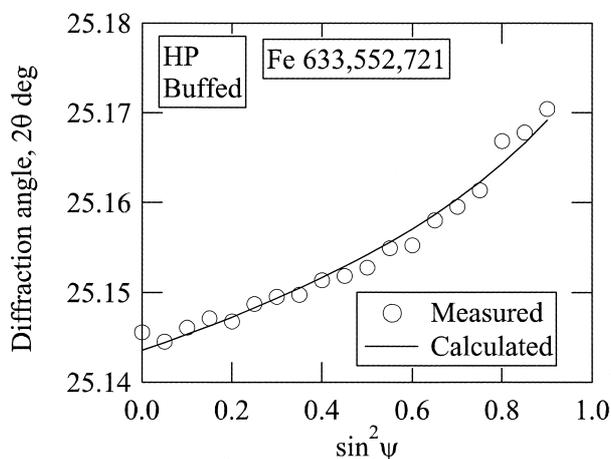
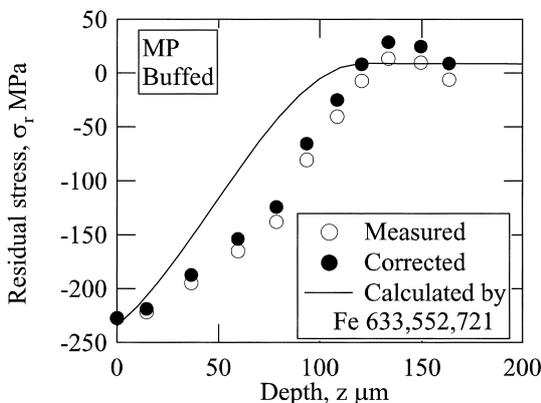


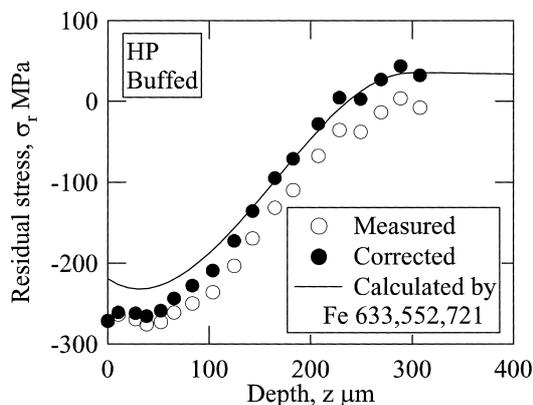
図7 広範囲の $\sin^2\psi$ 線図

の曲線になる。これは、 $\sin^2\psi$ の増加とともに、侵入深さが浅くなり、より表面の影響が強く表れることが原因である。図中の実線は、逐次研磨法によって得られた残留応力分布をもとに、式(9)によって回折角を求めた結果であり、両者は極めてよく一致することがわかる¹¹⁾。

実際の残留応力の分布形は、図5に示したように複雑な関数によって表現されなければならないが、近似的には多項式を用いることができる。図8は、簡単のため3次多項式を仮定して、残留応力分布の逆問題解析を行った結果である¹¹⁾。図中実線が計算結果である。(a)のMP材についてみると、深さが50~80 μm 程度の中間領域では実験結果の方が圧縮残留応力がやや大きい、表面および圧縮残留応力が消失する深さは実験結果と計算結果はほぼ一致する。(b)のHP材では、100 μm 以下の表面近傍で若干実験値の方が圧縮に大きい、中間領域および残留応力が消失する深さはよく一致する。ただし、ショットピーニング材のように表面の粗さが大きい場合には、表面近傍の情報が重みつき平均として重畳されるため、平滑表面としての計算結果に対して、誤差が大きくなることに注意する必要がある。



(a) MP材



(b) HP材

図8 非線形解析による材料内部の応力分布

3.3 侵入深さ一定法

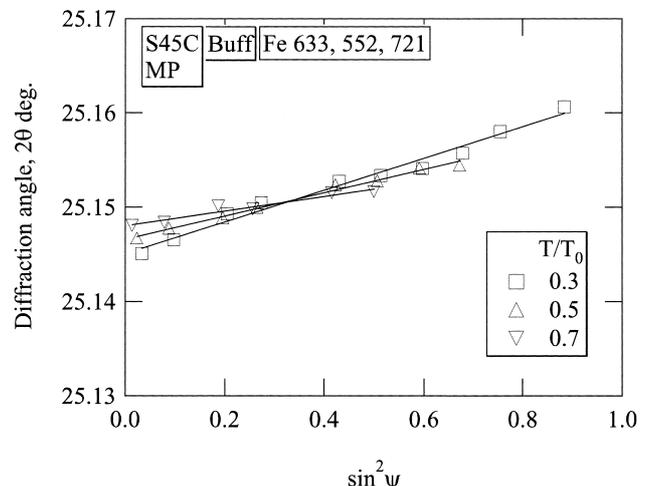
側傾法と並傾法とを重畳させることによって、侵入深さ一定の条件での測定が可能である。図9にMP材で得られた $\sin^2\psi$ 線図を示す¹¹⁾。これは、図7と同じ試料である。 T/T_0 が0.3、0.5および0.7について測定した。このとき、測定可能な最大の $\sin^2\psi$ は侵入深さによって制限され、それぞれ0.88、0.67および0.5までとなる。図7では、 $\sin^2\psi$ が0.5以上では明らかに非線形性が認められるが、図9では T/T_0 が0.3の場合、 $\sin^2\psi$ が0.88まで $\sin^2\psi$ 線図はほぼ直線で近似可能であり、侵入深さ一定法の有効性が認められる。直線の勾配は侵入深さが深くなるほど小さくなり、より内部までの重み付き平均を測定していることがわかる。

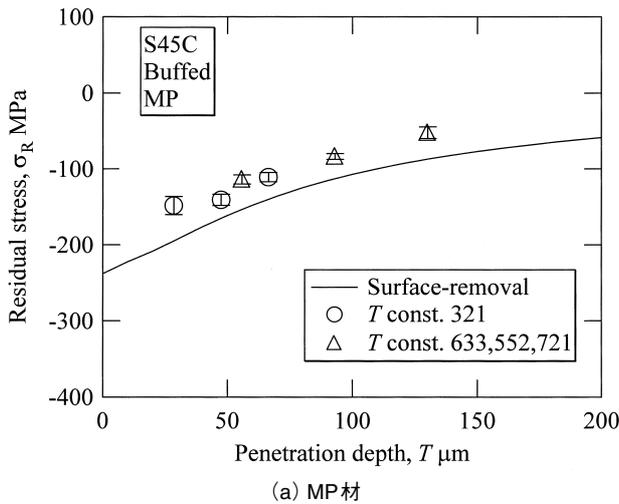
図10に残留応力分布を示す。横軸は侵入深さである。図中の丸印および三角印は、それぞれ321回折および633、552、721回折で得られた結果である。図中の実線は逐次研磨法で測定した残留応力分布を5次の多項式で近似し、重み付きの値として計算したものである。測定結果は実線にほぼ一致していることがわかる。

4 微小領域の応力測定

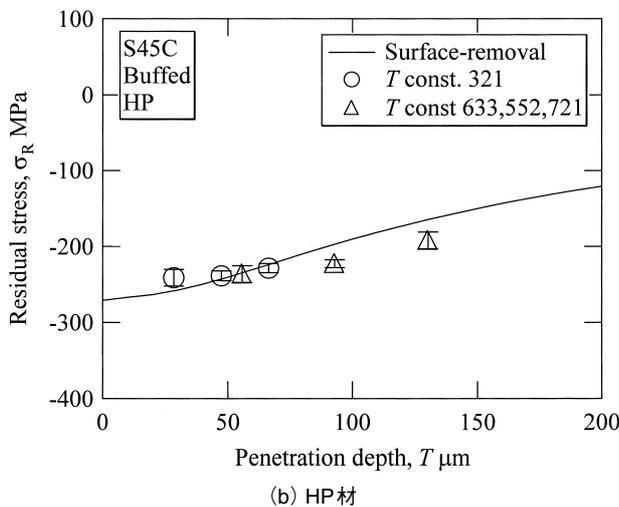
材料の破壊は通常応力の集中部から生じ、そこには急激な応力勾配が存在する。このような領域の測定では、照射域をなるべく小さくする必要があるが、回折X線強度が弱くなるため、測定が困難になる。挿入光源を有する第3世代の放射光では高輝度のX線が得られるため、このような測定に適する。

図11は、微細粒鉄鋼(平均結晶粒径2 μm)の疲労き裂およびき裂前方の応力分布である¹⁵⁾。照射域寸法は100 \times 100 μm で、SPring-8のBL09XUで負荷及び除荷状態で

図9 侵入深さ一定法による $\sin^2\psi$ 線図



(a) MP材



(b) HP材

図10 侵入深さ一定法による材料内部の応力分布

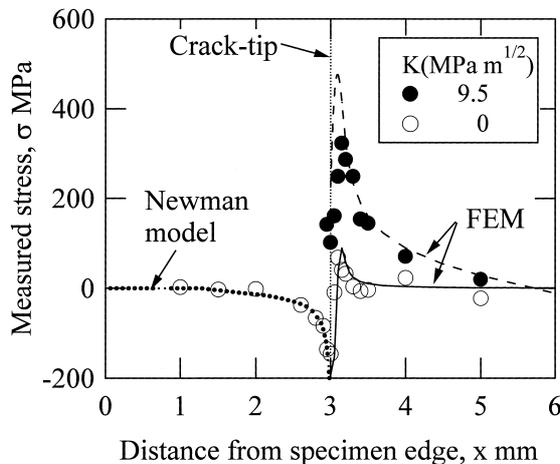


図11 疲労き裂近傍の応力分布

$\sin^2\psi$ 法によってその場測定した。図中の実線、破線は有限要素法によって得られた解析結果であり、実験結果と良く一致しており、急激な応力勾配がある場合でも高精度に応力分布が求められることがわかる。また点線は、き裂閉口を考慮した伝ばシミュレーション結果より得られた解析値であるが、やはり実験結果と良く一致しており、疲労き裂の解析に有効な手法であることがわかる。同様の測定は、セラミックス¹⁶⁾や複合材料のき裂材にも適用されており、高エネルギーでの応力マッピングも試みられている^{3, 17, 18)}。

微小領域の応力測定では、結晶粒径に対して相対的にX線照射面積が小さくなると照射域中の結晶数が少なくなり、回折プロファイルが乱れたり、多結晶体としての等方性弾性論が適用できなくなるため注意が必要である。

5 被覆膜・薄膜の応力測定

ガスタービンの高効率化や機械加工工具の長寿命化を目的としたセラミックス被覆や、高性能半導体デバイスの開発においては、膜内の応力評価技術の確立が不可欠である。前者では多層被膜になる場合も多く、非破壊的に内部の応力を評価するために、放射光の高エネルギー^{19, 20)}、高輝度^{21, 22)}の特徴が利用され、10 nmの極薄膜の応力測定も可能となっている。なお、薄膜では繊維配向することが多いため測定に際しては注意が必要である²³⁻²⁵⁾。

6 おわりに

放射光では、実験室X線発生源からは得られないような、高輝度、高指向性、高エネルギーのX線が得られる。本稿で述べたように、応力評価の趨勢は、これらの特徴を利用した高エネルギーによる内部測定と、微小(極薄)領域の測定に大別できる。特に高エネルギーについては、中性子法以上の高空間分解能を生かして、特定点の応力評価から2次元さらには3次元の広範囲のひずみ・応力マッピングが可能となってきている^{26, 27)}。また、微小領域測定では、サブミクロンのビーム作製も可能となっており、極微小領域の応力評価に期待がよせられている²⁸⁾。

現在、放射光を利用した応力評価に関しては、日本機械学会材料力学部門の「放射光応力評価の実用化に関する研究会」(A-TS03-20)を中心として、産業応用を目指した活動が続けられている。また、国際的にはVAMAS TWA20の活動として、放射光を利用した応力測定法の国際標準化の活動が始まっている。世界でも屈指の放射光設備であるSPring-8の果たすべき役割は大きい。

参考文献

- 1) 改著X線応力測定法, 日本材料学会編, 養賢堂, (1981)
- 2) X線応力測定法標準—鉄鋼編—, 日本材料学会, JSMS-SD-5-02, (2002)
- 3) M. Preuss, G. Rauchs, T.J.A. Doel, A. Steuwer, P. Bowen and P.J. Withers : *Acta Mat.*, 51, (2003) 4, 1045.
- 4) 田中啓介, 秋庭義明 : *材料*, 52 (2003) 12, 1435.
- 5) K. Tanaka, Y. Akiniwa and M. Hayashi : *Material Science Research international*, 8, (2002) 4, 165.
- 6) 秋庭義明, 田中啓介 : *波紋*, 13 (2003) 2, 112.
- 7) 英崇夫, 藤原晴夫, 西岡一水 : *材料*, 30 (1981), 330, 274.
- 8) 吉岡靖夫, 佐々木敏彦, 倉本眞實 : *非破壊検査*, 34 (1985) 3, 52.
- 9) 鈴木賢治, 田中啓介, 坂井田喜久 : *材料*, 45 (1996) 7, 759.
- 10) 柳瀬悦也, 西尾光司, 楠見之博, 新井和夫, 鈴木賢治, 秋庭義明, 田中啓介 : *材料*, 51 (2002) 12, 1429.
- 11) 秋庭義明, 田中啓介, 鈴木賢治, 柳瀬悦也, 西尾光司, 楠見之博, 尾角英毅, 新井和夫 : *日本材料学会, 第38回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集*, (2002), 47.
- 12) 榎本邦夫, 平野克彦, 望月正人, 黒沢幸一, 斎藤英世, 林英策 : *材料*, 45 (1996) 7, 734.
- 13) 小畑稔, 久保達也, 佐野雄二, 依田正樹, 向井成彦, 嶋誠之, 菅野眞紀 : *材料*, 49 (2000) 2, 193.
- 14) 柳瀬悦也, 西尾光司, 楠見之博, 新井和夫, 鈴木賢治, 秋庭義明, 來海博央, 田中啓介 : *材料*, 51 (2002) 7, 756.
- 15) 秋庭義明, 木村英彦, 田中啓介 : *材料*, 53 (2004) 7, 752.
- 16) 坂井田喜久 : *材料*, 53 (2004) 7, 758.
- 17) A.M. Korsunsky and K.E. James : *Materials Science Forum*, 404-407, (2002), 329.
- 18) H.F. Poulsen, T. Lorentzen, R. Feidenhans' l, and Y.-L. Liu : *Met. Mat. Trans.*, 28A, (1997) 2, 237.
- 19) D. Dantz, C. Genzel, W. Reimers and K.-D. Liss : *ICRS-6*, (2001), 717.
- 20) 鈴木賢治, 田中啓介, 秋庭義明, 川村昌志, 西尾光司, 尾角英毅 : *材料*, 52 (2003) 7, 756.
- 21) 土屋新, 大鹿高歳, 阿川智 : *日本機械学会分科会 (P-SC327) 成果報告書*, (2003), 26.
- 22) 英崇夫 : *日本機械学会調査研究分科会 (P-SC327) 成果報告書*, (2003), 31.
- 23) K. Tanaka, Y. Akiniwa, K. Inoue and H. Ohta : *JSME International Journal, Ser. A*, 41, (1998) 2, 290.
- 24) T. Hanabusa : *Material Science Research international*, 5, (2000) 2, 63.
- 25) T. Ito, K. Tanaka, Y. Akiniwa, T. Ishii and Y. Miki : *JSME International Journal, Ser. A*, 46, (2003) 1, 86.
- 26) P. J. Webster, W. P. Kang, D. J. Hughes and P. J. Withers : *ICRS-6*, (2001), 743.
- 27) P. J. Websters, D.J. Hughes, G. Mills and G.B.M. Vaughan : *Materials Science Forum*, 404-407, (2002), 767.
- 28) J. Matsui, Y. Tsusaka, K. Yokoyama, S. Takeda, M. Urakawa, Y. Kagoshima and S. Kimura : *Materials Science Research Inter. Special Tech. Publ.*, 1, (2001), 374.

(2004年5月13日受付)