

博士論文

ショットピーニング処理表面の
微視的応力分布に関する研究

東京都市大学 工学研究科

機械システム工学 専攻

学 籍 番 号 1 2 9 1 2 0 3

氏 名 安 川 昇 一

指 導 教 授 名 大 谷 眞 一

目次

第1章 序論	1
1.1 研究背景と目的.....	1
1.2 構成	8
参考文献	10
第2章 X線応力測定の原理とDRS法の開発	12
2.1 緒言	12
2.2 X線回折と応力.....	12
2.2.1 応力場と応力テンソル.....	12
2.2.2 主応力	14
2.2.3 X線回折を用いた応力解析.....	15
2.2.4 $\sin^2\psi$ 法の基礎式展開とその誤差要因	17
2.3 Direct Refinement Solution (DRS)法	18
2.3.1 DRS法開発の目的.....	18
2.3.2 計算方法	19
2.3.3 σ_{33} を0あるいは小さな定数と見なせない場合	20
2.3.4 単一入射への応用.....	20
2.3.5 シミュレーションによる計算精度の検証.....	23
2.4 従来の $\sin^2\psi$ 法との測定結果の比較検証.....	27
2.5 結言	28
参考文献	29
第3章 微小領域の材料評価を可能とする応力測定装置の開発	30
3.1 緒言	30
3.2 入射X線の微小化と高輝度化.....	31
3.2.1 高輝度X線発生装置.....	31
3.2.2 人工多層膜ミラー.....	34
3.2.3 高輝度化の有効性評価.....	37
3.2.4 ヘリウムガス置換の効果.....	38
3.3 高精度電動試料ステージの開発.....	40

3.4	微小領域 X 線回折装置の有効性評価とその応用例.....	43
3.4.1	微小コリメータを用いた X 線ビーム径の検証.....	43
3.4.2	溶接材料による結晶粒径の変化測定.....	47
3.4.3	高精度試料ステージによる回路基板の微小部マッピング測定.....	49
3.5	結言.....	52
	参考文献.....	53
第 4 章 ショットピーニング処理表面の微視的応力分布測定.....		54
4.1	緒言.....	54
4.2	実験方法.....	54
4.2.1	供試材.....	54
4.2.2	実験装置.....	55
4.3	実験結果.....	58
4.3.1	X 線照射面積による残留応力値.....	58
4.3.2	ショットピーニング表面の微視的応力分布.....	60
4.3.3	単一ショット表面の残留応力分布.....	67
4.4	結言.....	71
	参考文献.....	72
第 5 章 ショットピーニングを想定した単一圧痕表面の微視的応力分布測定.....		73
5.1	緒言.....	73
5.2	実験方法.....	73
5.2.1	供試材.....	73
5.2.2	実験装置.....	78
5.3	実験結果.....	81
5.3.1	単一圧痕の線上応力分布.....	81
5.3.2	重複圧痕の線上応力分布.....	84
5.3.3	単一圧痕の線上分布の 3 軸応力解析.....	88
5.3.4	応力勾配を考慮した解析に関する考察.....	101
5.4	結言.....	102
	参考文献.....	103
第 6 章 結論.....		104

本論文で使用する主な記号

第1章 序論

ψ	X線散乱ベクトルと試料面法線とのなす角
d_0	無ひずみ状態の結晶格子面間隔
ϕ	直径

第2章 X線応力測定の原理とDRS法の開発

ψ	X線散乱ベクトルと試料面法線とのなす角
ψ_0	X線入射方向と試料面法線とのなす角
φ	X線散乱ベクトルの材料表面に対する射影とX軸のなす角
$\theta, 2\theta$	回折角
$2\theta_{\varphi\psi}$	方位 φ, ψ における回折角
$2\theta_0$	無ひずみ状態の回折角
d_0	無ひずみ状態の結晶格子面間隔
σ_{ij}	応力テンソル (添え字 i は応力が作用している面, 添え字 j は応力が作用している向きを表す)
σ_{11}	X軸に垂直な面に対してX軸の向きに作用する垂直応力成分
σ_{23}	Y軸に垂直な面に対してZ軸の向きに作用するせん断応力成分
σ_N	試料面法線方向の応力ベクトルの絶対値
$\varepsilon_{\varphi\psi}$	X線散乱ベクトルの方向から見た垂直ひずみ
S_1, S_2	X線の弾性コンプライアンス
E	ヤング率
ν	ポアソン比
$d_{\varphi\psi}$	結晶格子面の法線の向きが φ, ψ となるように配置した座標系で測定した結晶格子面間隔
$d_{0(k)}$	誤差を含んだ無ひずみ状態での結晶格子面間隔
$\Delta(k)$	無ひずみ状態での結晶格子面間隔 d_0 の誤差率
$\varepsilon_{\varphi\psi(k)}$	誤差を含んだX線散乱ベクトルの方向から見た垂直ひずみ
$\Delta_{\varepsilon(k)}$	ひずみの誤差 (d_0 の誤差をひずみで表した誤差)
$\sigma_{ij(k)}$	誤差を含んだ応力テンソル
$\Delta d_{0(k)}$	誤差を含んだ無ひずみ状態の結晶格子面間隔 $d_{0(k)}$ に対する修正値
$\Delta\sigma_{ij(k)}$	誤差を含んだ応力テンソル $\sigma_{ij(k)}$ に対する修正値

$d_{0(k+1)}$	誤差を含んだ無ひずみ状態での結晶格子面間隔 $d_{0(k)}$ の改良値
$\Delta_{\varepsilon(k+1)}$	$d_{0(k)}$ の改良値 $d_{0(k+1)}$ の誤差率
ξ_{11}	$\sigma_{11} - \sigma_{33}$
ξ_{22}	$\sigma_{22} - \sigma_{11}$
α	Debye-Scherrer 環の周回角
\vec{S}	Debye-Scherrer 環における散乱ベクトル
λ	X 線波長

第 3 章 微小領域の材料評価を可能とする応力測定装置の開発

ϕ	直径
$\theta, 2\theta$	回折角
d	結晶格子面間隔
t	特性 X 線が物質に対して侵入できる距離
I_0	入射 X 線強度
I	侵入後の X 線強度
μ	質量吸収係数
ρ	密度
φ	試料面内での回転角 (X 線散乱ベクトルの材料表面に対する射影と X 軸のなす角)

第 4 章 ショットピーニング処理表面の微視的応力分布測定

ϕ	直径
2θ	回折角
ω	入射 X 線に対して常に垂直な回転角
χ	ω 軸上に設置された試料あおり方向の回転角
φ	χ 軸上に設置された試料面内の回転角
ψ	X 線散乱ベクトルと試料面法線とのなす角
K	応力定数

第 5 章 ショットピーニングを想定した単一圧痕表面の微視的応力分布測定

z	圧痕深さ
r	圧痕中心からの距離
D	圧痕の直径

2θ	回折角
ω	入射 X 線に対して常に垂直な回転角
χ	ω 軸上に設置された試料あり方向の回転角
φ	χ 軸上に設置された試料面内の回転角
ψ	X 線散乱ベクトルと試料面法線とのなす角
σ_r	任意の測定点における圧痕中心に対して半径方向の残留応力
σ_θ	任意の測定点における圧痕中心に対して円周方向の残留応力
ϕ	直径
E	ヤング率
ν	ポアソン比
K	応力定数
FWHM_r	任意測定点における圧痕中心に対して半径方向の半価幅
FWHM_θ	任意測定点における圧痕中心に対して円周方向の半価幅
σ_φ	任意測定点における反時計方向に試料面内 φ 回転した方向の残留応力
σ_{ij}	応力テンソル (添え字 i は応力が作用している面, 添え字 j は応力が作用している向きを表す)
σ_{11}	X 軸に垂直な面に対して X 軸の向きに作用する垂直応力成分
σ_{22}	Y 軸に垂直な面に対して Y 軸の向きに作用する垂直応力成分
σ_{33}	Z 軸に垂直な面に対して Z 軸の向きに作用する垂直応力成分
σ_{12}	X 軸に垂直な面に対して Y 軸の向きに作用するせん断応力成分
σ_{23}	Y 軸に垂直な面に対して Z 軸の向きに作用するせん断応力成分
σ_{13}	X 軸に垂直な面に対して Z 軸の向きに作用するせん断応力成分
d_0	無ひずみ状態の結晶格子面間隔
σ_1	せん断応力成分がゼロとなるように座標系を取り, その主応力空間座標系における X 方向に作用する垂直応力
σ_2	せん断応力成分がゼロとなるように座標系を取り, その主応力空間座標系における Y 方向に作用する垂直応力
σ_3	せん断応力成分がゼロとなるように座標系を取り, その主応力空間座標系における Z 方向に作用する垂直応力
σ_β	試料座標系における任意の断面 (角度 β) に作用する垂直応力
τ_β	試料座標系における任意の断面 (角度 β) に作用するせん断応力

第1章 序論

1.1 研究背景と目的

機器を含む一般構造物は使用期間中に破損を起こさず、要求される機能を発揮しなければならない。そのため機器や構造物の設計をするには、まず使用目的とそれに対応する機能および人間工学的要求により大体の寸法や形状が決められる(機能設計と人間工学設計)。その後、強度的観点から実用状態での作用荷重、外部拘束、温度や環境などの外部的強度因子を推定し、応力・ひずみ解析を通して危険部における応力ひずみ状態が評価される。

危険部に使用する材料の破損が起きる限度、つまり破壊基準値は材料試験結果を基に推定し、材料の種類や製造加工方法が決定される。換言すれば、実働状態での応力ひずみ値を求めて、基準値または基準値を安全係数 (safety factor) で割った許容値以下に収めることになる。この過程において構造物の応力ひずみ解析を行い、危険部の応力ひずみ状態を求めること、危険部の破損基準 (failure criterion) をより簡単な標準材料試験を基に評価すること、および破損基準値と材料微視組織との関係を知ることが基本になっている。このうち前二者がいわゆる強度設計の問題で、後者が材料開発に関係する金属工学的問題である。

近年では有限要素法など数値解析法の発達により、複雑形状の構造物に対しても応力ひずみ解析が可能となってきた。しかし、実用構造部材を対象とする場合には複雑な形状を有しているため、完全な解析を行うことは現実的に困難な場合もある。仮に解析可能な場合であっても、製造工程での材料のばらつきや形状のばらつきによる差異などに起因する不確かさは避けられない。このことが実際に使用される部品の強度評価を困難なものとしている。このような観点から、現実の問題としては実験的に応力測定をする必要性に直面する場合が多い。上述の場合も含めて、例えば外部負荷加重や拘束条件の見積もりが不確実な時、部材の形状や材料の変形特性が複雑なため、応力ひずみ分布の理論解析が困難なとき、あるいは材料の加工、熱処理および溶接などによって生ずる残留応力が知りたいときなどのように、正確な強度評価を行うためには応力ひずみの実験解析手段に頼らざるを得ない。

X 線応力測定法[1]は試料表面に存在する残留応力を非破壊的に測定可能な手段であり、特に表層部の残留応力測定には有用である。また、実際の現場技術者が X 線応力測定法に関心を持つ動機の多くは、部品の破壊に関係し、その解決法として残留応力を測定する必要があるからである。そして X 線応力測定法は X 線回折像が材料の結晶状態に敏感であり、材質の評価に対しても有効な手段であることが認識されており、材料強度の問題解決に広い有効性を有すると言える。

一般的に X 線応力測定法は、X 線の回折現象を利用した背面反射による粉末法に基づいて格子面の縦ひずみ (X 線的ひずみ) を Bragg の条件式を利用して測定し、応力を決定する。1930 年代にその基礎理論が提唱され[2][3]、以後 1960 年頃までは背面反射カメラと X

線フィルムを主装置とする写真法で、X線源とフィルムの2つで構成されたシンプルな測定装置であった。一方、近年のX線応力測定装置はX線源、光学系、X線検出器、そしてソフトウェアを主な要素とする構成へと発展しており、中でもX線検出器は近年大きな進歩を遂げている。X線検出器の歴史は先述のX線フィルムに始まるが、2次元情報が得られるものの定量性に乏しい。X線回折測定では画像の濃淡を観察するのではなく、回折したX線像とその強度を精度良く計測する必要があるため、定量性が重要になる。そのため、X線量を電気信号に変換して計測することで高い定量性を有する、0次元検出器であるSC (Scintillation Counter) や1次元のPSPC (Position Sensitive Proportional Counter) などが使用されてきた[4][5]。しかし、X線回折現象は試料から円錐状に360°全周で観測されるので、定量的な2次元デジタルデータを得られる検出器の登場が望まれていた。1980年代に入ると電子回路やコンピュータの進歩とともに、種々の2次元検出器が研究され実用化に至った。その中のひとつがイメージングプレート (IP: Imaging Plate) で、輝尽性発光の原理を応用したものである。その原理は1900年代の前半から知られていたが、1980年代に当時の富士写真フィルム株式会社により医療用に実用化された純国産の技術である[6][7]。現在、IP以外の2次元検出器では2次元PSPC、CCD (Charge Coupled Device) 等が知られているが、2000年代に入って半導体技術を利用したピクセルアレイ型検出器[8][9]も開発され実用化されている。

ところでショットピーニングは冷間加工の一種であり、無数の鉄あるいは非鉄金属といった硬質の球を高速度で金属表面に衝突させる表面処理技術である。これら球を投射材という。この投射材が高速度で材料の表面に衝突すると、一般的には材料に比べ投射材の方が硬いので材料表面が塑性変形し、表面に丸いくぼみが残る。従ってショットピーニングを行った面は無数のくぼみ (圧痕) で覆われ梨子地模様となるが、このとき表面の硬さが増し、また繰返し荷重に対しては表面層に付与された圧縮残留応力が平均応力として作用して疲労強度が向上する。また材料依存性が少ないことから、ばね、歯車、コネクティングロッド、クランクシャフトといった自動車部品から、ジェットエンジン、翼、ランディングギアなどの航空機関連、化学プラントの圧力容器など様々なところに利用されている。

ショットピーニングの主要な目的の一つとして疲労特性の向上がある。金属疲労とは負荷が破断荷重以下であっても繰返し加わることで部材が破壊する現象を言う。特に部材が大きな変形を伴わないような負荷であっても、部材が破壊に至ることから、危険の検出が難しく部材の強度設計にとって重要な問題となるが、ショットピーニングを施すことにより疲労寿命を向上させることができ、部材の寿命を設計する段階において部材の軽量化を計ることができる。次にショットピーニングによる効果および作用を示す。

(a). 硬化作用

ショットピーニングによる加工硬化は、ショットによる被加工材の塑性変形から生じるもので、加工硬化層の深さは被加工材の材質や加工履歴などにより異なる。しかし予ひずみを与えた材料にピーニング処理をした場合、加工軟化する場合もある。

(b). 圧縮残留応力の付与作用

残留応力は不均一変形により発生するもので、最大圧縮応力が加工面の最表面に発生する場合と試料内部に発生する場合とがある。一般的加工条件によるピーニング加工面の残留応力は例外なく圧縮であるが、被加工材の試料内部方向に勾配があり、試料内部で引張になる。溶接や熱処理によって発生する有害な引張残留応力もピーニングにより容易に圧縮残留応力にすることができる。

(c). 圧痕による作用

種々のピーニング効果を発生する原点ともいえるべき要因は、投射材の衝突により生成される微小な球面状の痕である。これはショットの衝突中ショットの弾・塑性変形と、ショットが跳ね返った後の被加工材の弾性回復とによるものである。

(d). 組織変形の作用

浸炭歯車はショットピーニングの応用が盛んな部品の 1 つであり、浸炭材料の表面に発生する異常層の改善効果が大きいことが挙げられる。影響として、硬さと圧縮応力の付与とともに表面層に発生する残留オーステナイトのマルテンサイト変態がある。ピーンフォーミング（成形）被加工材の変形を積極的に利用するものとしてピーンフォーミングがあり、航空機の翼や機体の成形に使用されている。

このようにショットピーニング処理には、部材表面層の加工硬化による強度改善と圧縮残留応力による強度改善の相乗効果があるため、部材の疲労強度向上策として大きな効果があり、産業界で広く利用されている。

ショットピーニング処理が産業界で利用される中、ショットピーニングよって付与される圧縮残留応力[10]と疲労強度向上のメカニズムについてはこれまで多くの研究報告があり、その関係性が大きいことが明らかになっている[11][12]。ショットピーニングによる残留応力は一般に X 線応力測定法を用いて評価されている。X 線照射面積が大きい場合には巨視的に圧縮残留応力となると認識されており、一般的な理解と一致している。その一方で、ショットピーニング模擬した大きな鋼球を自由落下して圧痕近傍の残留応力分布を実験的に検証した研究[13][14]や、有限要素法を用いた研究[15]によれば、ショット痕中心部には引張残留応力が発生することが確認されている。しかし、ショットピーニングによる残留応力発生機構を計算だけで求めることは多くの因子が絡むため非常に困難で、ある仮定のもとでの理論的あるいは模擬実験的な研究結果に留まっているのが実情である[16][17]。

上述のようにショットピーニング圧痕近傍の微視的応力を評価した研究報告は限定的なものであり、応力分布を実スケールで直接的に評価した研究報告は見られない。この理由は、微視的な応力分布を明らかにすることは工業的に価値があるものの、一般的に普及している X 線応力装置では容易に測定できないことに起因する。X 線照射面積を制限して微視的な応力分布を実施するには次の 2 つの要件が X 線応力測定装置に求められる。

(1) 入射 X 線の微小化とそれにとりあう高輝度化

(2) 高い測定位置精度

本論文では上記の 2 つの要件を満足できる微小領域用 X 線測定装置を開発し、実スケールでのショットピーニング処理表面の微視的応力分布測定について検討することを目的とする。開発した微小領域用 X 線測定装置については第 3 章で述べる。

ここでショットピーニング処理表面における残留応力に関する過去の研究報告を整理するとともにショットピーニング処理表面の微視的応力分布測定における課題を明確にする。

ばね製品の製造過程で用いるショットピーニングは、投射材としてコンディションドカットワイヤーやラウンドカットワイヤーに代表されるカットワイヤーが広く利用されている。カットワイヤーの投射材形状は球状ではなく、ステンレスやスチールの線材を一定間隔で切断した円柱状であることから、球状の投射材と比べて調達が低コストで、ばねの生産コストが抑えられるメリットがある。カットワイヤーを投射材とした渡邊ら研究[11]結果を図 1.1 示す。ショットピーニングによって付与される圧縮応力の最大値は、投射材の粒径が大きくなるとやや増加するが、投射速度が速くなっても変化しないことが報告されている。また、投射材のカバレッジが大きくなっても、圧縮応力の最大値は変わらないと報告している。ここで、カバレッジとは投射材が材料表面に衝突してできる圧痕が加工表面をどの程度覆っているか面積比で表したものであり、一般的に投射時間によってコントロールされる。加えて、図 1.2 に示すカバレッジに関する丹後らの研究[13]では、ショットピーニング後の巨視的な残留応力は圧縮であることは図 1.1 と同じ結果であり、カバレッジ 80%未満ではカバレッジの上昇に伴って巨視的な圧縮応力は大きくなるが、80%以上では変化しないと報告されている。さらに加工領域内では局所的に引張残留応力が生じ、カバレッジに依存しないことを示唆している。

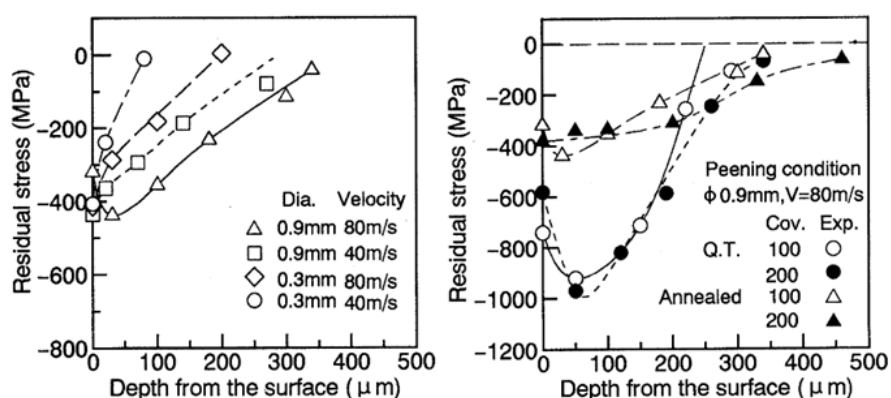


図 1.1 ラウンドカットワイヤーを投射材とした残留応力分布[11].
(投射材：ラウンドカットワイヤー ϕ 0.9, 0.3 mm, 試料：S55C.)

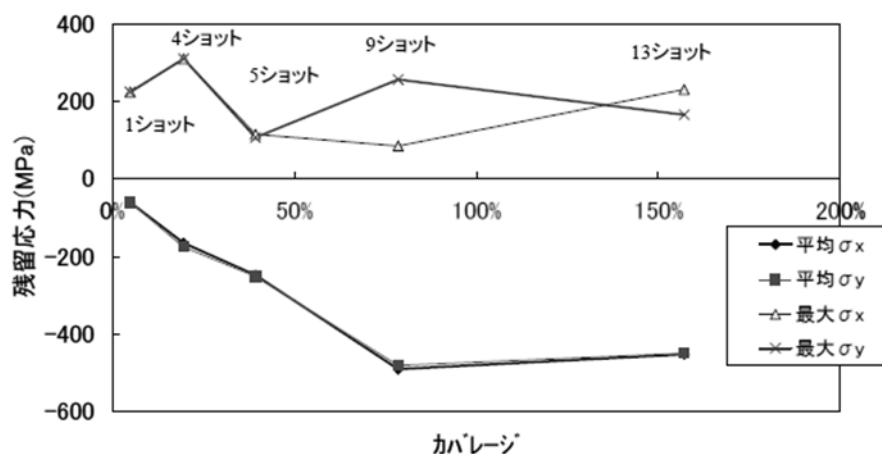


図 1.2 カバレッジに伴う巨視的な残留応力と最大引張応力の変化[13].
(投射材： $\phi 0.87$ mm, 試料：S45C.)

これまでの研究では、ショットピーニングによって巨視的には圧縮応力が付与されることは明確であるが、実スケールでの微視的な分布については測定位置での分析分解能の点からも明らかになっているとは言えない。そこで本論文の第 4 章では、ばね製品で実際に使用することが多いカットワイヤーを投射材とした時のカバレッジ (60 %, 300 %) に対する巨視的な応力挙動と微視的な応力分布について明らかにし、さらに局所的な引張応力の存在について実験的に検証した。

ショットピーニングは単一の投射を繰り返すことから、最終的な加工表面の状態は単一ショットの重ね合わせの結果と言える。単一ショットに関する実スケールでの研究報告は見当たらないが、ショットを模擬した大寸法の鋼球の押し込みや自由落下した研究結果が幾つか報告されている[12]-[17]。研究報告の中では、圧痕中心部は圧縮応力を示す結果[14][17]と引張応力を示す結果[12][13][16]が混在している。図 1.3 および図 1.4 に圧痕中心が圧縮応力である研究結果を示す。図 1.3 に示す森らの実験結果[14]では、圧痕中心に $-100 \sim -200$ MPa の圧縮残留応力が存在しており、図 1.4 に示す小川らの実験結果[17]では、投射材の粒径に関わらず -1000 MPa を超える大きな圧縮残留応力が存在していることが見て取れる。続いて、図 1.5 および図 1.6 に圧痕中心が引張応力である研究結果を示す。図 1.5 に示す丹後らの実験[13]と図 1.6 に示す小西らの実験[16]はほぼ同じ結果で、圧痕中心に $100 \sim 200$ MPa の引張応力が存在し、圧痕半径方向の残留応力 (σ_x) は圧痕円周方向の残留応力 (σ_y) よりも大きな引張応力であることも一致している。この結果は、圧痕中心に方向によって約 100 MPa の残留応力差があることから面内異方性があることを示唆しているが、鋼球が試料に対して垂直に 1 度だけ衝突した場合には、その変形メカニズムから考えて面内異方性が生じることに疑問が残る。以上を含め、ショットを模擬した大寸法の鋼球を自由落下した丹後らの実験[13]と小西らの実験[16]の結果の共通点を以下にまとめる。

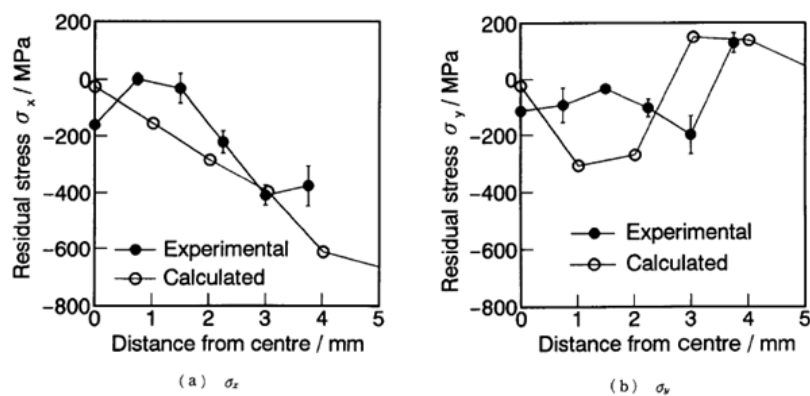


図 1.3 圧痕中心部で圧縮応力を示す森らの研究結果[14].
(自由落下：8 m，鋼球 $\phi 40$ mm，試料：炭素鋼，圧痕直径 8 mm.)

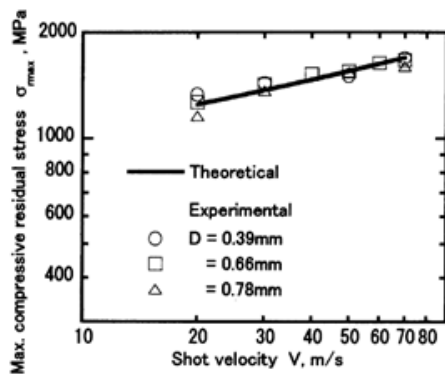


図 1.4 圧痕中心部で圧縮応力を示す小川らの研究結果[17].
(投射：空気噴射式，鋼球 $\phi 0.39-0.78$ mm，試料：SCr420.)

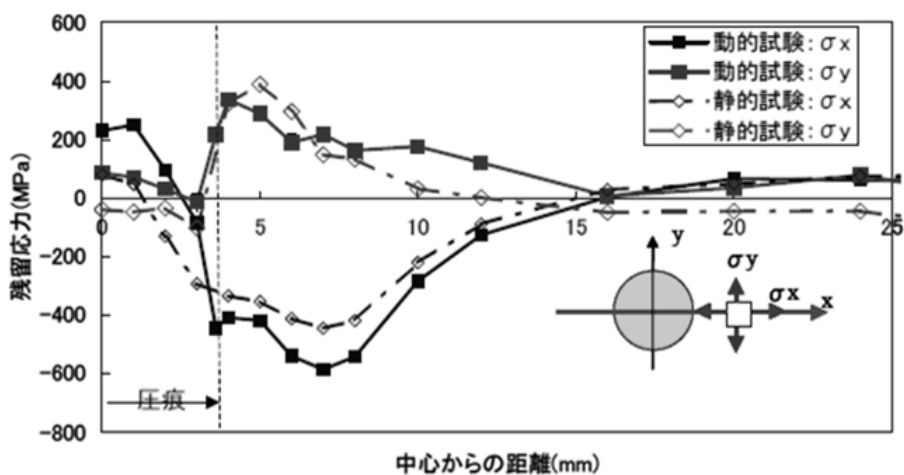


図 1.5 圧痕中心部で引張応力を示す丹後らの研究結果[13].
 (自由落下：16 m，鋼球 $\phi 40$ mm，試料：S45C，圧痕直径 7.2 mm.)

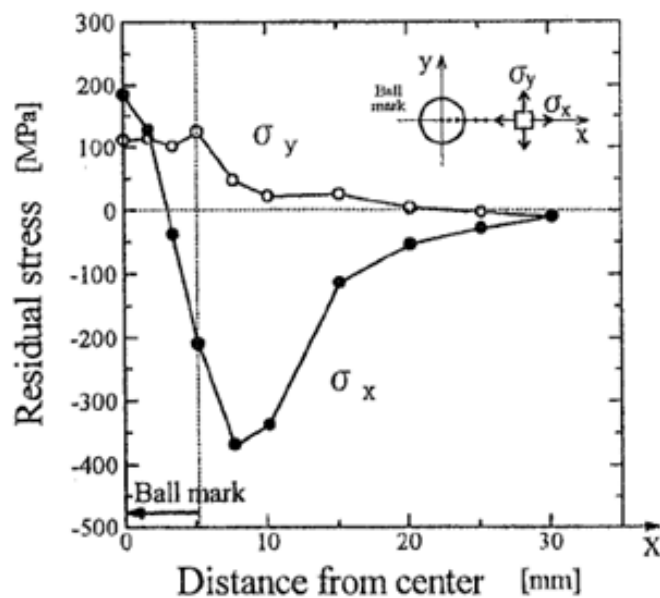


図 1.6 圧痕中心部で引張応力を示す小西らの研究結果[16].
 (自由落下：2 m，鋼球 $\phi 76.2$ mm，試料：S48C，圧痕直径 10.4 mm.)

- (a). 圧痕中心には 100~200 MPa の引張応力が存在し、圧痕半径方向の残留応力 (σ_x) は圧痕円周方向の残留応力 (σ_y) よりも大きな引張応力がある。
- (b). 圧痕半径方向の残留応力 (σ_x) は圧痕外側に圧縮応力の極大値が存在し、その圧縮応力の影響は圧痕直径の 4~6 倍の領域まで及んでいる。
- (c). 圧痕円周方向の残留応力 (σ_y) は圧痕の内外問わず圧痕直径の 4~6 倍の領域のどの位置でも引張応力を示す。

以上の結果は、大寸法の鋼球を自由落下した時の残留応力分布であるに過ぎない。そこで本論文の第 5 章では、球形の投射材を使用した単一ショットによる圧痕近傍の応力分布を実スケールで微視的に明らかにし、圧痕中心部の引張応力の異方性の有無についても実験的に検証する。また同位置の圧痕に複数回のショットを与えた場合のカバレージに対する残留応力についても検討する。加えて、自由落下による大寸法の実験[12]-[16]では鋼球が試料表面に対して垂直に当てることができるが、実際のショットピーニングは必ずしも表面に垂直に当たる訳ではない。また投射材が球形であっても押し込まれた表面は曲率を持ち、その曲率面に垂直な方向に押し込まれるため、せん断応力が作用している可能性がある。しかし、従来の $\sin^2 \psi$ 法は平面応力状態を仮定している解析手法であることからせん断応力の解析までできない。そこで、新たに開発した 3 軸応力解析手法 (DRS 法と称す) について第 2 章で述べ、本 3 軸解析法を用いて単一圧痕近傍の 3 軸応力成分 (応力テンソル) の解析を行い、せん断応力の存在についても検証した。

1.2 構成

本研究論文は、ショットピーニング処理表面の微視的な応力分布について高輝度な X 線源を有する X 線回折計を用いた実験的研究によって本章を含めて 6 章で構成されている。以下に各章の概要を記述する。

本章 (序論) に続く第 2 章では、平面応力状態を仮定した従来の $\sin^2 \psi$ 法と新たな 3 軸応力解析手法の基本原理を示した。これまでの 3 軸応力解析法は応力テンソルを解析するには精密な無ひずみ状態の結晶格子面間隔 d_0 を必要としていたが、ここで示す 3 軸応力解析手法 (DRS 法) は得られた回折ピークデータを元に応力テンソルに加えて d_0 も精密化するため、精密な d_0 は必要としない特長がある。演算解析の際は精密化の繰り返しを行うが、その時に新たに誤差項を設け、その誤差項が最小化するまで精密化の繰り返しを行うところに最大の特長がある。本手法は第 5 章での単一圧痕の微視的な 3 軸応力分布解析に用いた。

第 3 章では、X 線回折による微小領域の材料評価を可能とするために、入射 X 線の微小化にともなう X 線源の高輝度化とゴニオメータの高精度化の 2 つの必要要件について検討し、新たな微小領域用 X 線測定装置を開発した。同装置は、微小焦点を使用した高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置と X 線ビームを集光する素子として人工多層膜ミラーを湾曲型イメージングプレート式 X 線回折装置に組み合わせた構成となっている。開発した X 線回

折装置の性能の有効性を実験的に評価して、本装置を使用した応用例について紹介する。

第 4 章では、ショットピーニング処理表面の微視的な残留応力分布を実験的に明らかにした。試験片はばね製品によく用いられるばね鋼板 SUP9 (JIS G 4801) で、ショットピーニングの投射材はコンディションドカットワイヤーを用いた。開発した微小領域用 X 線測定装置を用いてショットピーニング処理後の局所的な引張応力の有無と表面形状に対する残留応力分布との相関関係について検討した。

第 5 章では、ショットピーニングを想定した真球投射材による単一圧痕表面の微視的な残留応力分布を実験的に明らかにした。第 4 章ではショットピーニング処理表面には強い引張残留応力が局所的に存在していることが分かったが、使用した投射材は球形形状ではないコンディションドカットワイヤーを用いている。本章では直径 3 mm のファインセラミック球 (アルミナ) をアルミニウム合金 A7N01-T6 材に投射し、投射材の形状が真球である場合の単一圧痕の微視的な残留応力分布を実験的に明らかにするとともに、DRS 法を用いた 3 軸応力解析によるせん断応力の存在についても検証した。また同位置の圧痕に複数回のショットを与えた場合のカバレッジに対する残留応力についても検討した。

最後に第 6 章では、第 2 章から第 5 章までで得られた主要な研究結果をまとめ、結論として本論文を総括した。

参考文献

- [1] K. Tanaka, K. Suzuki and Y. Akiniwa, "Evaluation of residual stresses by x-ray diffraction", Yokendo Ltd., p.99 (2006) (in Japanese).
- [2] G.Sachs and J.Weets, *Zeitschrift für Physik*, 64, p.344 (1930).
- [3] R. Glocker and E. Osswald, *Zeitschrift für Technische Physik*, 64, p.237 (1935).
- [4] Y. Yoshioka, K. Hasegawa and K. Michiki, "Application of position sensitive proportional counter to x-ray stress measurement, "Journal of the Materials Science, Japan, Vol.27-294, p.216 (1978) (in Japanese).
- [5] Y.Yoshioka, K. Hasegawa, K. Mochiki and A. Sekiguchi, *The Japanese Society for Non-Destructive Inspection*, Vol.27-11, p.744 (1978) (in Japanese).
- [6] J. Miyahara, *Japanese Solid State Phys*, Vol.21, p.171 (1986) (in Japanese).
- [7] M. Sonoda, T. Takano, J. Miyahara and I. Kato, *Radiography*, Vol.148, p.833 (1983) (in Japanese).
- [8] Ch. Broennimann, E. F. Eikenberry, B. Henrich, R. Horisberger, G. Huelsen, E. Pohl, B. Schmitt, C. Schulze-Briese, M. Suzuki, T. Tomozaki, H. Toyokawa and A. Wagner, *Journal of Synchrotron Radiation*, Vol. 13, p.120 (2006).
- [9] T. Taguchi, Ch. Broennimann and E. F. Eikenberry, *Powder Diffraction*, Vol. 23, No. 2, p. 101 (2008).
- [10] K. Ogawa, H. Yamada, K. Saruki, M. Yokoi and M. Inuzuka, "Influence of residual stress on fatigue of carburized and shot peened notched specimens" *Proceedings of the 4th International Conference on Shot Peening*, p.445 (1990).
- [11] Y. Watanabe, N. Hasegawa and Y. Matsumura, "Simulation of residual stress distribution on shot peening", *Journal of the Materials Science, Japan*, Vol.44, No.496, p.110 (1995) (in Japanese).
- [12] M. Kobayashi, T. Matsui and Y. Murakami, "Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.63, No.610, p.100 (1997) (in Japanese).
- [13] K. Tango, A. Tange and M. Ayada, "Residual stress analysis of shot peening by FEM", *Proceedings of Japan Society of Spring Engineers Autumn Lecture Meeting*, p.11 (2005) (in Japanese).
- [14] K. Mori, K. Osakada, M. Shiomi and T. Okada, "Three-dimensional finite element simulation of plastic deformation and residual stress in shot-peening (deformation by single shot)", *The Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.59, No.566, p.2420 (1993) (in Japanese).
- [15] Y. Kameyama and J. Komotori, "Effect of micro ploughing during fine particle peening process on the microstructure of metallic materials", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 209, p.6146 (2009).
- [16] H. Konishi, Y. Murakami, M. Kobayashi and T. Matsui, "Mechanism of creation of

compressive residual stress by shot peening and its effect on fatigue strength: Analysis of residual stress produced by a single shot”, The Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.66, No.650, p.1847 (2000) (in Japanese).

[17] K. Ogawa and T. Asano, “Theoretical prediction of residual stress produced by shot peening for hardened steel”, Japan Society of Spring Engineers, Vol.48, p.31 (2003) (in Japanese).

第2章 X線応力測定の原理と DRS 法の開発

2.1 緒言

X線回折を用いた応力解析手法は、材料表面に存在する残留応力を非破壊で評価する手法として有効であることは良く知られている。X線応力測定の解析手法として、 $\sin^2\psi$ 法 [1]は最も普及され、工業界で一般的に用いられている解析手法である。X線侵入深さが数 μm であることから、 $\sin^2\psi$ 法では材料表面の応力状態を平面応力状態として仮定することで、残留応力を求める算出式を単純化している。 $\sin^2\psi$ に対して測定によって得られる回折角 2θ を近似する直線の傾きに定数を乗じることで残留応力が求められることから、事前に知ることが難しい無ひずみ状態の結晶格子面間隔 d_0 を必要としない。そのため、近年まで有効的なX線応力解析手法として普及が進んだ。

一方、製造工程上で表面改質、熱処理、加工等により材料や部品表面に付与される応力状態は、常に等2軸応力場であるとは限らず、2軸応力場や3軸応力場である場合もある。そのため、材料表面の応力状態をより正確に検査、分析したいというニーズが高くなっており、2軸応力解析、3軸応力解析の必要性が高まっている。

本論文で提案する Direct Refinement Solution (DRS) 法は、2軸応力解析、3軸応力解析を可能とする応力解析手法であり、等方弾性体における応力とひずみの関係を最も忠実に表す式を用いて応力計算を行うものである。実際の材料表面の応力場を仮定して計算することから、計算精度の向上を目的として開発した。また本手法はその応用として、単一入射法によって得られる1つの Debye-Scherrer 環からも応力解析が可能であり、短時間測定・装置小型軽量化を必要とする現場型の可搬型X線応力測定装置の解析手法として利用できる。

2.2 X線回折と応力

2.2.1 応力場と応力テンソル

応力が作用している空間は応力場と呼ばれる。応力場の状態、すなわち応力場内において応力がどのように作用しているかは、図 2.1 に示すように応力場内の任意の位置にある微小な立方体に作用している応力を成分とする2階のテンソル $\sigma_{ij}(i, j = 1, 2, 3)$ で表される。ここで応力テンソルの1番目の添え字 i は応力が作用している面を、2番目の添え字 j は応力が作用している向きを表す。例えば σ_{11} は、X軸に垂直な面に対してX軸の向きに作用する成分である。このような応力成分は垂直応力と呼ばれる。また σ_{23} は、Y軸に垂直な面に対してZ軸の向きに作用する成分である。このような応力成分はせん断応力と呼ばれる。せん断応力は、応力場内の任意の点に作用しているすべての応力が釣り合っているところから $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$ となる。そのため応力テンソルは対称である。

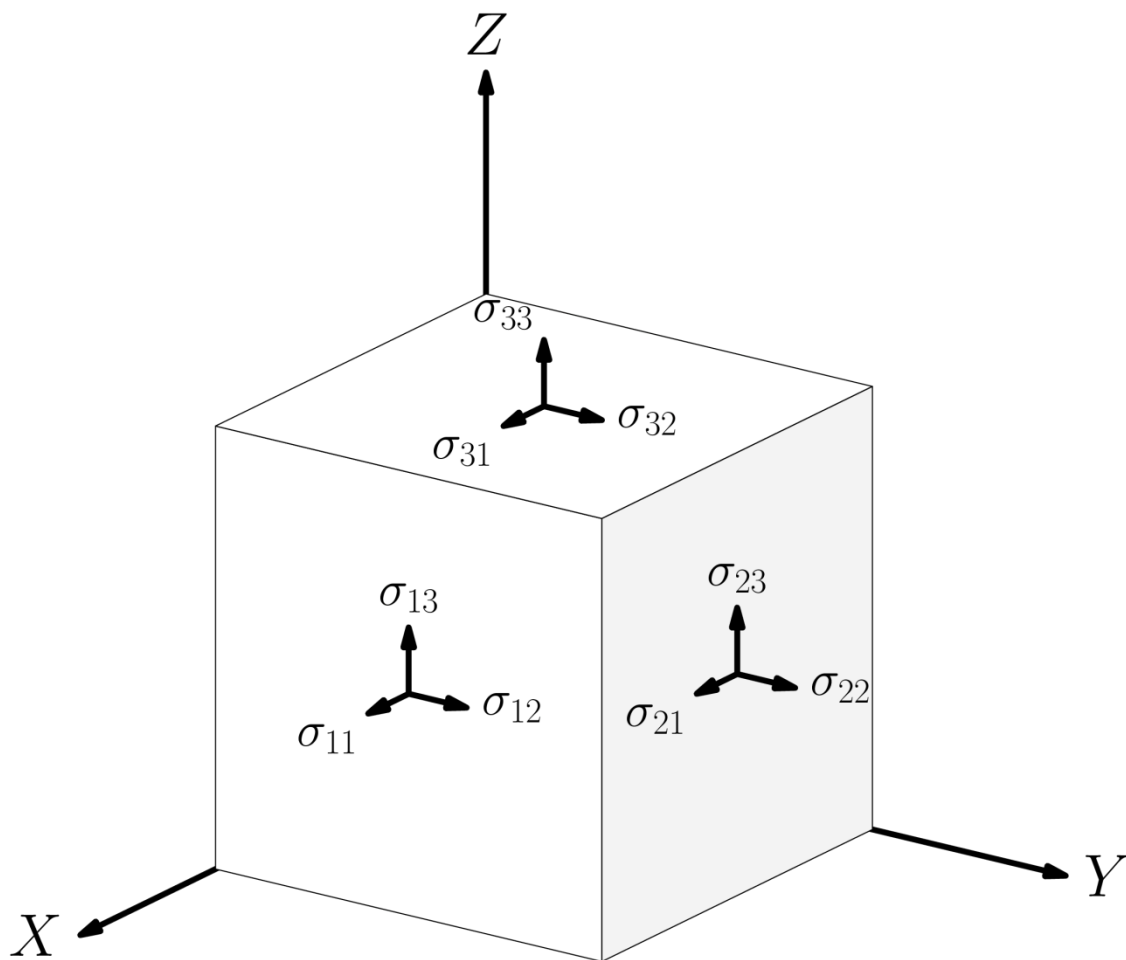


図 2.1 応力テンソル.

2.2.2 主応力

応力テンソルの固有ベクトルで表される軸を応力の主軸，固有値を主応力と呼ぶ．主軸上では，応力のせん断成分はすべて 0 となる．すべての主応力が 0 でないような応力場は 3 軸応力場と呼ばれる．3 軸応力場では，応力場内のある点にはすべての方向から応力が作用している．これに対して，1 つの主応力が 0 であるような応力場は 2 軸応力場，あるいは平面応力場と呼ばれる．2 軸応力場のうち作用している応力ベクトルの絶対値がすべて同じものは等 2 軸応力場と呼ばれる．2 軸応力場内のある点に作用する応力のベクトルは，その点を含み主軸を基底とする平面上に分布している．このような面は主応力面と呼ばれる．2 軸応力場の定義からすれば，主応力面と材料の表面とは任意の角度で交差することができるが，X 線回折を用いて観測できる材料表面付近では，以下に述べる理由から主応力面は材料表面と平行である．

材料の最表面では，法線方向は開放状態であるので応力が存在しない．今試料面法線方向の応力ベクトルの絶対値を σ_N とすると，たとえ応力が深さ方向に分布をもっていたとしても X 線回折によって観測できるのは材料の表面から数 μm の深さまでの重み付き平均値であるので， σ_N は極めて小さい値にしかなりえない．もし材料表面に 2 軸応力場があり，その主応力面が材料表面に平行でないとすると， $\sigma_N \cong 0$ を満たすために必ずその主応力面と直交する応力成分がなければならず，それは応力場が 2 軸であることと矛盾する．したがって材料の表面付近に存在する 2 軸応力場の主応力面は必ず材料表面と平行である．

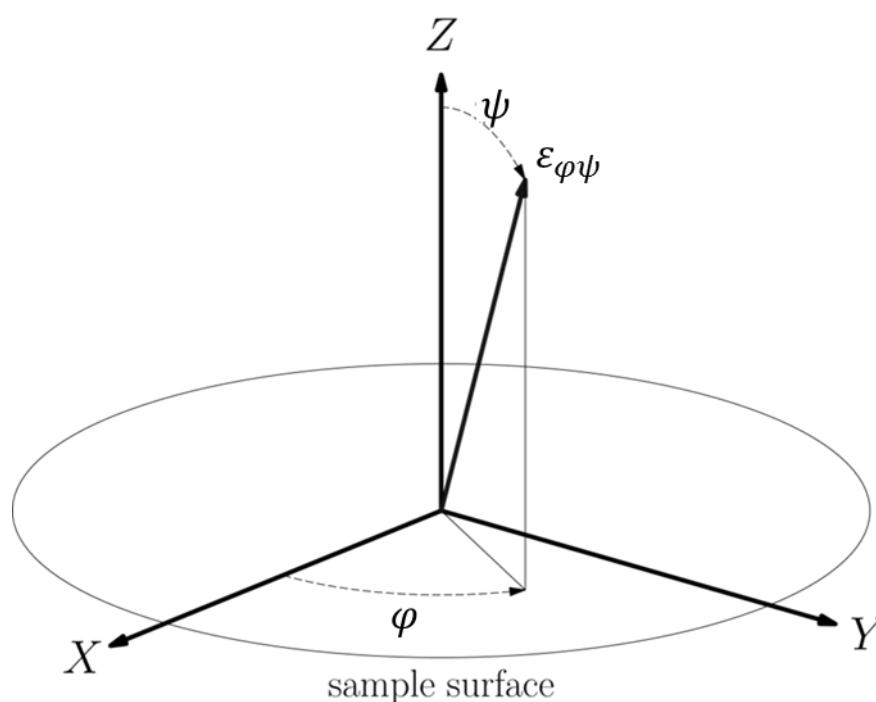


図 2.2 X 線回折を用いて応力解析を行う場合の座標系．

2.2.3 X線回折を用いた応力解析

等方弾性体である材料の表面に X, Y 軸, 法線方向に Z 軸をとる座標系 (図 2.2) において, X 線散乱ベクトルと Z 軸のなす角を ψ , X 線散乱ベクトルの材料表面に対する射影と X 軸のなす角を φ とすると, X 線散乱ベクトルの方向から見た垂直ひずみ $\varepsilon_{\varphi\psi}$ は, 各座標軸上での垂直応力とせん断応力を用いて以下のように表すことができる.

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi} = & \frac{1}{2} S_2 \{ (\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi \\ & + (\sigma_{13} \cos \varphi + \sigma_{23} \sin \varphi) \sin 2\psi + \sigma_{33} \cos^2 \psi \} \\ & + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \end{aligned} \quad (2.1)$$

ここで, S_1, S_2 は X 線的弾性コンプライアンスと呼ばれる定数で, Young's modulus E と Poisson's ratio ν を使って以下のように表される.

$$S_1 = -\frac{\nu}{E} \quad (2.2)$$

$$\frac{1}{2} S_2 = \frac{1 + \nu}{E} \quad (2.3)$$

一方, X 線回折を用いれば結晶格子面間隔を測定することができる. X 線の散乱ベクトルの向き, すなわち測定対象となる結晶格子面の法線の向きが φ, ψ となるように配置した光学系で測定した結晶格子面間隔を $d_{\varphi\psi}$, また無ひずみ状態での結晶格子面間隔を d_0 とすると, $\varepsilon_{\varphi\psi}$ は $d_{\varphi\psi}, d_0$ を用いて以下のように表される.

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0} \quad (2.4)$$

d_0 は材料固有の値なので, 上記の式(2.1), (2.4)から, 異なる 6 組以上の φ, ψ において結晶格子面間隔を測定すれば, 理論上は応力 $\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$ および $\sigma_{23}, \sigma_{13}, \sigma_{12}$ を求めることができる. しかし実際には, d_0 は固溶によって容易に変化するために, すべての試料について事前に正確な d_0 を知ることはできない. そのため与えられた d_0 と式(2.1)をそのまま用いて応力の計算を行えば, 以下の理由から計算結果は大きな誤差をもつ場合がある.

誤差を含んだ無ひずみ状態での結晶格子面間隔 $d_{0(k)}$ を以下のように定義する.

$$d_{0(k)} = d_0 (1 + \Delta_{(k)}) \quad (2.5)$$

また $d_{0(k)}$ と $d_{\varphi\psi}$ から式(2.1)を使って計算した誤差を含むひずみ $\varepsilon_{\varphi\psi(k)}$ を以下のように定義

する. ここで, 右辺の $\Delta_{\varepsilon(k)}$ は d_0 の誤差に起因したひずみの誤差であり, 観測値として φ, ψ で異なるひずみの誤差は $\varepsilon_{\varphi\psi}$ に含まれる.

$$\varepsilon_{\varphi\psi(k)} = \varepsilon_{\varphi\psi} + \Delta_{\varepsilon(k)} \quad (2.6)$$

式(2.5), (2.6)から,

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi(k)} &= \frac{d_{\varphi\psi} - d_{0(k)}}{d_{0(k)}} \\ \varepsilon_{\varphi\psi} + \Delta_{\varepsilon(k)} &= \frac{d_{\varphi\psi}}{d_0(1 + \Delta_{(k)})} - 1 \\ &\cong \frac{d_{\varphi\psi}}{d_0}(1 - \Delta_{(k)}) - 1 \end{aligned} \quad (2.7)$$

$$\begin{aligned} \therefore \Delta_{\varepsilon(k)} &\cong -\frac{d_{\varphi\psi}}{d_0}\Delta_{(k)} \\ &\cong -\Delta_{(k)} \end{aligned} \quad (2.8)$$

となる. $\varepsilon_{\varphi\psi}$ は 10^{-3} 以下の値であるから, 例えば $\Delta_{(k)}$ が 10^{-2} 程度であっても $\Delta_{\varepsilon(k)}$ は $\varepsilon_{\varphi\psi}$ の数倍の値となる. そのため, このような誤差を含むひずみから計算される応力の誤差もまた真の値の数倍の誤差を含むことになる.

このような d_0 の誤差に起因する応力の計算値の誤差を回避するためには, 7 組以上の φ, ψ で測定した結晶格子面間隔の値から応力テンソルの 6 つの成分だけではなく, d_0 も変数とした以下の非線型方程式の解を求めることが考えられる.

$$d_{\varphi\psi} = d_0\{\varepsilon_{\varphi\psi}(\sigma_{ij}) + 1\} \quad (2.9)$$

しかし, 式(2.9)を用いても以下に述べる理由から, d_0 と応力テンソルの 6 つの成分すべてを求めることはできない. 式(2.9)の右辺を,

$$f(d_0, \sigma_{ij}) = d_0\{\varepsilon_{\varphi\psi}(\sigma_{ij}) + 1\} \quad (2.10)$$

とおけば, 式(2.10)は非線形であるので, それを解く場合, あるいは 8 点以上の $d_{\varphi\psi}$ に対する最適解を最小二乗法で求める場合のいずれも, 適当に与えた解の暫定値 $d_{0(k)}, \sigma_{ij(k)}$ に対する修正値 $\Delta d_{0(k)}, \Delta \sigma_{ij(k)}$ を得るために, 以下の線形同時方程式(2.11)を繰り返し解くことになる.

$$d_{\varphi\psi} - f(d_{0(k)}, \sigma_{ij(k)}) = \left(\frac{\partial f}{\partial d_0} \quad \frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}} \right) \begin{pmatrix} \Delta d_{0(k)} \\ \Delta \sigma_{ij(k)} \end{pmatrix} \quad (2.11)$$

式(2.11)の係数のうち $\frac{\partial f}{\partial d_0}$ は,

$$\frac{\partial f}{\partial d_0} = \varepsilon_{\varphi\psi}(\sigma_{ij(k)}) + 1 \quad (2.12)$$

となるが、これは他の係数の線形結合と定数の和である。一方、式(2.11)の係数間で、以下の関係が φ, ψ の値に関係なく成り立つ。

$$\frac{\partial f}{\partial \sigma_{11}} + \frac{\partial f}{\partial \sigma_{22}} + \frac{\partial f}{\partial \sigma_{33}} = d_{0(k)} \left(\frac{1}{2} S_2 + 3S_1 \right) \quad (2.13)$$

式(2.13)の右辺は定数である。そのため式(2.11)は、その係数行列の列ベクトルが線形従属となり解くことはできない。上記理由と、先に述べたように与えられた d_0 と式(2.1)をそのまま用いて応力の計算を行えばその結果には d_0 の誤差に起因する極めて大きい誤差を生じる場合があることから、十分注意する必要がある。

2.2.4 $\sin^2 \psi$ 法の基礎式展開とその誤差要因

X線回折を用いて観測できるのは材料表面付近にある応力場のみであり、そこでは σ_{33} は 0 あるいは小さい定数と見なすことができる場合がある。その場合、式(2.13)は成立せず、X線回折を用いても応力テンソルの σ_{33} 以外の成分と d_0 の値を、非線形最小二乗法等を用いて同時に求めることは可能である。従来広く用いられてきた応力解析手法では、以下に述べるようなそれとは異なる方法で、 d_0 の誤差に起因する極めて大きい誤差を回避している。

誤差を含んだ $d_{0(k)}$ と式(2.1)を使った応力の計算結果に大きな誤差が含まれるのは、式(2.1)の左辺に誤差を含んだひずみ $\varepsilon_{\varphi\psi(k)} = \varepsilon_{\varphi\psi} + \Delta_{\varepsilon(k)}$ が使われるからであり、それを回避するには右辺にも $\Delta_{\varepsilon(k)}$ を変数項として追加すればよい。これを明示的に行っているのが 2D 法[2]である。2D 法では、この d_0 の誤差に起因するひずみの誤差を表す変数項を pseudohydrostatic stress と呼び応力の 1 成分として取り扱っている。一方、暗にこのような誤差項を使用する方法もある。その代表例としては、2 軸応力場の解析に最も広く使われている $\sin^2 \psi$ 法が挙げられる。

応力場が 2 軸であり、かつ測定を $\varphi = 0$ の位置でのみ行うとすると、式(2.1)は、

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2}S_2\sigma_{11}\sin^2\psi + S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (2.14)$$

となる．一方， $\varepsilon_{\varphi\psi}$ は結晶格子面間隔が $d_{\varphi\psi}$ である場合の回折角度 $2\theta_{\varphi\psi}$ ，無ひずみ状態での回折角度 $2\theta_0$ を使って，以下のように表される．

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0} \cong -\frac{2\theta_{\varphi\psi} - 2\theta_0}{2 \tan \theta_0} \quad (2.15)$$

以上の式(2.14),(2.15)から方位 φ ， ψ における回折角 $2\theta_{\varphi\psi}$ は，

$$2\theta_{\varphi\psi} \cong -S_2 \tan \theta_0 \sigma_{11} \sin^2 \psi - 2S_1 \tan \theta_0 (\sigma_{11} + \sigma_{22}) + 2\theta_0 \quad (2.16)$$

となる． $\sin^2\psi$ 法を使った応力の計算では， $2\theta_{\varphi\psi}$ を $\sin^2\psi$ に対してプロットし，それを近似する直線の傾きのみから σ_{11} を求めている．すなわち式(2.16)の右辺第 2 項以降はまとめて 1 つの独立変数として扱われるため， $2\theta_0$ に誤差が含まれていても近似直線の傾きの値には影響は出ない．この第 2 項以降をまとめて 1 つの変数とする操作に，ひずみの誤差項を導入することと等価な効果がある．これにより $\sin^2\psi$ 法を使った応力の計算では d_0 の誤差に起因する大きな誤差は回避できるが，直線の傾きから応力の計算を行う際に $\tan \theta_0$ が使われるため，ここで誤差が生じる．

2.3 Direct Refinement Solution (DRS)法

2.3.1 DRS 法開発の目的

DRS 法は，様々な使用環境下で常に信頼できる結果を算出することを目的として開発した．そのような目的を達成するためには，以下の要件が満たされなくてはならない．

(a). d_0 が正確にわかっていない場合でも高精度の応力解析を可能にする

前節で述べたように，従来用いられてきた応力解析手法でも， d_0 の誤差に起因する大きな誤差は回避して応力の値を計算できる．しかしそれは d_0 の誤差率 $\Delta_{(k)}$ が十分小さいと仮定した上での一次近似であり，与えられた d_0 の値によっては，誤差は無視できなくなる可能性がある．

(b). d_0 の最適値を得る

実際の d_0 の値は，分析者にとって計算結果を評価するうえで重要な知見である．

以上の要件を満たすために，DRS 法では，等方弾性体におけるひずみと応力の関係を最も忠実に表す式(2.1)から直接導出した非線形方程式(2.9)を解いて，応力テンソルの σ_{33} を除く成分と d_0 の値を求めている．

2.3.2 計算方法

非線形方程式(2.9)は、一般的に用いられる Newton 法、あるいは Gauss-Newton 法を用いて解くこともできるが、それらの方法はすべての変数について初期値を要求する。初期値の推定はそれ自体煩雑な操作であるため、DRS 法では d_0 のみを改良するという、より簡単ではあるが効率的な計算方法を採用している。

今 d_0 の代わりに誤差を含んだ $d_{0(k)}$ を適用し、右辺にも誤差項 $\Delta_{\varepsilon(k)}$ を導入した以下の方程式を考える。

$$d_{\varphi\psi} = d_{0(k)}\{\varepsilon_{\varphi\psi}(\sigma_{ij(k)}) + \Delta_{\varepsilon(k)} + 1\} \quad (2.17)$$

式(2.17)を、 $d_{0(k)}$ を定数として求めた $\Delta_{\varepsilon(k)}$ を使って、 $d_{0(k)}$ の改良値 $d_{0(k+1)}$ を以下のように求める。

$$\begin{aligned} d_{0(k+1)} &= d_{0(k)}(1 + \Delta_{\varepsilon(k)}) \\ &= d_0(1 + \Delta_{(k)} + \Delta_{\varepsilon(k)} + \Delta_{(k)}\Delta_{\varepsilon(k)}) \end{aligned} \quad (2.18)$$

式(2.18)から $d_{0(k+1)}$ の誤差率 $\Delta_{\varepsilon(k+1)}$ は、

$$\Delta_{\varepsilon(k+1)} = \Delta_{(k)} + \Delta_{\varepsilon(k)} + \Delta_{(k)}\Delta_{\varepsilon(k)} \quad (2.19)$$

$\Delta_{\varepsilon(k)} \cong -\Delta_{(k)}$, $|\Delta_{(k)}| < 1$ であるため、 $|\Delta_{\varepsilon(k+1)}| < |\Delta_{(k)}|$ となる。すなわち、式(2.18)の操作を繰り返して $d_{0(k)}$ を改良していけば $\Delta_{\varepsilon(k)}$ は 0 に収束し、 d_0 の最適値とそれを用いて計算した応力の値を求めることができる。このような繰り返し計算の収束は極めて速く、 $d_{0(k)}$ の初期値として、例えば測定によって得られた $d_{\varphi\psi}$ のうちの 1 つを与えても数回の繰り返しの $\Delta_{\varepsilon(k)}$ は 0 に収束する。すなわち、事前に d_0 に関する知見を全く得ることなく、3 軸も含めた応力場の解析が可能になる。

実際の計算ではひずみ $\varepsilon_{\varphi\psi}$ と応力の関係を表す式(2.1)をそのままではなく、以下のように変形して使用している。

ξ_{11} , ξ_{22} を以下のように定義し、

$$\begin{aligned} \xi_{11} &= \sigma_{11} - \sigma_{33} \\ \xi_{22} &= \sigma_{22} - \sigma_{11} \end{aligned} \quad (2.20)$$

式(2.1)に代入すると以下ようになる。

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi} = & \frac{1}{2} S_2 \{ (\xi_{11} + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \xi_{22} \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi \\ & + (\sigma_{13} \cos \varphi + \sigma_{23} \sin \varphi) \sin 2\psi + \sigma_{33} \} \\ & + S_1 (2\xi_{11} + \xi_{22} + 3\sigma_{33}) \end{aligned} \quad (2.21)$$

これをさらに式(2.17)に適用すると,

$$\begin{aligned} d_{\varphi\psi} = & d_{0(k)} \left[\frac{1}{2} S_2 \{ (\xi_{11(k)} + \sigma_{12(k)} \sin 2\varphi + \xi_{22(k)} \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi \right. \\ & \left. + (\sigma_{13(k)} \cos \varphi + \sigma_{23(k)} \sin \varphi) \sin 2\psi + \sigma_{33} \} \right. \\ & \left. + S_1 (2\xi_{11(k)} + \xi_{22(k)} + 3\sigma_{33}) + \Delta_{\varepsilon(k)} + 1 \right] \end{aligned} \quad (2.22)$$

となる. ここで, σ_{33} と $\Delta_{\varepsilon(k)}$ はいずれも φ, ψ に対して不変であるため, 両方を変数として解くことはできない. 先に述べたように, X 線回折を用いて観測できる応力場で σ_{33} を 0 あるいは小さな定数と見なすことができる場合, 式(2.22)は $\Delta_{\varepsilon(k)}$ を変数とする線形方程式として解き, 得られた $\Delta_{\varepsilon(k)}$ を使って $d_{0(k)}$ の改良値 $d_{0(k+1)}$ を, 繰り返し計算する.

この形式が便利であるのは, 以下のようにいくつかの変数を固定するだけで異なる応力場に対応できる点である.

(a). 3 軸応力場 (σ_{33} が 0 あるいは小さな定数の場合)

$\xi_{11}, \xi_{22}, \sigma_{23}, \sigma_{13}, \sigma_{12}, \Delta_{\varepsilon(k)}$ のすべてを変数とする.

(b). 2 軸応力場

$\sigma_{23} = \sigma_{13} = 0$ として $\xi_{11}, \xi_{22}, \sigma_{12}, \Delta_{\varepsilon(k)}$ を変数とする.

(c). 等 2 軸応力場

$\sigma_{23} = \sigma_{13} = \xi_{22} = \sigma_{12} = 0$ として $\xi_{11}, \Delta_{\varepsilon(k)}$ を変数とする.

2.3.3 σ_{33} を 0 あるいは小さな定数と見なせない場合

応力テンソル σ_{23}, σ_{13} が大きいときには, 材料の深さ方向の応力勾配によって, σ_{33} も無視できない大きさの値をもつことが考えられる. このような場合, 他に d_0 を推定できる何らかの手段があれば, σ_{33} の値を変化させながら d_0 値が他の手段で推定した値と一致するまで DRS 法での計算を繰り返すことで, 応力テンソルの全成分を決定することは可能である. つまり, σ_{23}, σ_{13} が大きく, σ_{33} が無視できない大きさの値をもつ場合は, 他の手段で推定した d_0 値を用いることで DRS 法でも σ_{33} を含む 3 軸応力場の解析ができる.

2.3.4 単一入射への応用

これまで述べてきたように, DRS 法は $d_{\varphi\psi}$ から応力を計算する手法であるので, ゴニオメータによって得られた X 線回折パターンだけではなく, 2 次元 X 線回折画像に対しても適用が可能である. 以下では, DRS 法を単一入射法に適用する際に行われる処理について

述べる.

単一入射法では, 図 2.3 に示すように, Z 軸に対して ψ_0 の角度で X 線を入射させ, それに直交するように 2 次元検出器を配置して X 線回折画像を取得する. このとき, Debye-Scherrer 環の周回角 α の位置における散乱ベクトル方向の単位ベクトル \vec{S} は式(2.23) のように表される.

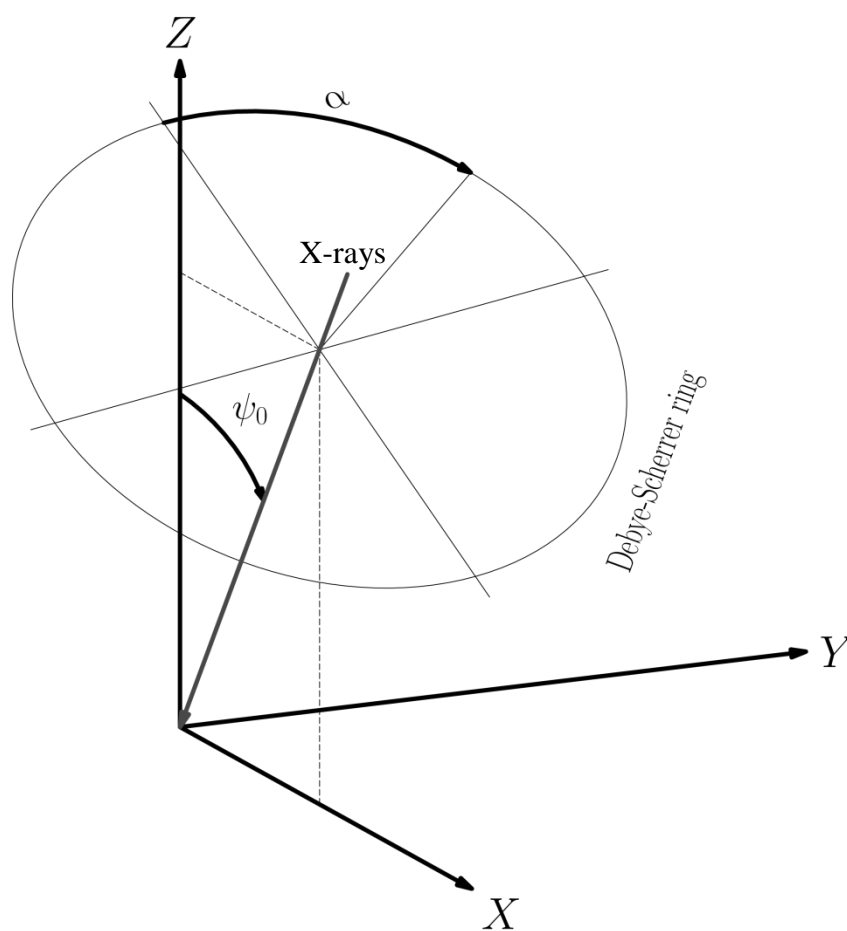


図 2.3 単一入射のジオメトリー.

$$\begin{aligned}
\vec{S} &= \begin{pmatrix} S_x \\ S_y \\ S_z \end{pmatrix} \\
&= \begin{pmatrix} \cos \theta & 0 & \sin \theta \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin \theta & 0 & \cos \theta \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \cos \alpha & \sin \alpha & 0 \\ -\sin \alpha & \cos \alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \cos \psi_0 & 0 & \sin \psi_0 \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin \psi_0 & 0 & \cos \psi_0 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} -1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.23) \\
&= \begin{pmatrix} \sin \psi_0 \sin \theta - \cos \psi_0 \cos \alpha \cos \theta \\ \sin \alpha \cos \theta \\ \cos \psi_0 \sin \theta + \sin \psi_0 \cos \alpha \cos \theta \end{pmatrix}
\end{aligned}$$

一方,

$$S_y = \sin \varphi \sin \psi \quad (2.24)$$

$$S_z = \cos \psi \quad (2.25)$$

であるので, ψ_0, α, θ と φ, ψ は以下の関係にある.

$$\cos \psi = \cos \psi_0 \sin \theta + \sin \psi_0 \cos \alpha \cos \theta \quad (2.26)$$

$$\sin \varphi \sin \psi = \sin \alpha \cos \theta \quad (2.27)$$

上記の式(2.26),(2.27)を使って 2 次元 X 線回折画像から得られた α, θ および ψ_0 から φ, ψ を計算する. このようにして得られた $d_{\varphi\psi}$ に DRS 法を適用すれば, 高精度の単一入射法に適用した X 線応力解析が可能になる.

DRS 法では, 原理的には 1 枚の 2 次元 X 線回折画像からでも 3 軸応力場の解析が可能であるが, 実際には検出器の電氣的雑音などの外乱のために, 1 つの Debye-Scherrer 環では得られる散乱ベクトルの φ の範囲では 3 軸応力場の解析に必要な情報が十分得ることができず, 安定した解析結果を得ることは望めない. そのため, 3 軸応力場の解析を行う際には φ 軸を備えたステージで試料を回転させて, 複数の 2 次元 X 線回折画像を使って解析を行う必要がある.

2.3.5 シミュレーションによる計算精度の検証

以下に、適当に与えた応力テンソルから計算したピークリストを DRS 法で処理して、元の応力テンソルおよび d_0 が再現できる例を示す。

表 2.1 のピークリストは、次のような応力テンソル、X 線波長 λ 、無ひずみ状態での結晶格子面間隔 d_0 、X 線の弾性定数 E, ν を与え、 $\varphi = 0^\circ, 45^\circ, 90^\circ, 180^\circ, 225^\circ, 270^\circ$ について、式 (2.1) を使って計算した。

$$\begin{aligned} \sigma_{11} = -300, \quad \sigma_{22} = -350, \quad \sigma_{33} = 0, \quad \sigma_{23} = 45, \quad \sigma_{13} = 30, \quad \sigma_{12} = 80 \text{ MPa} \\ \lambda = 0.2291045 \text{ nm}, \quad d_0 = 0.11701213 \text{ nm}, \quad E = 223300 \text{ MPa}, \quad \nu = 0.276 \end{aligned}$$

表 2.1 では、計算によって求めた 2θ の値を小数点以下 7 桁まで表している。これは計算結果の精度が、DRS 法のアルゴリズムではなく与えるデータの精度で決まることを示すためである。計算に際して、 d_0 は表 2.1 の中から適当に選んだ回折角から計算した値 $0.11709818242698 \text{ nm}$ を使った。X 線波長 λ と X 線の弾性定数 E, ν は表 2.1 を作成する際に使った値をそのまま使っている。 σ_{33} には 0 を与えた。表 2.2 は計算結果である。応力テンソルと d_0 のいずれもほぼ完全に再現できている。

表 2.3 は、より精度の低いデータからでも妥当な計算結果が得られることを示すために用意したピークリストである。表 2.3 では、 $\varphi = 0^\circ, 120^\circ, 240^\circ$ とし、 2θ の値は小数点以下第 4 桁を四捨五入している。 d_0 、X 線波長 λ 、X 線の弾性定数 E, ν は、表 2.1 のピークリストを処理する際の値と同じものを使っている。表 2.4 に計算結果を示す。この結果は、単一入射法を採用した X 線回折装置と φ 軸を備えた試料ステージを組み合わせ、得られた 3 枚の X 線回折画像に DRS 法を適用することで、高速高精度 3 軸応力解析システムの実現が可能であることを示唆する。

表 2.5 は、 $\sin^2 \psi$ 法との比較のために用意したピークリストである。表 2.5 の 2θ の計算では、 $\sigma_{23} = 0, \sigma_{13} = 0$ とした。 d_0 、X 線波長 λ 、X 線の弾性定数 E, ν は、他のピークリストの作成時と同じ値を使っている。表 2.5 の $\varphi = 0^\circ$ の部分を $\sin^2 \psi$ 法で処理した結果、

$$\sigma_{11} = -299.5082427806274 \text{ MPa}$$

を得た。また表 2.5 の $\varphi = 90^\circ$ の部分を同じく $\sin^2 \psi$ 法で処理した結果、

$$\sigma_{22} = -350.1883127312955 \text{ MPa}$$

を得た。それらの計算において $\tan \theta_0$ は、表 2.5 のピークリストを作成する際に使った d_0 の値から計算した。一方、DRS 法では他のピークリストの場合と同様に $d_0 = 0.11709818242698 \text{ nm}$ として計算を行い、

$$\begin{aligned}\sigma_{11} &= -299.7712327491961 \text{ MPa}, & \sigma_{22} &= -349.8650616413991 \text{ MPa}, \\ \sigma_{12} &= 79.88424711469493 \text{ MPa}, & d_0 &= 0.1170121794656159 \text{ nm}\end{aligned}$$

を得た。この結果から、DRS 法は $\sin^2\psi$ 法に対して同等の計算結果が得られていることが確認できる。

表 2.1 高精度ピークリスト。

φ	ψ	2θ
0°	18.435°	156.0613150°
0°	26.565°	156.1355133°
0°	33.211°	156.2177464°
0°	39.232°	156.3052731°
0°	45.000°	156.3971837°
45°	18.435°	156.0017640°
45°	26.565°	156.0445720°
45°	33.211°	156.1011497°
45°	39.232°	156.1666285°
45°	45.000°	156.2393970°
90°	18.435°	156.0489725°
90°	26.565°	156.1293205°
90°	33.211°	156.2216393°
90°	39.232°	156.3218292°
90°	45.000°	156.4285424°
180°	18.435°	156.1727072°
180°	26.565°	156.2846595°
180°	33.211°	156.3893382°
180°	39.232°	156.4894950°
180°	45.000°	156.5860113°
225°	18.435°	156.1985302°
225°	26.565°	156.3078250°
225°	33.211°	156.4037840°
225°	39.232°	156.4912802°
225°	45.000°	156.5718969°
270°	18.435°	156.2161777°
270°	26.565°	156.3533554°
270°	33.211°	156.4795762°
270°	39.232°	156.5989546°
270°	45.000°	156.7128076°

表 2.2 高精度ピークリストによる計算結果.

d_0	0.11701213 nm
σ_{11}	-299.999999999722 MPa
σ_{22}	-349.999999998969 MPa
σ_{23}	45.0000000001673 MPa
σ_{13}	29.9999999998479 MPa
σ_{12}	80.0000000020899 MPa

表 2.3 低精度ピークリスト.

φ	ψ	2θ
0°	18.435°	156.061°
0°	26.565°	156.136°
0°	33.211°	156.218°
0°	39.232°	156.305°
0°	45.000°	156.397°
120°	18.435°	156.105°
120°	26.565°	156.217°
120°	33.211°	156.335°
120°	39.232°	156.458°
120°	45.000°	156.584°
240°	18.435°	156.207°
240°	26.565°	156.325°
240°	33.211°	156.428°
240°	39.232°	156.523°
240°	45.000°	156.612°

表 2.4 低精度ピークリストによる計算結果.

d_0	0.1170121198130883 nm
σ_{11}	-299.6485468580708 MPa
σ_{22}	-350.6557612434673 MPa
σ_{23}	44.87920358674058 MPa
σ_{13}	29.81933804971606 MPa
σ_{12}	79.76226621926422 MPa

表 2.5 $\sin^2 \psi$ 法との比較のためのピークリスト.

φ	ψ	2θ
0°	18.435°	156.117°
0°	26.565°	156.210°
0°	33.211°	156.303°
0°	39.232°	156.397°
0°	45.000°	156.491°
45°	18.435°	156.100°
45°	26.565°	156.176°
45°	33.211°	156.252°
45°	39.232°	156.328°
45°	45.000°	156.405°
90°	18.435°	156.132°
90°	26.565°	156.241°
90°	33.211°	156.350°
90°	39.232°	156.460°
90°	45.000°	156.570°

2.4 従来の $\sin^2 \psi$ 法との測定結果の比較検証

$\sin^2 \psi$ 法との互換性確認を目的とし、いくつかの試料を用意して本手法との測定結果を比較した。 $\sin^2 \psi$ 法での測定はリガク製微小部 X 線応力測定装置 AutoMATE II を使用し、一般的な鉄鋼材料の測定条件で測定した。本 DRS 法での測定はリガク製の可搬型 X 線応力測定装置 SmartSite RS を使用して測定した。なお、DRS 法での解析は $\sigma_{23} = \sigma_{13} = 0$ とした 2 軸応力場を仮定した。測定結果を表 2.6 に示す。用意したすべての試料において、従来法と同等な結果が得られており、その互換性が確認できる。ただし、本比較検証用に用意した試料はせん断応力 σ_{23} , σ_{13} が存在しないため、 $\sin^2 \psi$ 法と DRS 法が同等な結果が得られたが、せん断応力 σ_{23} , σ_{13} が存在する試料では結果が乖離することになる。またその場合、DRS 法ではせん断応力 $\sigma_{23} = \sigma_{13} = 0$ とせずに 3 軸応力場を仮定して解析する必要がある。このようにいくつかの変数を固定するだけで異なる応力場に対応できることが従来の解析法との優位点であると言える。

表 2.6 $\sin^2 \psi$ 法との測定結果比較.

Samples	$\sin^2 \psi$ method	DRS method
Steel powder	1.4 MPa	0.5 MPa
SK85 (JIS) Heat treatment material	-115.6 MPa	-116.6 MPa
SUS420J2 (JIS) Blast treatment material	-483.0 MPa	-494.7 MPa
Coil spring	-689.3 MPa	-687.1 MPa
Gear tooth face SP treatment material	-1379.0 MPa	-1380.5 MPa

2.5 結言

DRS 法は実際の材料表面の応力場に近い状態を仮定し、かつ与えられた無ひずみ状態の結晶格子面間隔 d_0 を改良し最適解を求めることから、 d_0 の誤差に起因する応力計算値の誤差を極力排除している。そのため、DRS 法は正確な d_0 を必要とせずに応力計算精度を向上させた応力解析手法と言える。また、ゴニオメータを使用せず、単入射法に適用した場合、1 枚の 2 次元 X 線画像から応力解析することが可能であるため、短時間で応力測定が可能である。さらに、 φ 軸ステージなどを備えて 3 軸応力場の解析に必要な情報を十分に得ることができれば、単入射法を応用した 3 軸応力解析が可能である。2 軸応力場、等 2 軸応力場の場合、必要に応じていくつかの応力テンソルを固定値とすることで対応可能であることから、測定試料に最適な応力場を仮定して応力を解析できる汎用的な応力解析手法である。また、従来から工業界で一般的に用いられている $\sin^2 \psi$ 法と比較して、互換性を有していることから DRS 法を用いた応力解析も確かな計算結果が得られる信頼性の高い応力解析手法と言える。

参考文献

- [1] Standard for X-Ray Stress Measurement (Iron and Steel edition), JSMS-SD-5-02, The Society of Materials Science, Japan, (2002) (in Japanese).
- [2] Bob B. He, "Two-Dimensional X-Ray Diffraction", John Wiley & Sons, Inc., p.249 (2009).

第3章 微小領域の材料評価を可能とする応力測定装置の開発

3.1 緒言

一般的に普及している X 線応力装置において、最小の X 線照射領域は直径 0.1 mm 程度である。X 線照射領域を制限する手段として、X 線ビームサイズを制限する金属コリメータや試料側で X 線照射領域を制限するマスキングなどが挙げられる。しかしながら、マスキングで試料上において照射領域を 1 mm 以下に制限するのは現実的な作業ではない。また X 線ビーム径を微小に制限することで、試料に入射される X 線強度は著しく低下し、十分な回折強度を得るためには長時間露光が必要となる。

本研究論文では試料表面の 2 次元的な面内、または 1 次元的な線上の応力分布について実験的な検討を試みる。応力分布を計測する場合は、一般的に X 線応力装置と試料ステージとの組み合わせで可能になる。しかしながら微小領域の応力分布を評価する場合には、照射領域に応じた交叉精度（経験的に照射領域の 1/10 以下）を有していなければ、正しく微小領域の評価はできない。

このように一般的に普及している X 線応力装置では、微小領域の分布測定を容易に実施できない場合が多い。微小領域の X 線測定を可能には次の 2 つの要件が測定装置に求められる。

(1) 入射 X 線の微小化とそれにとまなう X 線源の高輝度化

入射 X 線を微小径に制限するが、現実的な測定時間で応力測定するには試料に入射される X 線を高輝度化する必要がある。

(2) 高い測定位置精度

X 線回折計として、高い交叉精度を有したゴニオメータと高い並進精度を有した試料ステージが必要になる。

(1)については、X 線出力を単純に印加電圧や電流を高くしただけでは、高輝度化にはならず、単位面積あたりの X 線強度（輝度）を高める必要がある。ここでは微小焦点を使用した高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置と X 線ビームを集光する素子として人工多層膜ミラーとを組み合わせ、入射 X 線の高輝度化を検討した。(2)については、X 軸、Y 軸、Z 軸、 ϕ 軸の 4 軸で構成された新たな高精度な電動試料ステージも開発を検討した。

本研究では、上記の 2 つの要件を充足した要素を湾曲型イメージングプレート式 X 線回折装置に組み合わせて、新たな微小領域 X 線測定装置を完成した。その性能の有効性を評価して、さらに微小領域用 X 線回折装置を用いた応用例についても述べる。

3.2 入射 X 線の微小化と高輝度化

3.2.1 高輝度 X 線発生装置

卓上型回転対陰極 X 線発生装置は、微小焦点の回転対陰極式 X 線源を用いることにより超高輝度化を実現した X 線発生装置である。電子銃の最適化により、高密度の電子線を対陰極上に理想的な形状で収束させて微小焦点 X 線源を実現している。測定用途に応じて、微小焦点 X 線源と X 線集光ミラー等の各種光学素子を組み合わせることにより、超高輝度 X 線源を最大限に有効活用できる。以下に本研究で使用した 2 つのリガク製 X 線発生装置について紹介する。

高輝度 X 線発生装置 MicroMax007HFM (図 3.1 左) は、実効焦点サイズ $\phi 0.07$ mm の X 線源で最大出力 1200 W、最大輝度 31 kW/mm^2 である。超高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置 FR-E⁺⁺ SuperBright (図 3.1 右) は、実効焦点サイズ $\phi 0.07$ mm で最大出力 2925 W、最大輝度 56 kW/mm^2 のである。前者は第 5 章で、後者は第 4 章での実験で使用した。

表 3.1 高輝度 X 線発生装置の最大出力と最大輝度。

Rotating anode X-ray generator	Effective focus diameter	Maximum power	Maximum brilliance
MicroMax007HFM	0.07 mm	1200 W	31 kW/mm^2
FR-E ⁺⁺ SuperBright		2925 W	56 kW/mm^2

回転対陰極式 X 線発生装置は、ターゲット面に図 3.2 のような 2 種類の材質を帯状に配置した構造のターゲットを使用することで、ターゲットの交換を行うことなく管球外部から電子銃の位置を変更することにより、どちらかの線種を選択して取り出すことができる。超高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置 FR-E⁺⁺ SuperBright における、単色ターゲットの模式図を図 3.3 に、2 色ターゲットの模式図を図 3.4 および図 3.5 に示す。実験室系の X 線発生装置は、小型放射光など一部の例外を除いて、金属ターゲットに電子線を高速で衝突させて発生させる。フィラメントから出た熱電子は、フィラメントと金属ターゲットの間に印加された高電圧により加速され、ターゲットに衝突する。衝突した際に X 線が発生する。図 3.3 ではフィラメントから出た電子線がターゲットに衝突して、左右に X 線が発生する様子が分かる。図 3.4 では電子銃の首振り機構によって、電子線の収束位置を変えことなくフィラメントを右に傾けて、Cu 金属に向かって電子線が衝突して Cu の波長を有した X 線が左右に発生することを示している。図 3.5 ではフィラメントを左に傾けて、Cr 金属に向かって電子線が衝突して Cr の波長を有した X 線が左右に発生することを示している。高輝度 X 線発生装置 MicroMax007HFM の場合は、電子銃の首振り機構ではなく、フィラメントは固定したまま真空圧を利用してターゲットを前後軸方向に動かすことで 2 色の波長をボタンひとつで選択できるようになっている。



図 3.1 微小焦点を使用した高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置.
左：超高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置 FR-E⁺⁺ SuperBright,
右：高輝度 X 線発生装置 MicroMax007HFM.

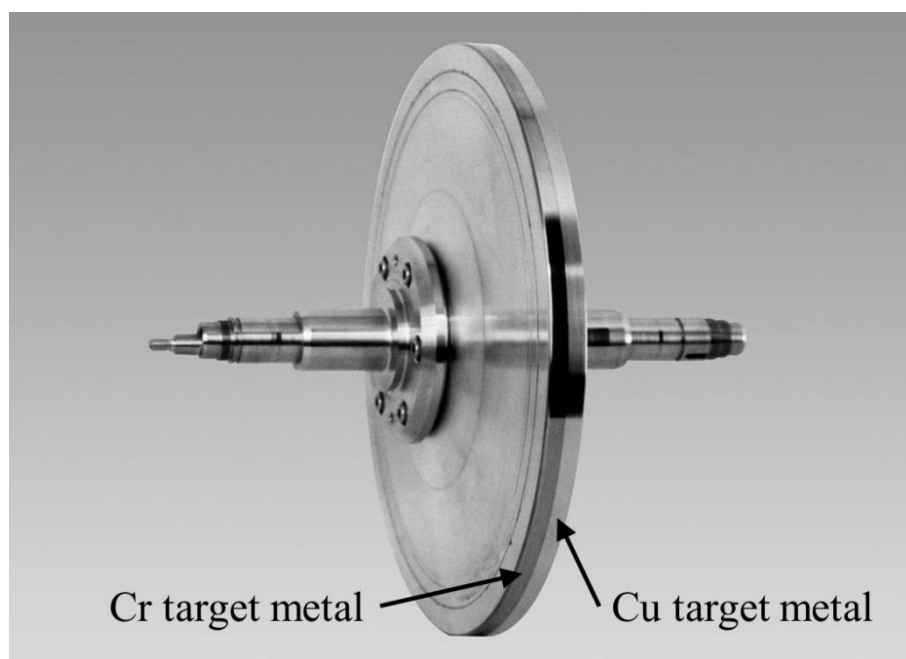


図 3.2 超高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置 FR-E⁺⁺ SuperBright 用の 2 色ターゲット.

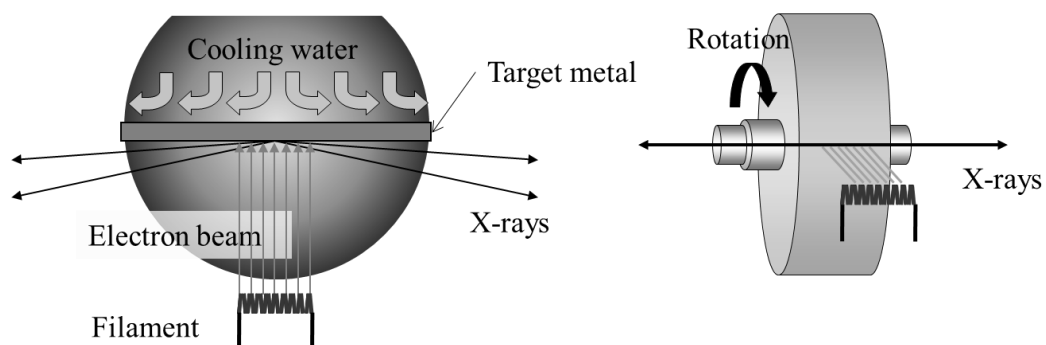


図 3.3 単色ターゲットの模式図.

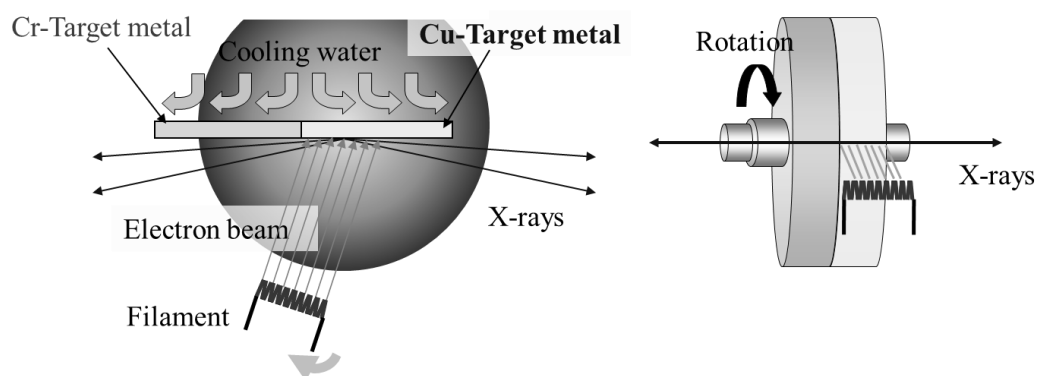


図 3.4 2色ターゲットの模式図 (Cu 選択時).

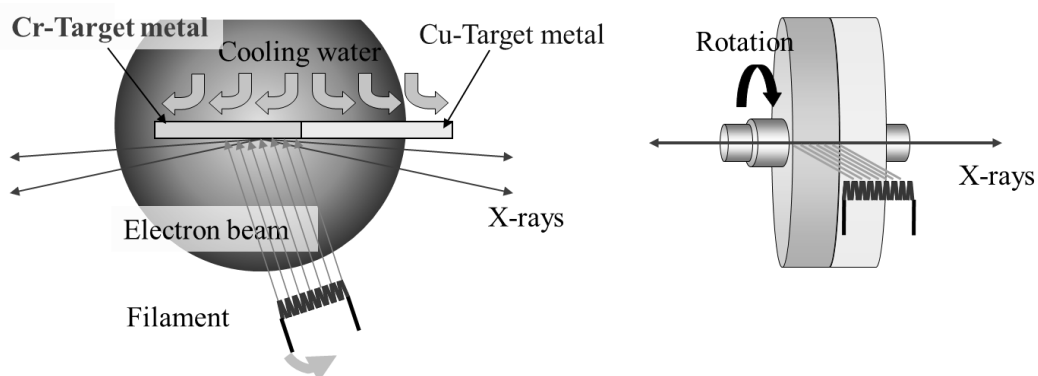


図 3.5 2色ターゲットの模式図 (Cr 選択時).

3.2.2 人工多層膜ミラー

2次元検出器を用いた X 線回折装置の場合、受光側（検出器側）に単色化するモノクロメータを入れることはできないため、入射側に入れることになる。モノクロメータは、測定に必要な分解能によっても異なるが、高分解能用には Si, Ge 等の単結晶が利用される他、通常はグラファイト単結晶が使用されてきた。これらは単結晶の X 線回折現象を利用して X 線を単色化するものである。しかし長い周期を有するもの、例えば薄い 2 種類の薄膜を何層にも交互に重ね合わせ、人工的に周期構造を作り出したものでも回折現象を利用してモノクロメータとして使用することができる。ただし、実用的なレベルに至るには、スパッタ蒸着などの高精度な成膜技術が必要であり、日本では 1980 年代に波岡らにより軟 X 線用の人工多層膜の研究が行われた[1]。当時、X 線回折実験で使用される硬 X 線 (0.15 nm 程度よりも短い波長の X 線) 用の人工多層膜ミラーを製作することは不可能だと言われていた。しかし、1980 年代の後半に米国の OSMIC 社（現在の Rigaku Innovative Technologies）が“Ovonyx”の商標で蛍光 X 線分析用の人工多層膜分光素子を開発した。1990 年半ばには OSMIC 社とドイツの Fraunhofer 社によって、X 線源からの発散光を効率よく集めることができる放物面多層膜が製作され、X 線回折の分野でも多用されるようになった。これに続いて、2つの同じ焦点距離を持つ放物線傾斜多層膜を直角に 2つ接合し、図 3.6 のようにその交線部分を利用することによって、点光源から X 線を集光する Confocal Max-Flux（以後 CMF）が OSMIC 社により開発された[2]。この集光素子は従来の光学系に比べ、5.2～8.2 倍以上の強度を得ることが可能で、低分子や蛋白質の構造解析を中心に急激に利用が進んだ[3]。CMF は人工的に放物面の基板に数 nm の重元素と軽元素の物質を薄膜作成技術により交互に成膜し、X 線回折現象を利用して X 線を集光するものである。CMF の改良は、蛋白質の構造解析への応用が主たる目的であったため、Cu-K α 線用を中心に改良が続けられた。これは CMF のミラー長さが 80 mm 程度であったものを 150 mm まで伸ばし、より多くの X 線を集光することと、2種類の重元素物質と軽元素物質の組み合わせによる回折効率の向上であった。CMF の有効性が認知されるにつれて、他の特性 X 線 Mo-K α 線、Cr-K α 線用の CMF なども開発され、鉄鋼材料の応力評価分野でも人工多層膜ミラーが利用できるようになった。

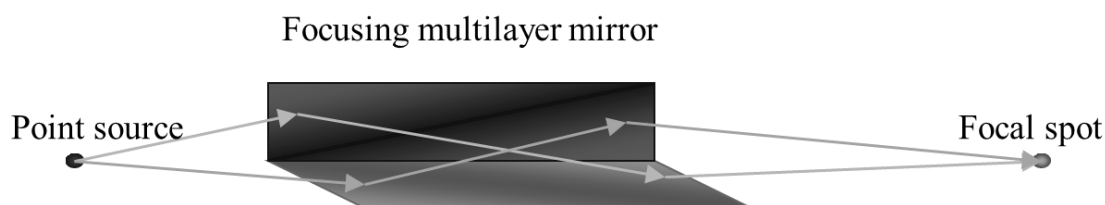


図 3.6 放物線傾斜多層膜を直角接合した配置.

CMF はミラーから見込んだ X 線源の大きさに強度が依存するため、X 線発生装置の総出力が大きいよりも、CMF で有効に活用できる焦点上での輝度が高いことが重要になり、前項で紹介した微小焦点の高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置との組み合わせで最大限に活用できることになる。この組み合わせを使用した場合、CMF はモノクロメータから出る X 線の 100 倍程度の X 線強度があることから、微小領域の X 線回折実験に CMF が有効であることは明らかである。一方で、モノクロメータは設定角度を変更すれば、種々の特性 X 線に対応することができるが、CMF は可動部こそないものの、高度な成膜技術を使用しているため高額であることと、X 線ターゲット毎に CMF を用意しなければならない、コストと光軸調整の労力の点から普及に至らない要因もある。

図 3.7 に CMF の模式図[4]を示す。放物面形状の多層膜を用いると、多層膜の Bragg 回折条件によって単色化される。ただし、このとき多層膜は、X 線源に近い側では X 線入射角が大きいため面間隔 d が小さく、そこから離れるにしたがって d が徐々に大きくなるように成膜しなければならない。

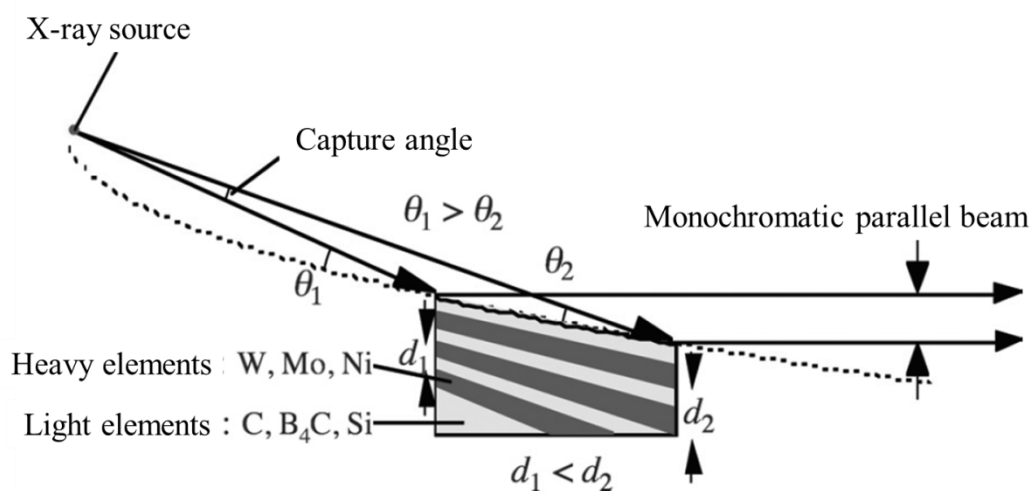


図 3.7 人工多層膜ミラー (CMF) の模式図。

各元素物質に対して、特性 X 線がその程度まで侵入できるかは式(3.1)を用いて計算できる。

$$t = -\frac{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)}{\mu\rho} \quad (3.1)$$

ここで t は侵入できる距離 (cm)、 I_0 は入射 X 線強度、 I は侵入後の X 線強度、 μ は質量吸

収係数 (cm^2/g), ρ は密度 (g/cm^3) である. X線強度が10%になる値, すなわち I/I_0 が0.1になる t を計算する. 重元素物質Niの質量吸収係数 μ がCu-K α 線 $48.8 \text{ cm}^2/\text{g}$, Cr-K α 線 $144.0 \text{ cm}^2/\text{g}$ で, Niの密度 ρ を $8.9 \text{ g}/\text{cm}^3$ とすると, t はCu-K α 線で 0.0057 mm , Cr-K α 線で 0.0018 mm になる[5]. すなわちCr-K α 線はCu-K α 線に比べ, ミラーの奥深くに侵入して, 回折してでてくることができない. この特性を利用してミラー表面層でCr-K α 線を, 深層でCu-K α を回折させるように設計しCr-K α 線, Cu-K α 線双方の特性X線に対して1つのCMFで対応できる2色人工多層膜ミラーも存在する. これによりCr-K α 線, Cu-K α 線の2波長のみを利用する場合は, ターゲットを交換するだけでよく, 各々のCMFを用意する必要はなくなる.

図3.8に本研究で使用した人工多層膜ミラー(CMF)のVariMax-Duoの外観図を示す. 図3.9に湾曲型イメージングプレート式X線回折装置に超高輝度型回転対陰極式X線発生装置FR-E⁺⁺ SuperBrightと人工多層膜ミラー(CMF)のVariMax-Duoを組み合わせた湾曲型IP式微小部X線回折装置の外観写真を示す.



図 3.8 CMF ミラー (VariMax-Duo) の外観図.

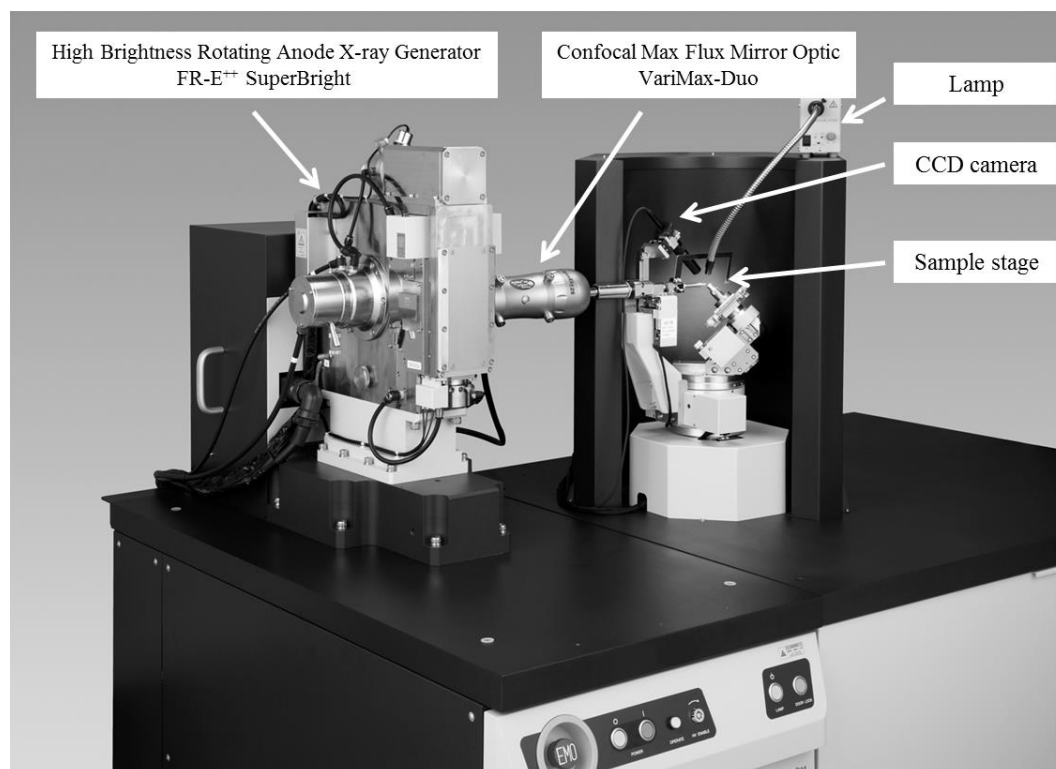


図 3.9 湾曲型 IP 式微小部 X 線回折装置.

3.2.3 高輝度化の有効性評価

超高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置 FR-E⁺⁺ SuperBright と人工多層膜ミラー(CMF)の VariMax-Duo を組み合わせて高輝度化した X 線源と従来の封入管線源との強度の違いを実験的に比較した. いずれの線源も Cr ターゲットもしくは Cr 管球を使用し, X 線出力も両者ともに 1.92 kW (40 kV, 48 mA) とした. 1.92 kW (40 kV, 48 mA) は超高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置 FR-E⁺⁺ SuperBright を Cr ターゲットで使用したときの最大出力になる. 高輝度化線源の方は超高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置 FR-E⁺⁺ SuperBright に加えて, 人工多層膜ミラー VariMax-Duo を使用して X 線を集光した. 各 X 線源で種々のコリメータを取り付けて, その時の X 線強度を記録した. X 線強度は PIN フォトダイオード式のカウンタを用いて計測した. 計測した結果を図 3.10 に示す. 封入管線源ではコリメータ径が大きくなるにつれて, X 線強度が高くなっているが, 高輝度化線源の方はコリメータ径が 0.5 mm 以上は同じ X 線強度を示している. これは X 線ビームプロファイルの直径が 0.5 mm 以下になっていることを意味しており, X 線が集光できていることが確認できる結果である. 図 3.10 図中□印でプロットした強度比 (高輝度化線源/封入管線源) に着目すると, コリメータ径が直径 0.5 mm 以下の場合, 高輝度化線源の方が X 線強度は圧倒的に高いが, コリメータ径が直径 1 mm 以上では封入管線源の方が X 線強度は高い. 高輝度化

線源の微小領域の有用性については、照射面積の直径が 0.15 mm のときには約 15 倍、照射面積の直径が 0.1 mm の時で約 30 倍高輝度線源の方が X 線強度は高いことが確認できた。以上をまとめると、微小領域を評価する場合のみに高輝度化線源が非常に有用であり、照射面積が直径 1 mm 以上で評価する場合は封入管線源の方が効率的かつ経済的であると言える。

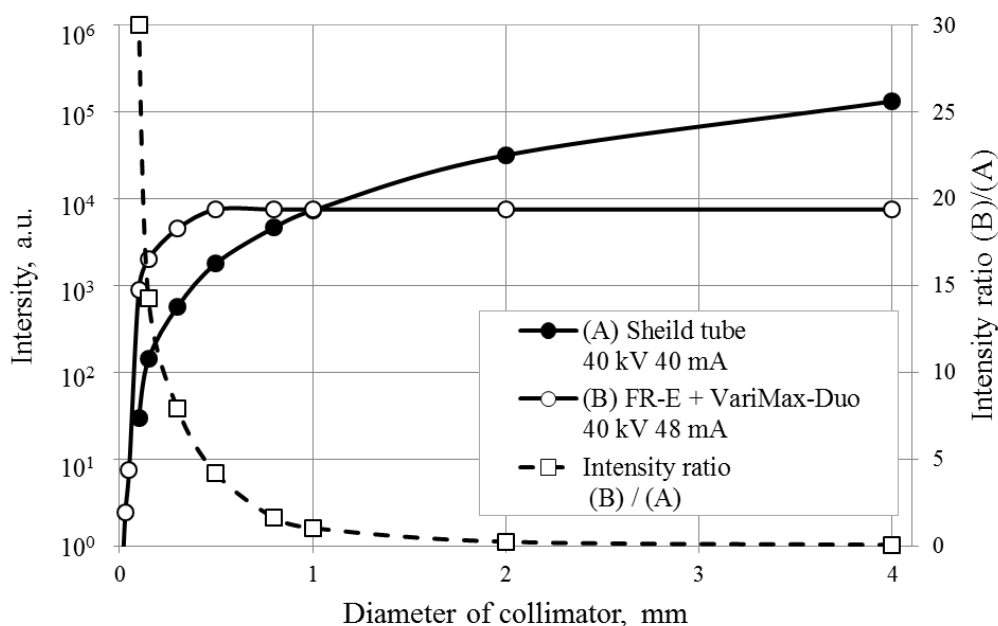


図 3.10 封入管線源と高輝度化線源の強度比較.

3.2.4 ヘリウムガス置換の効果

高輝度化線源を使用した光学系は図 3.11 に示すように X 線焦点位置から試料までの距離が 600 mm あり、空気による X 線の減衰が発生する。その空気による X 線強度の減衰を軽減するには、X 線源から集光ミラーおよびコリメータ先端までヘリウムガス(以後 He と略す)で置換することが考えられる。図 3.12 に Cr 線源を使用した場合の He 置換効果(X 線強度比)を示す。

He 置換することで、コリメータ径もしくは X 線ビーム径が大きくなるほど X 線強度の向上効果は大きくなり、コリメータ直径 0.1 mm で 56 倍、コリメータ直径 0.8 mm で 70 倍になることが分かる。本研究では人工多層膜ミラーからコリメータ先端までを He フローして、X 線の減衰を最小限にして実験を行った。

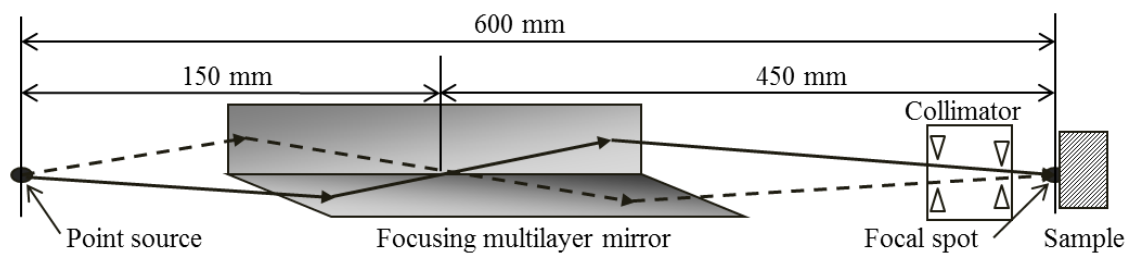


図 3.11 高輝度化した人工多層膜ミラー光学系の概略図.

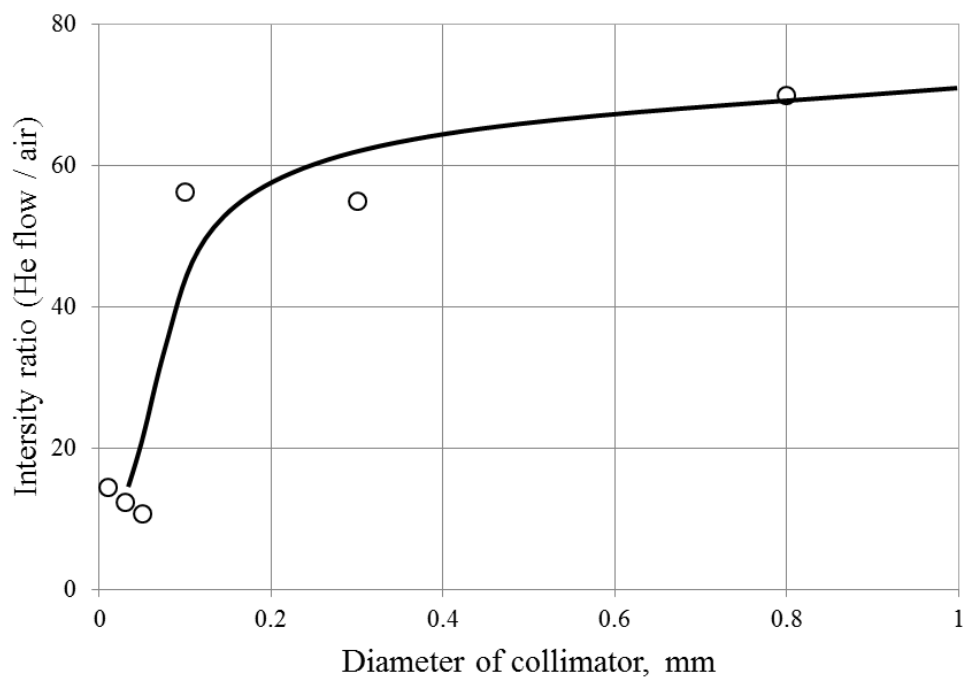


図 3.12 Cr 線源におけるコリメータ径に依存した He 置換効果.

3.3 高精度電動試料ステージの開発

微小領域を高精度に測定するには、それに伴った高い交叉精度を有したゴニオメータと高い並進精度を有した試料ステージが必要不可欠になる。本研究では高精度な電動試料ステージの開発を試みた。通常、試料ステージはX軸、Y軸、Z軸の3軸があれば、いかなる空間位置に3次的に試料位置を移動可能であるが、本研究では3軸応力解析を目的としているため、先述の3軸に加えて試料面内で回転する φ 軸を含む計4軸が試料ステージに必要な。従来の湾曲型イメージングプレート式X線回折装置で使用していた応力測定用試料ステージには次に挙げる問題点があった。

- (a). 可動範囲が狭い
- (b). 手動操作である
- (c). 試料サイズの制限がある

開発する高精度電動試料ステージの設計仕様として、全軸を電動制御とし、X軸 ± 20 mm、Y軸 ± 20 mm、Z軸 ± 5 mm、 φ 軸 $\pm 180^\circ$ の可動範囲、交叉精度は最小コリメータ径 $10 \mu\text{m}$ での測定を考慮して $5 \mu\text{m}$ とした。各軸の積層構造については、3軸応力解析する場合には試料平面を移動するXY軸を使用して任意の測定位置に移動し、その位置で試料面内 φ 回転しなければならないことから、 φ 軸の上にXY軸を構成する必要がある。そのため、図 3.13 に示した高精度試料ステージの設計図面のようにXY軸、 φ 軸、Z軸の順で軸を構成した。

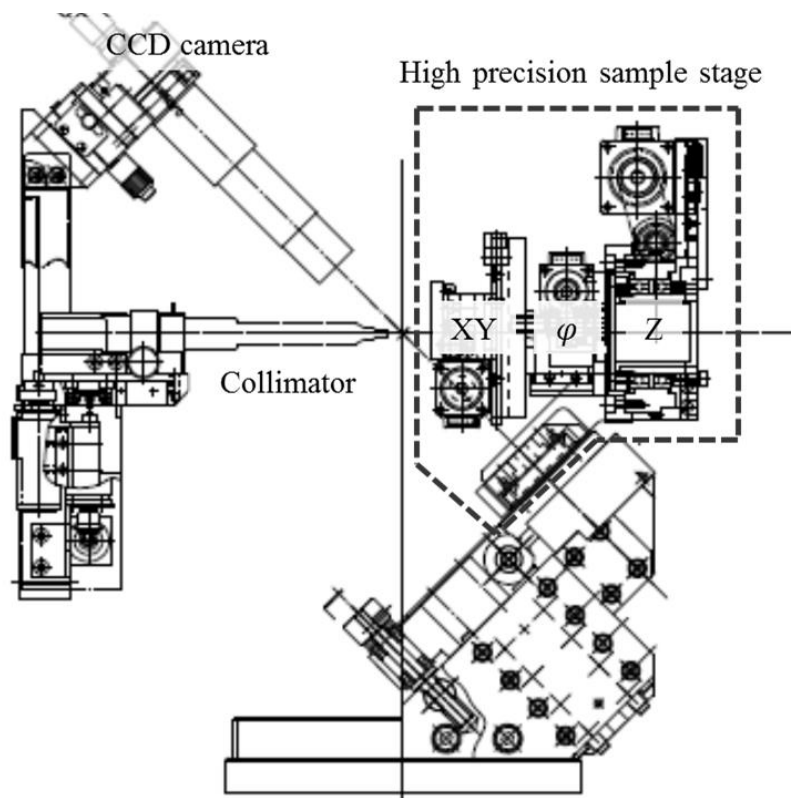


図 3.13 高精度試料ステージの設計図面.

完成した高精度試料ステージをゴニオメータに組み付けた外観写真に図 3.14 示す. また各軸の可動範囲と分解能を表 3.2 に示す. Z 軸軸周りに回転する φ 軸を使用した高精度な測定をする場合には, コリメータから出射される X 線光軸と Z 軸を一致させることが重要になる. 高精度な測定, つまり厳密な回転精度が要求される場合には X 軸上にステージを平行移動できる微調整機構を有している. この微調整機構とステージ下部の高さ調整機構を使用し, X 線光軸と Z 軸を一致させることが可能である. 測定対象となる試料は本高精度試料ステージ専用のサンプルホルダ (図 3.15) を使用してステージに取り付ける. 一般的な試料は図 3.15(a)で示した多目的試料板を使用すればよいが, 36 穴試料板 (図 3.15(b)) および 169 穴試料板 (図 3.15(c)) のように穴状くぼんだサンプルホルダを使用することで, サンプルチェンジャーとしても利用できるように使用用途を拡大した. 36 穴試料板 (図 3.15(b)) を高精度試料ステージに取り付けた時の外観写真を図 3.16 に示す.

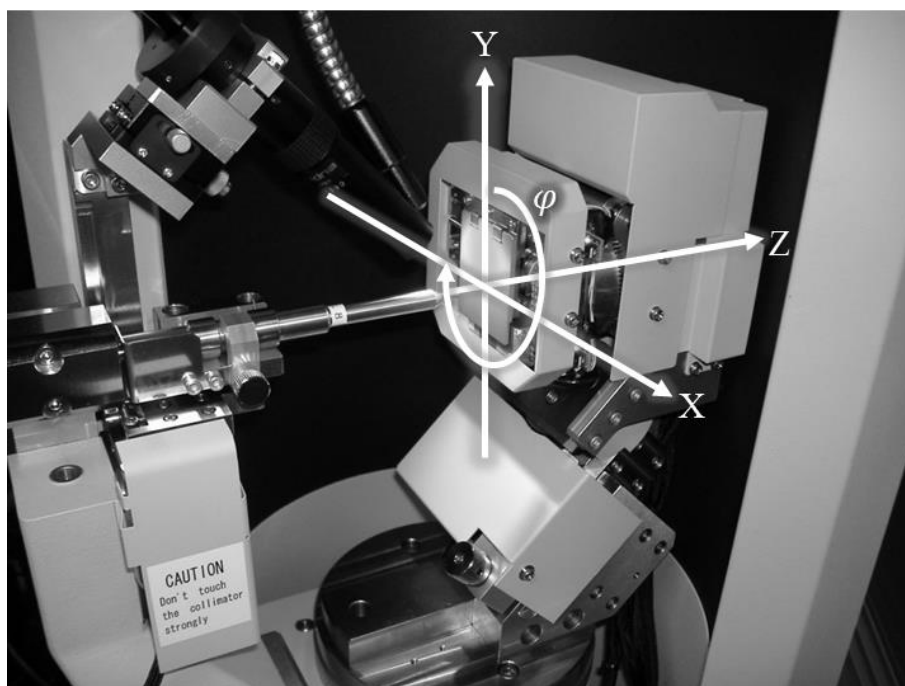


図 3.14 高精度試料ステージをゴニオメータに組み付けた外観写真.

表 3.2 高精度試料ステージの駆動範囲と分解能.

Axis name	Motion range	Minimum step
X	± 20 mm	0.001 mm
Y	± 20 mm	0.001 mm
φ	$-180 \sim 360^\circ$	0.0001°
Z	$-11 \sim 5$ mm	0.00083 (1/1200) mm

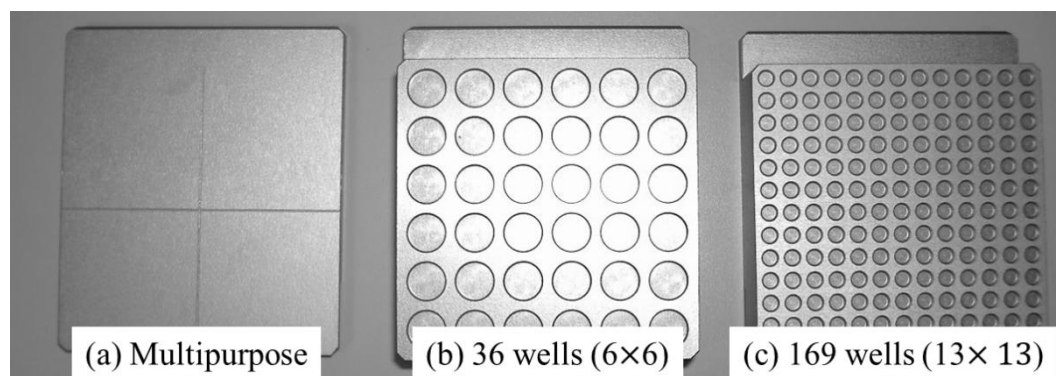


図 3.15 高精度試料ステージで使用可能なサンプルホルダ。

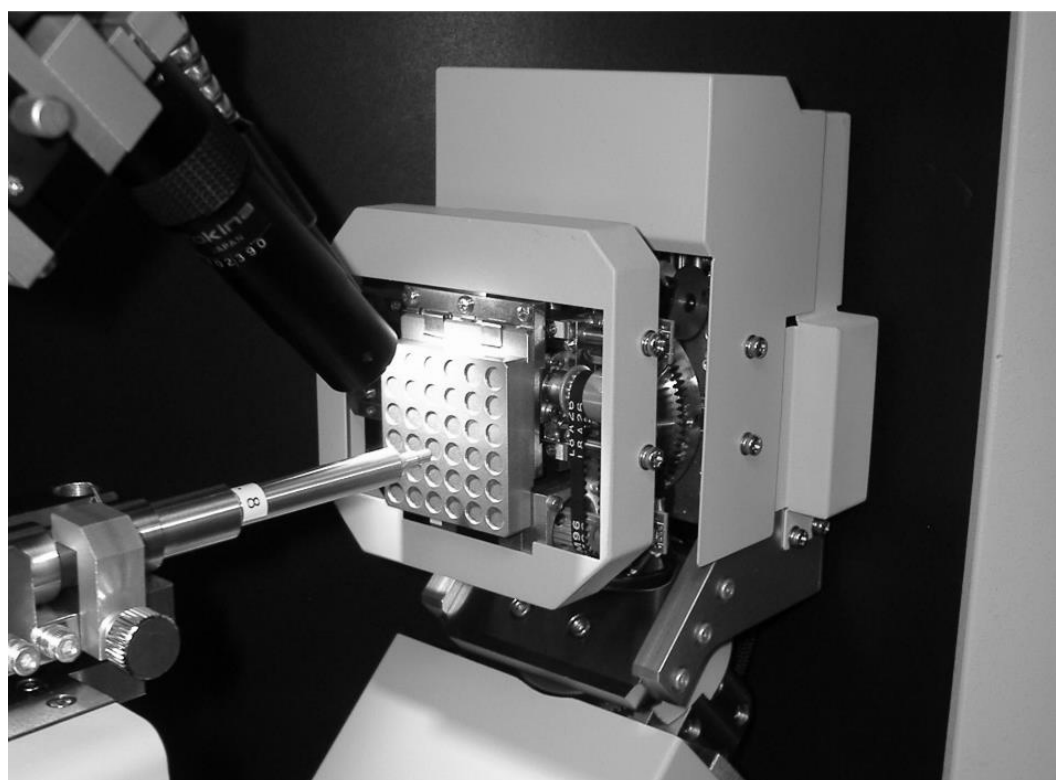


図 3.16 36 穴試料板を高精度試料ステージに取り付けた時の外観写真。

3.4 微小領域 X 線回折装置の有効性評価とその応用例

3.4.1 微小コリメータを用いた X 線ビーム径の検証

微小コリメータは、材料の評価領域を制限するために用いることが多い。微小コリメータを使用したからと言っても選択したコリメータ径と等価な X 線ビーム径にコリメータ出口は制限されているとは限らず、コリメータ出口から離れた試料位置ではビームの発散等により X 線ビーム径が拡散している可能性がある。そこで、本検証では微小コリメータを用いた場合に X 線ビーム径が十分に制限されているか確認した。検証に用いたコリメータ径は製造可能な最小径の直径 $10\ \mu\text{m}$ のものとした。X 線ビーム径を計測する手段として、試料位置に 4 象限スリットを設置して定量的に計測することも考えられるが、試料位置の空間的制限により 4 象限スリットの設置が難しい。そこで図 3.17 に示すようなピンホール治具を製作して実験的検証を行った。

金製の円柱状素材に直径 $10\ \mu\text{m}$ の穴を精密加工によって開けたピンホールを製作した。ピンホールの拡大写真を図 3.18 に示す。ピンホール背面に厚さ $50\ \mu\text{m}$ のアルミニウム箔を貼り付け、ピンホール本体をガラス棒で接着して保持できるようにした。

X 線源は高輝度 X 線発生装置 MicroMax007HFM を用いて、ターゲットは Cu とした。X 線出力は $40\ \text{kV}$, $30\ \text{mA}$ とした。

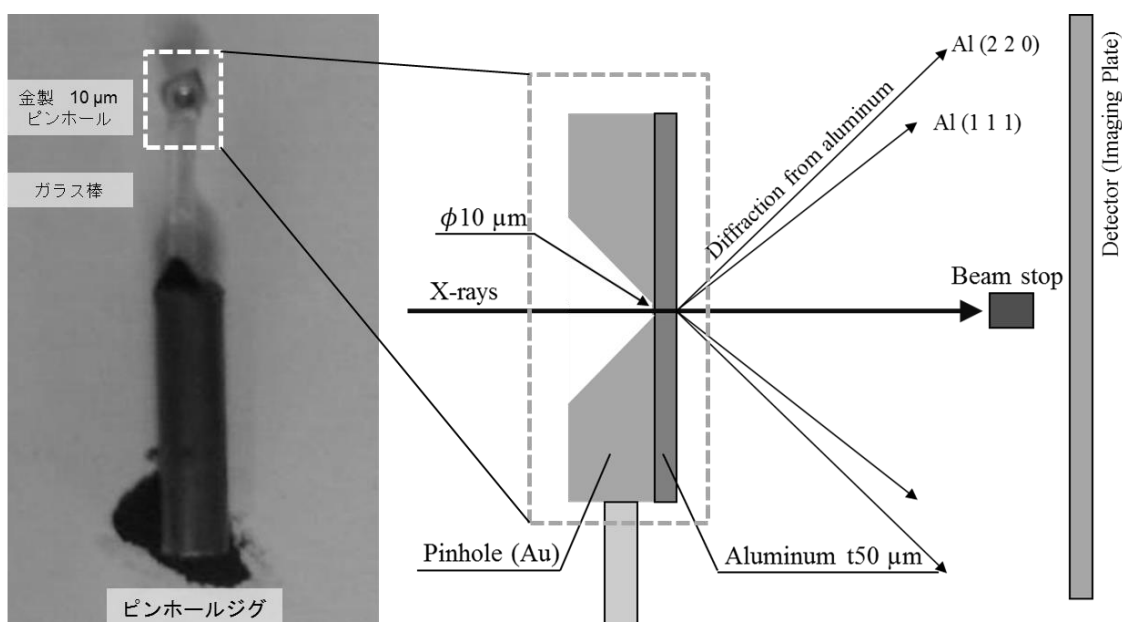


図 3.17 X 線ビーム径検証用直径 $10\ \mu\text{m}$ ピンホール.

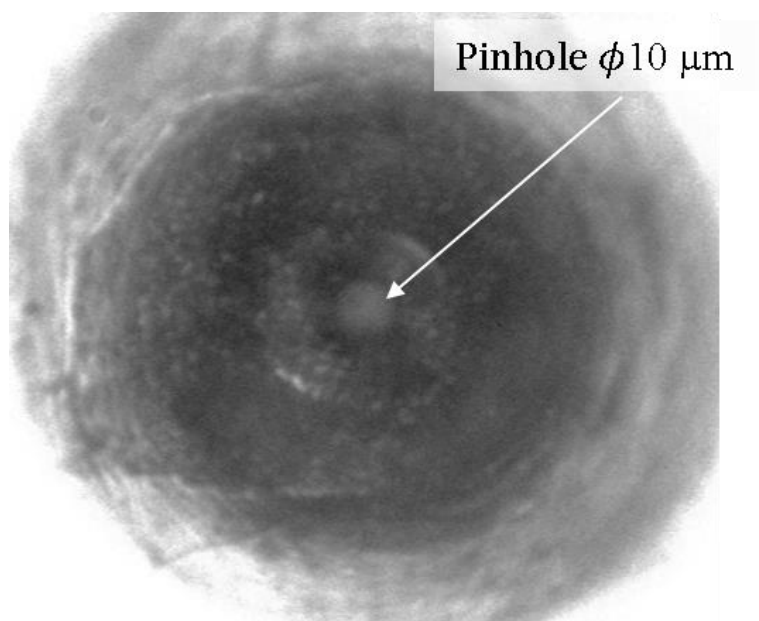


図 3.18 10 μm ピンホールの拡大写真.

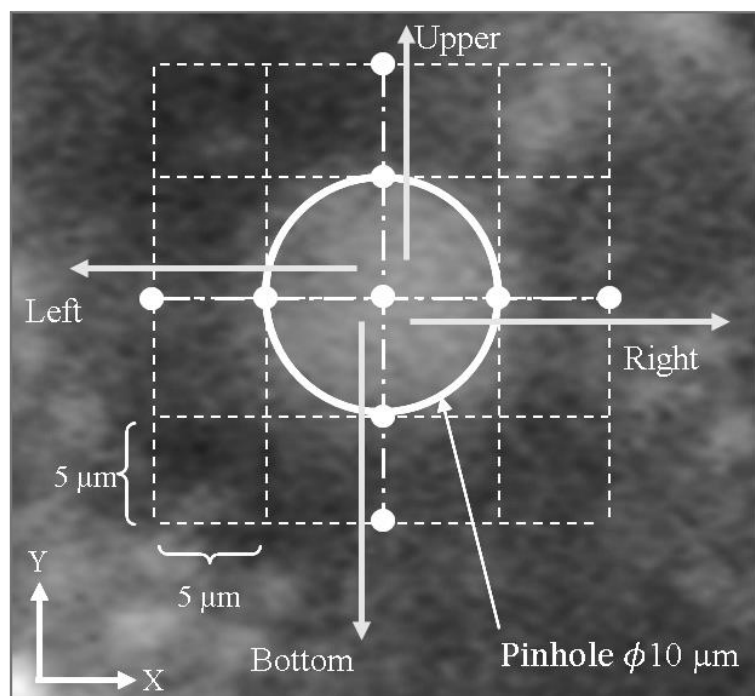


図 3.19 10 μm ピンホールの試料位置でのオフセット図.

直径 $10\ \mu\text{m}$ のピンホールに X 線が通過すると、ダイレクトビームはビームストップで止められるが、アルミニウム箔からの回折線が検出器で計測できる。アルミニウム箔からの回折線は 2θ 低角度側から順に Al 111, Al 220 が観測できる。一方、X 線がピンホールからずれていれば当然ながらアルミニウム箔から回折線は計測されない。このことを利用して、図 3.19 に示すように X 線ビームの光軸原点となる試料位置でピンホールを $\pm 5\ \mu\text{m}$, $\pm 10\ \mu\text{m}$ オフセットした時の Al 111 回折線の強度をイメージングプレートで計測して、X 線ビーム径を定性的に評価した。

ピンホールを右方向(+X 方向)にオフセットしたときの 2 次元回折像を図 3.20 に示す。点線の交点がダイレクトビーム位置 ($2\theta = 0^\circ$) であり、2 次元画像上での回折角 2θ 方向はその交点を基準に放射する方向となる。X 線ビームの光軸原点となる試料位置 (オフセット $0\ \mu\text{m}$) での 2 次元回折像において、 2θ 低角度側から順に Al 111, Al 220 の回折環が観測できている。また、回折環円周方向に強度分布を有した回折環を形成していることから、アルミニウム箔が圧延して成形されたことによる優先配向があることも確認できる。

図 3.20 の 2 次元回折像から、ピンホールがオフセットするにつれて回折環強度が低下している様子が確認できるとともに、回折環強度はピンホールが $5\ \mu\text{m}$ オフセットすると約半減、 $10\ \mu\text{m}$ オフセットでは全く回折環は計測されていないことが分かる。その様子を定量的に評価するために、Al 111 回折線に注目して、回折環全周について積分した $2\theta - I$ プロファイルを生成した。図 3.21 にその結果を示す。いずれの方向でもピンホールを $10\ \mu\text{m}$ オフセットすると、Al 111 回折線は計測されていないことから、X 線ビーム径は試料位置で直径 $10\ \mu\text{m}$ に制限されていることが確認できた。

以上のことから、実験室系で利用可能な本微小領域用 X 線回折装置は微小領域の材料評価に非常に有効であると言える。

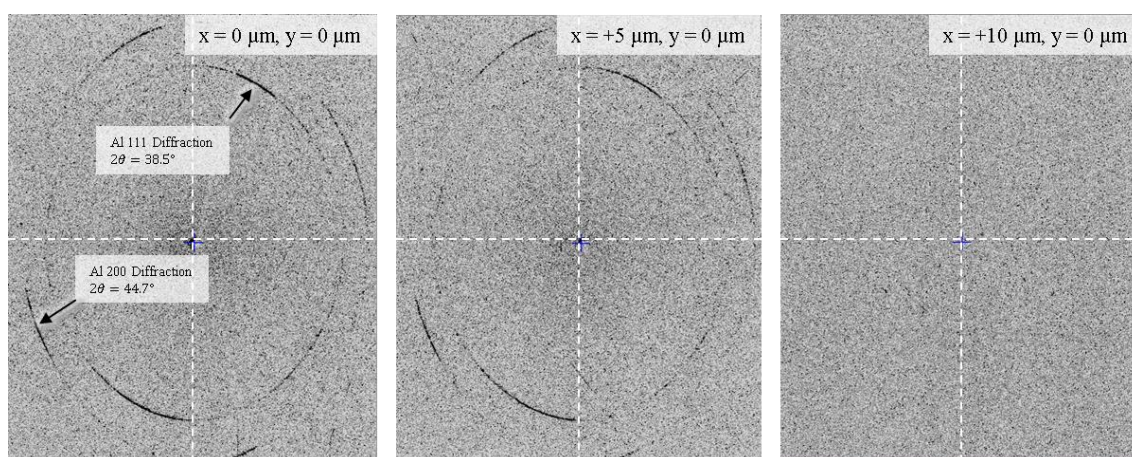


図 3.20 ピンホールを右方向 (+X 方向) にオフセットしたときの回折環。
左 : オフセット $0\ \mu\text{m}$, 中 : オフセット $+5\ \mu\text{m}$, 右 : オフセット $+10\ \mu\text{m}$.

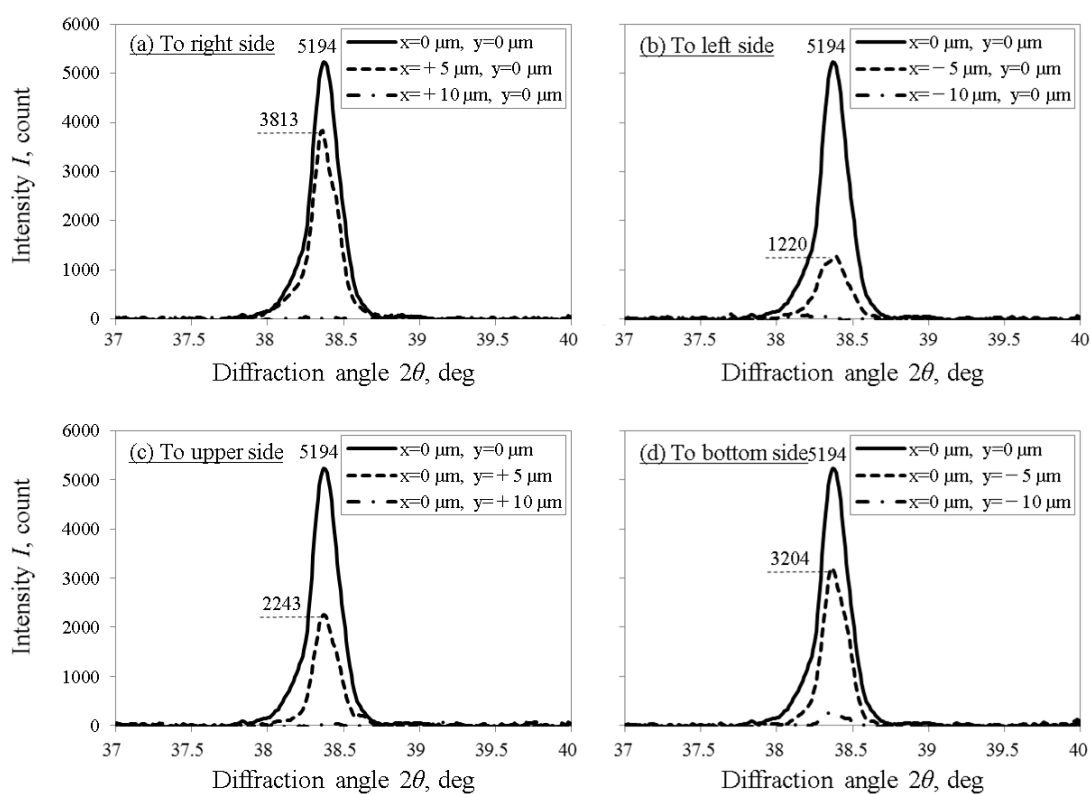


図 3.21 上下左右方向にピンホールをオフセットした時の Al 111 の $2\theta - I$ プロファイル.

3.4.2 溶接材料による結晶粒径の変化測定

X線応力測定する場合、連続的な回折環を形成していることを前提としている。しかしながら、材料の結晶粒が粗大である場合は必ずしも連続的な回折環とはならない。あるいは、通常の微細な結晶粒であっても、X線の照射領域を小さく制限して微小領域の応力を測定しようとするすると斑点状となる。このことから回折環形状の連続性、もしくは斑点状態からX線照射面積内に存在する結晶数の多寡が推定できるとともに、定性的ではあるが大体の結晶粒の大きさが予測できると言える。そこで本項では、微小コリメータ直径 $10\ \mu\text{m}$ を用いて照射面積を制限したときの溶接したビード部の結晶粒径の変化について観察した。

溶接による熱影響部 (HAZ) の結晶粒は、その熱サイクルに応じて成長するのが普通である。とくにボンド近傍においては結晶粒の成長は著しく、いわゆる粗粒化が生じる。この粗粒化は溶接継手の性質に種々の影響を与える。たとえば靱性が低下し、高温割れ感受性も増大する。また、溶接金属では epitaxial growth をするために、ボンドにおける結晶粒は溶接金属の凝固組織にも関係し、したがって溶接金属の性質にも影響を及ぼすと考えられる。さらに鉄鋼など変態を有する材料では高温における結晶粒の大きさがその変態挙動に変化を与える。このように、溶接熱影響部における結晶粒の成長は非常に大きな問題になっている。

実験に用いた供試材は、市販のアルミニウム合金 A5182 の板材である。その素材を寸法 $50\ \text{mm} \times 50\ \text{mm} \times t1\ \text{mm}$ に切り出し、中央部にアーク溶接によってビードを形成した。

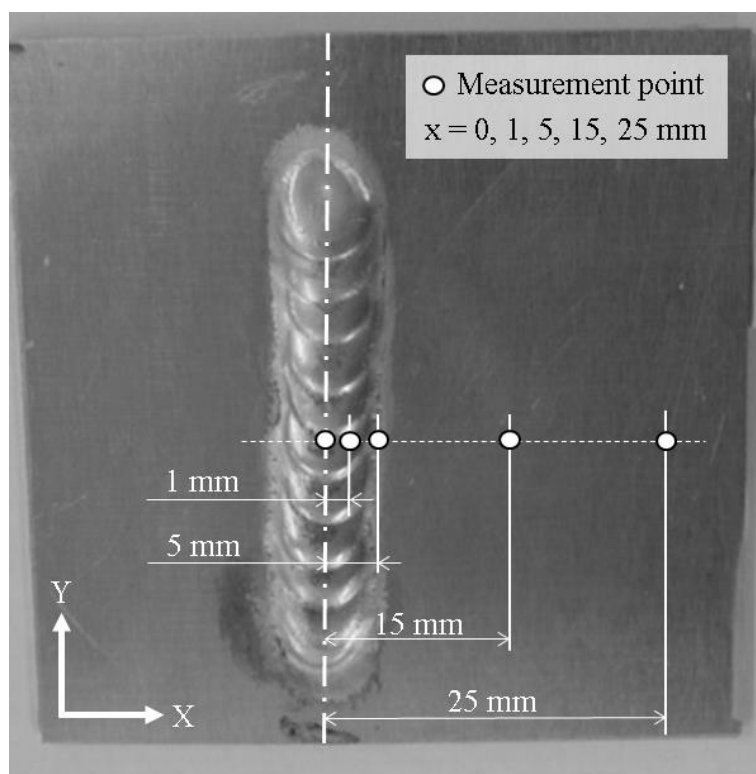


図 3.22 溶接試験片と測定箇所.

溶接金属中央を $X = 0$ mm の位置とし、溶接金属中央より X 方向に 1, 5, 15, 25 mm 離れた位置をコリメータ直径 $10 \mu\text{m}$ を使用して 2 次元回折像を計測した。図 3.22 に使用した試験片と測定箇所を示す。また得られた 2 次元回折像を図 3.23 に示す。

溶接箇所から 25 mm, 15 mm 離れた母材部 (base metal) では連続的な回折環が得られているが、熱影響部 (HAZ) となる溶接止端部 ($X = 5$ mm) では斑点状になっている。また、溶接部の ($X = 0, 1$ mm) でも同様に斑点状になっていることが分かる。つまり、母材部では微細な結晶状態にあるが、溶接部および溶接止端部では熱の影響により結晶粒が成長して粗粒化していると言える。

連続的な回折環を得るには X 線照射領域内に十分多くの結晶が存在することが必要であり、通常、 X 線照射領域内におよそ 1000 から 5000 個程度の結晶粒が必要とされている[7][8]。しかし、必要な結晶粒数は試料の状態 (転位密度, ミスオリエンテーション, 焼なまし状態から変形を受けた状態かなど) や、測定法, 測定条件, データ処理条件などによって異なり、今後定量的な検証が必要である。

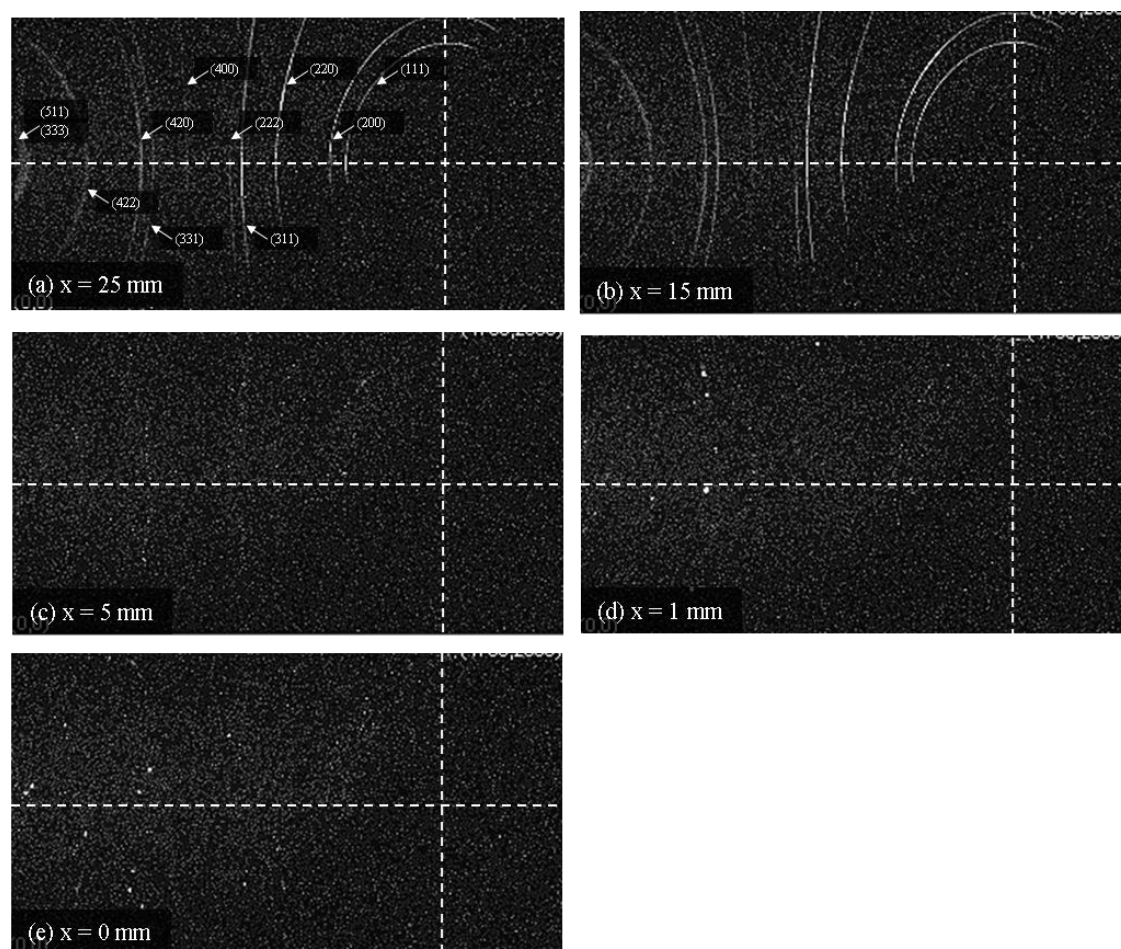


図 3.23 溶接試験片から得られた 2 次元回折像。

3.4.3 高精度試料ステージによる回路基板の微小部マッピング測定

実際の材料評価への応用として、3.3節で述べた高精度試料ステージを使用して回路基板の配線部を微小部マッピング測定で評価した。図 3.24 (左) の写真に示す回路基板を試料とし、薄い銅箔の配線パターンが露出しているところを評価対象箇所とし、図 3.24 (右) に示すように縦方向に 30 μm 間隔で計 11 点のマッピング測定を実施した。測定点の指定は CCD カメラで取り込んだ画像上で測定したい点をマウス操作によってティーチングすることで、位置情報が自動的に登録される。測定点 1, 2, 6, 9 は銅箔の配線パターン部、測定点 4, 5, 8, 11 は表面保護のために絶縁フィルムで被覆された部分、測定点 3, 7, 10 は両者の境界部になる。

X 線源は高輝度 X 線発生装置 MicroMax007HFM を用いて、ターゲットは Cu とした。X 線出力は 40 kV, 30 mA とした。コリメータは直径 30 μm のものを使用し、露光時間は 1 min とした。

得られた 2 次元回折像の一例を図 3.25 に示す。図 3.25(a) (測定点 2) は銅箔配線パターン部、図 3.25(c) (測定点 8) は被覆部 (絶縁フィルム)、図 3.25(b) (測定点 10) は両者を跨ぐ境界部から得られた 2 次元回折像である。図 3.25(a) では銅の回折線が明瞭に観測されているが、図 3.25(c) では銅の回折線は確認できず、全く別成分の回折線が観測されている。境界部の図 3.25(b) では両者の回折線が合算された回折線が観測されている。両者の違いは 2θ 低角度側で顕著に現れていることから、得られた 2 次元回折像から低角度側 (回折角 $2\theta=20\sim 80^\circ$ の範囲) について $2\theta - I$ プロファイルを切り出して、定性分析を行って含有成分の同定を行った。定性分析の結果を図 3.26 に示す。銅箔配線パターン部では銅と酸化銅が検出され、被覆部では被覆の含有成分が酸化チタン (アナターゼ) と硫酸バリウムであることが分かった。また境界部では両成分が混在していることがはっきりと分かる。

以上ことから、微小領域において正確な測定および評価ができていることが検証できた。

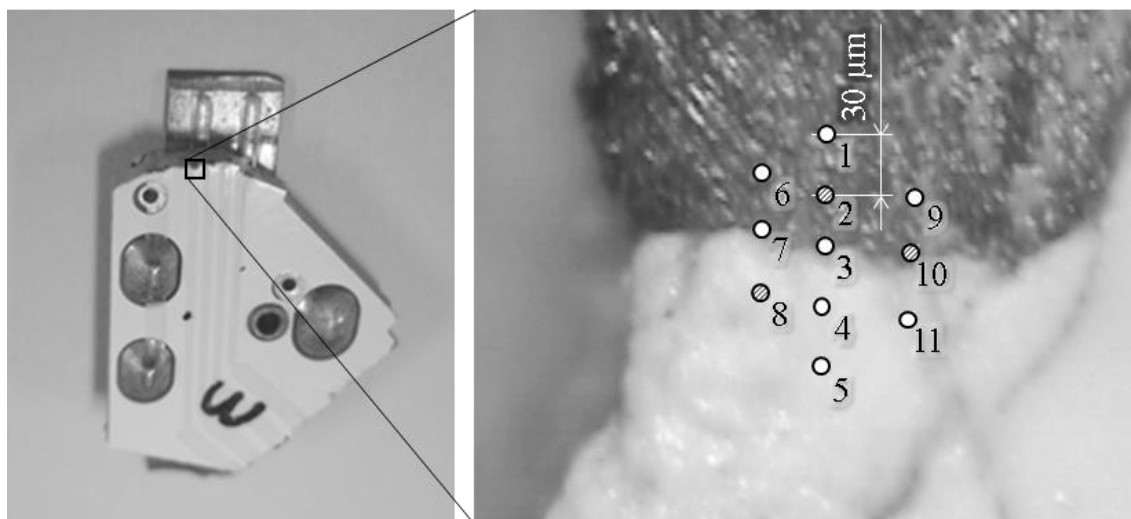


図 3.24 回路基板のマッピング測定。左：回路基板，右：拡大図と測定位置。

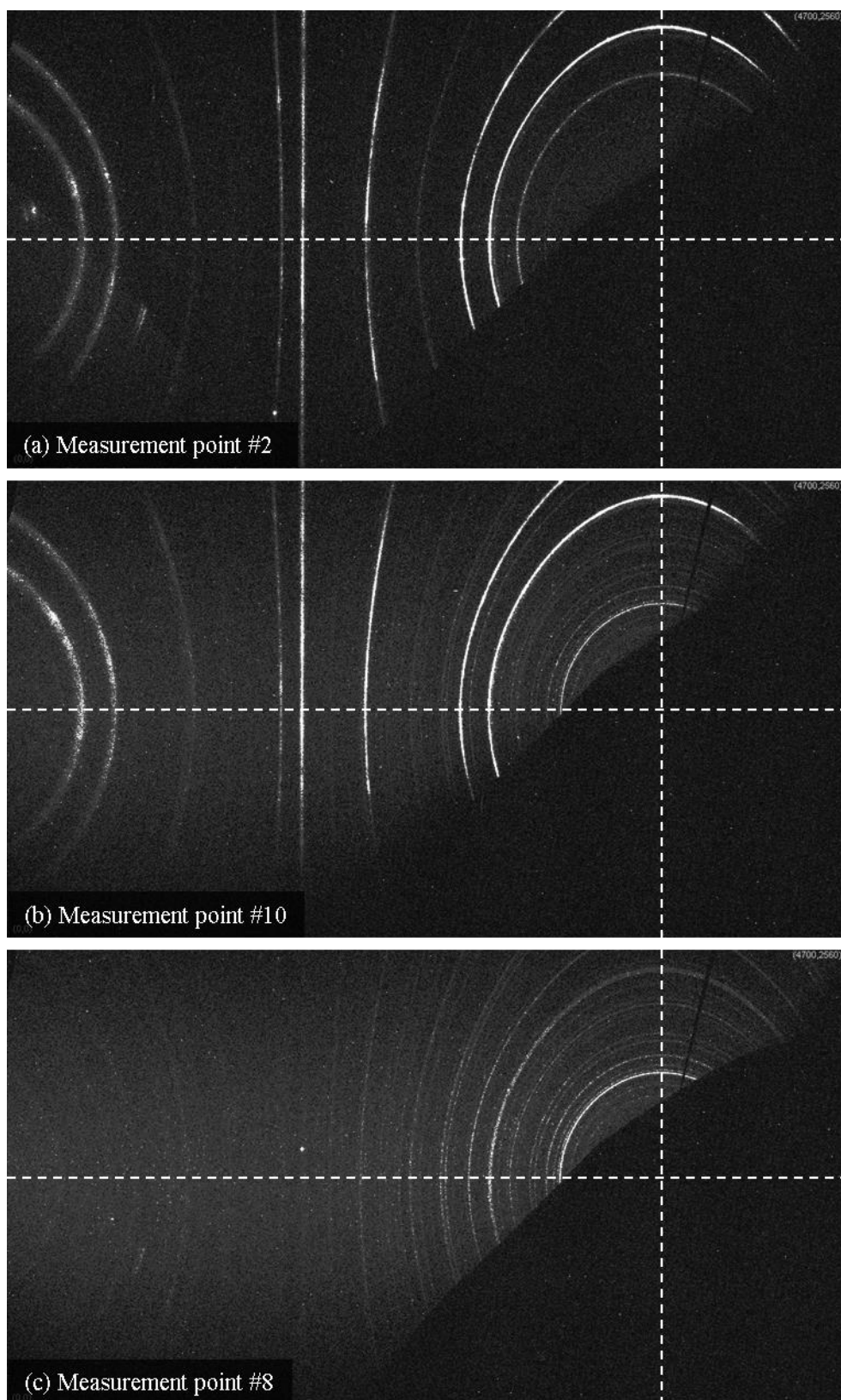


図 3.25 回路基板から得られた2次元回折像.
上：銅箔配線パターン部，中：境界部，下：被覆部（絶縁フィルム）.

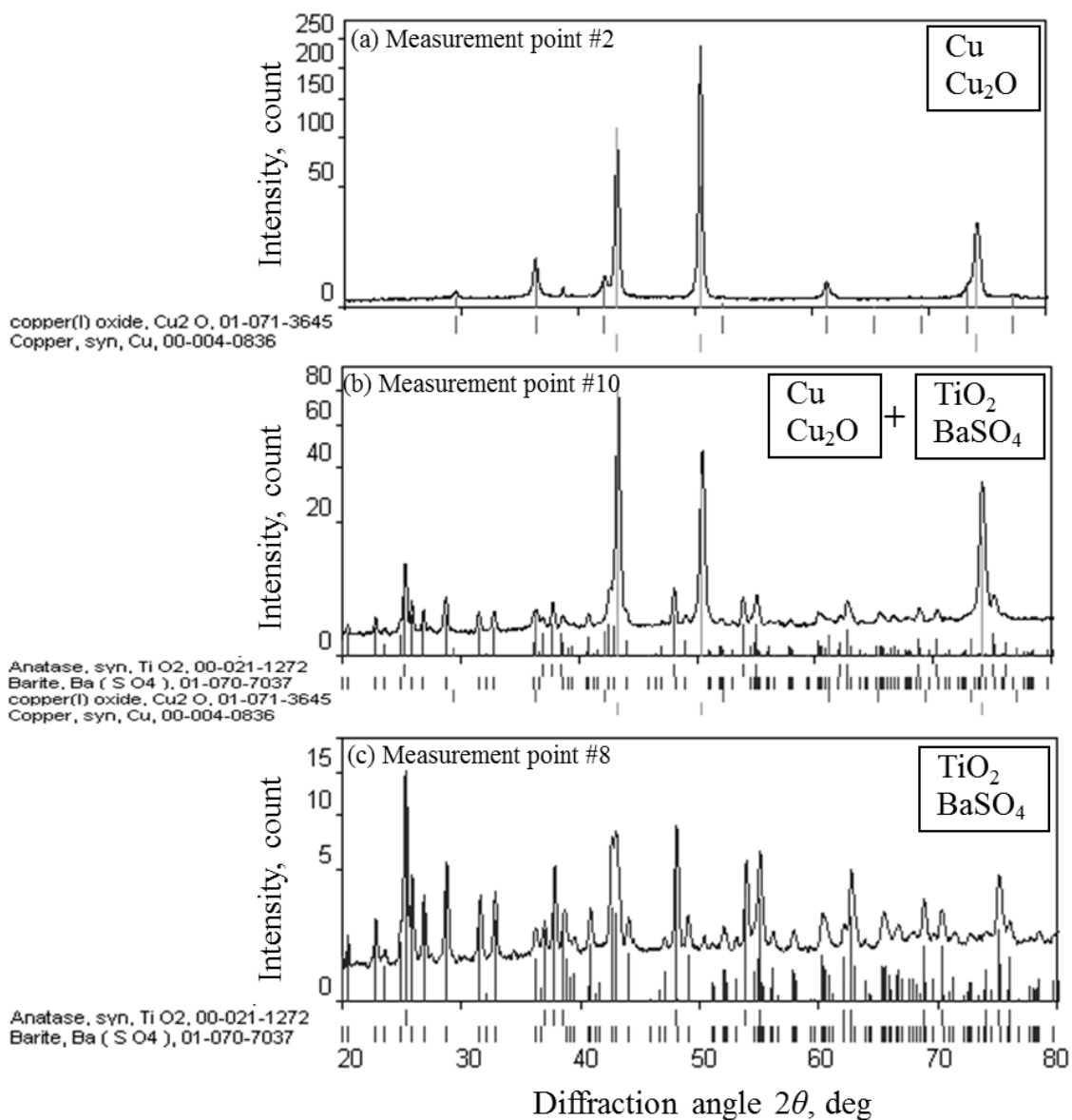


図 3.26 回路基板の定性分析結果.

3.5 結言

本研究では X 線回折による微小領域の材料評価を可能とするため、入射 X 線の微小化にともなう高輝度化と高い測定位置精度の 2 つの必要要件について検討を行い、湾曲型イメージングプレート式 X 線回折装置に組み合わせて、新たな微小領域用 X 線測定装置として完成させた。開発した微小領域 X 線測定装置を使用して、その有効性の評価と実験的検証により以下のことが明らかになった。

- (1) 封入管線源はコリメータ径が大きくなるにつれて、X 線強度が高くなるが、高輝度化線源は X 線が集光されているためコリメータ直径が 0.5 mm 以上では X 線強度は一定となる。しかし、コリメータ直径が 0.5 mm 以下の場合、高輝度化線源の方が X 線強度は圧倒的に高い。たとえば、照射面積の直径が 0.1 mm の時は高輝度線源の方が約 30 倍高い。これにより高輝度 X 線源と人工多層膜ミラーを組み合わせることにより、短時間で微小領域の X 線応力測定が可能となった。
- (2) 人工多層膜ミラーを使用した場合、X 線焦点位置から試料間距離までが 600 mm あり、空気による X 線の減衰が発生する。X 線源からコリメータ先端までをヘリウムガスで置換することで X 線の減衰を低減することができた。その効果は X 線ビーム径が大きくなるほど大きくなり、コリメータ直径 0.1 mm で 56 倍、コリメータ直径 0.8 mm で 70 倍であった。
- (3) 最小コリメータ径 10 μm を使用した場合でも、試料位置で X 線ビーム径は直径 10 μm に制限されており、実験室系で利用可能な本微小領域用 X 線測定装置は微小領域の材料評価に非常に有効であることが分かった。
- (4) X 線応力測定する場合は、X 線照射領域内に十分多くの結晶が存在し、かつ連続的な回折環を必要とするが、X 線照射領域を小さく制限すると回折に寄与する結晶粒子数が相対的に減少するため、回折環は斑点状となる。この現象について溶接材料を用いて改めて確認するとともに結晶粒径の変化を定性的に捉えることができた。
- (5) 実際の材料評価への応用として、X 線照射直径を 30 μm に制限して、回路基板の配線部をマッピング測定で評価した。その結果、銅箔の配線部と被覆部との違いが明瞭に観測でき、また定性分析の結果からそれぞれの含有成分を同定できたことから、微小領域用 X 線測定装置を使用した微小領域測定において正確に評価できていることが検証できた。

参考文献

- [1] T.Namioka, *Revue de Physique Appliquée*, Vol.23, p.1711 (1988).
- [2] B. Verman, L. Jiang, B. Kim, R. Smith and N. Groupio, *Advances in X-ray Analysis*, Vol.42, p.321 (1998).
- [3] C. Yang, A. Courville and J. D. Ferrara, *Acta Crystallogr., Sect.D: Biol. Crystallogr*, Vol.55, p.1681 (1999).
- [4] K. Shimizu and K. Omote, *Rigaku Journal*, 39(1), p.1 (2008) (in Japanese).
- [5] *International Table X-ray Crystallography III* Kynoch Press, p.266 (1974).
- [6] T. Sasaki, Y. Hirose and S. Yasukawa, *The Japan Society of Mechanical Engineers*, Vol.63, No.607, A, p.533(1997) (in Japanese).
- [7] M. Sakaida, *Journal of the Society of Materials Science Japan*, Vol.53, No.7, p.758 (2004) (in Japanese).
- [8] M. Tominaga and Y. Akiniwa, *Journal of the Society of Materials Science Japan*, Vol.63, No.7, p.521 (2014) (in Japanese).

第4章 ショットピーニング処理表面の微視的応力分布測定

4.1 緒言

ショットピーニングによって付与される圧縮残留応力[1]と疲労強度向上のメカニズムについてはこれまで多くの研究報告があり、その関係性が大きいことが明らかになっている[2][3]。そしてショットピーニングは疲労強度向上の手段として非常に有効であり、古くからばねの製造過程で広く利用されている[1]。ショットピーニングによる残留応力は一般にX線応力測定法を用いて評価されており、X線照射面積が大きい場合には巨視的に圧縮残留応力となると認識されている。

一方、ショット痕近傍の微視的応力分布を調べる目的で、ショットを模擬して大きな鋼球を用いた実験的な研究[4]や、有限要素法を用いた研究[5]も行われており、ショット痕中心部には引張残留応力が発生することが確認されている。しかし、ショットピーニングによる残留応力発生機構を計算だけで求めることは多くの因子が絡むため非常に困難で、ある仮定のもとでの理論的あるいは実験的な研究結果が報告されているのが実情である[6][7]。

そこで本研究では、ばね製品に多用されているコンディションドカットワイヤーを用いたショットピーニング処理表面の微視的な残留応力分布を実験的に明らかにするとともに、ショットピーニング処理後の局所的な引張応力の有無と表面形状に対する残留応力分布との相関関係について検討した。

4.2 実験方法

4.2.1 供試材

実験に用いた供試材は、ばね鋼板 SUP9 (JIS G 4801) で寸法 17 mm×27 mm×t 7 mm である。その素材を 930 °C (大気中) で加熱後、油焼入れ (3 分)、その後 350 °C で焼戻し (大気中) の熱処理をした。熱処理後の硬さは 51.5 HRC である。そして平面研削を行った後、4×1 mm² の矩形 X 線コリメータで残留応力測定値が 0±30 MPa になるまで表面を電解研磨で除去した。この素材にカバレッジ 10 %、60 %、300 % のショットピーニング処理を行い試験片とした。ショットピーニングの条件は図 4.1 に示すように平均粒径 0.87 mm のコンディションドカットワイヤー (スチールショット, 600 HV 程度) を使用し、投射速度は 78 m/s で行った。

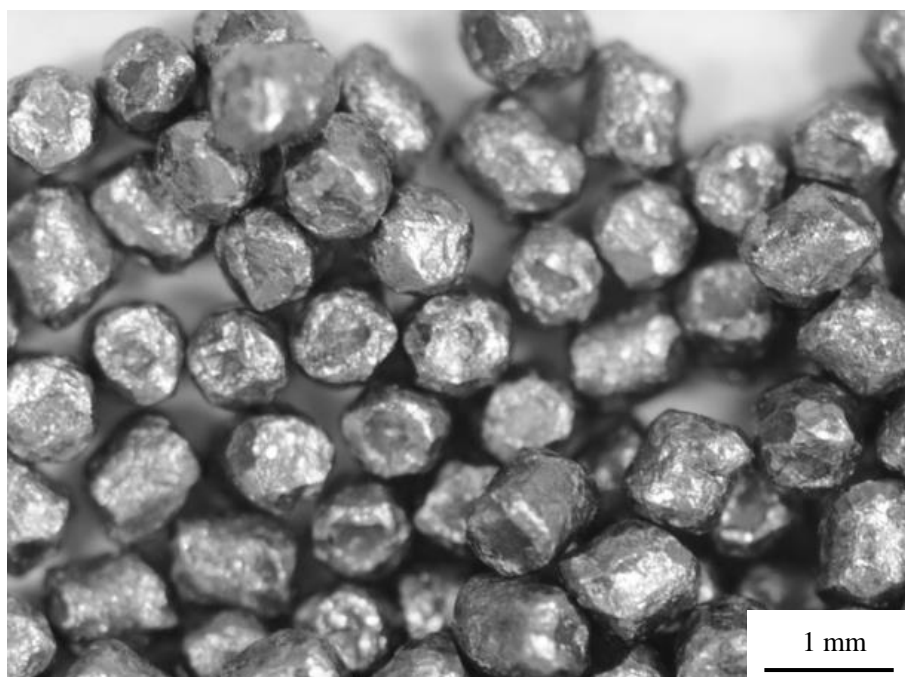


図 4.1 ショットピーニングの投射材.

4.2.2 実験装置

極微小領域の X 線測定を行うためには、入射 X 線の高輝度化および検出器の高感度化が要求される。X 線回折装置は超高輝度型回転対陰極式 X 線発生装置 FR-E⁺⁺ SuperBright と X 線ビームの集光素子として人工多層膜ミラー VariMax-Duo を組み合わせ、入射 X 線の高輝度化を図った。FR-E⁺⁺ SuperBright の輝度は 56 kW/mm^2 で、極めて高い輝度を有した線源である。人工多層膜ミラー VariMax-Duo は Cu/Cr など波長選択が可能な集光光学系で、X 線源で発生したポイント線源を集光させるために人工多層膜ミラーで試料位置に集光するようにした。なお人工多層膜ミラーを使用すると集光と同時に $K\alpha$ 線への波長単色化も行われる利点がある。また、人工多層膜ミラーのみでの X 線ビームサイズは $\phi 0.3 \text{ mm}$ 、半価幅で $\phi 0.1 \text{ mm}$ となるが、コリメータを変更することで、 $\phi 0.05 \text{ mm}$ 、 $\phi 0.03 \text{ mm}$ 、 $\phi 0.01 \text{ mm}$ の極微小部測定が可能となる。

X 線回折装置の X 線検出器は図 4.2 に示すようにゴニオメータ中心を基準に高感度タイプのイメージングプレート ($783\text{W} \times 382\text{H mm}^2$) を半径 191 mm で湾曲配置した。X 線回折装置のゴニオメータは入射角を制御する ω 軸、面内回転軸 ϕ 軸、あおり角 χ 軸 45° 固定である。試料は ϕ 軸上の試料台にマウントし、ゴニオメータ直上に配した高倍率 CCD カメラを使用して、X 線照射位置の微調整が可能である。応力分布のマッピング測定を行う場合には、位置分解能 $1 \mu\text{m}$ を有した高精度試料ステージ (3.3 節参照) を使用する。高精度試料ステージは図 4.2 の図中の ϕ 軸の上に取り付けられ、ステージを使用して試料上の測定点を X 線集光位置に移動することで、その点を基準に ω 軸および ϕ 軸が回転する。このように極

微小部領域の X 線測定用に開発した高精度ゴニオメータおよび試料ステージは ω , (χ) , φ , X, Y, Z の 5 軸の電動軸から構成されており, 2つの回転軸は $\phi 5 \mu\text{m}$ 以内の交叉精度, 3つの並進軸は $5 \mu\text{m}$ 以下の真直度で駆動可能である. またコリメータホルダにも電動の微調整移動機構を設け, ゴニオメータの交叉に X 線ビームを位置調整できる機能を有している.

装置上面でイメージングプレートへの露光を行い, 下面で読み取りおよび消去を行う. 本検出器は赤道線上で測定される回折角度 2θ の範囲は $-60 \sim 165^\circ$ であり, 低角度から高角度の回折線を一度に計測できる特徴を有する.

図 4.3 に本研究で使用した極微小部 X 線回折装置 RINT RAPID-191R の外観写真を示す. 本装置で得られる回折像の例を図 4.4 に示す. 点線の交点がダイレクトビーム位置($2\theta=0^\circ$)であり, 2次元画像上での回折角 2θ 方向はその交点を基準に放射する方向となる. 2θ 高角度側から順に $\alpha\text{Fe } 211$ 回折, $\alpha\text{Fe } 200$, $\alpha\text{Fe } 110$ の回折線が観測できる. 応力は 2次元画像から図 4.4 の点線上の $\alpha\text{Fe } 211$ 回折の回折 X 線強度分布から回折角 2θ を決定し, $\sin^2 \psi$ 法を用いて算出した.

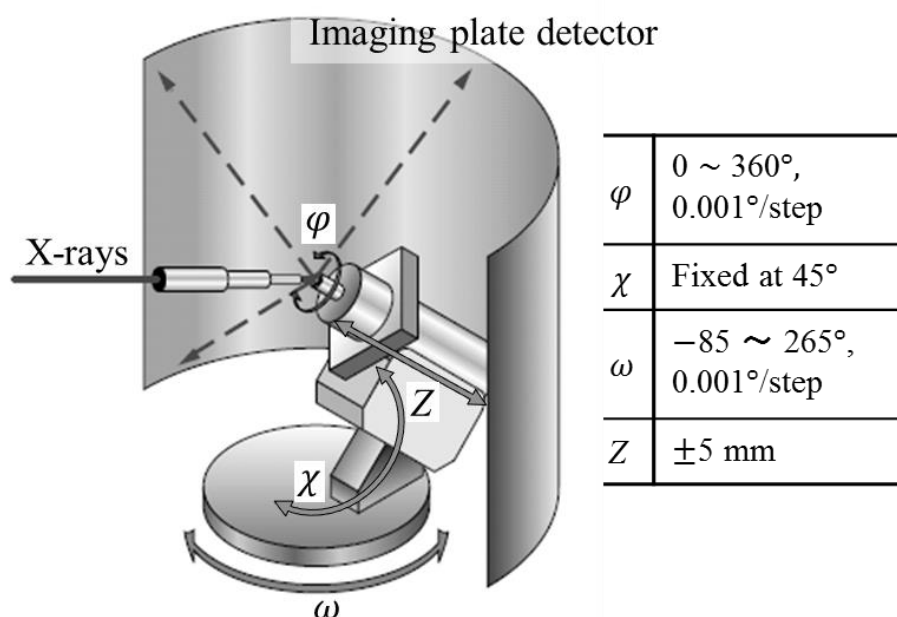


図 4.2 ゴニオメータおよび検出器の配置図.

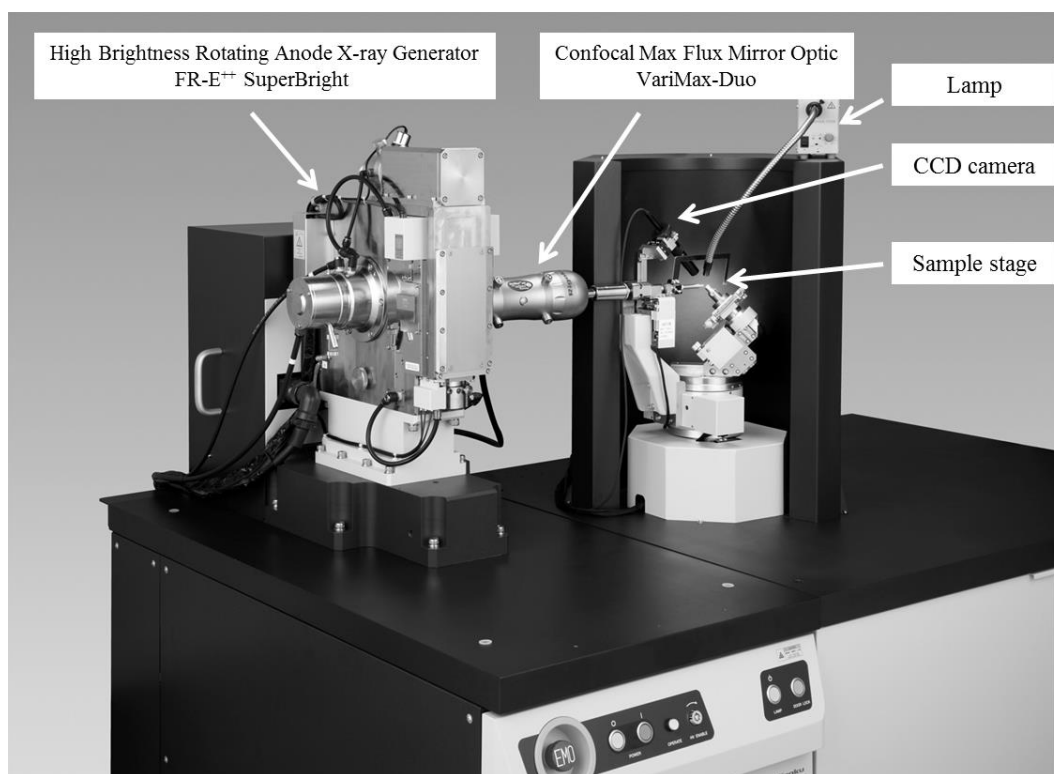


図 4.3 極微小部 X 線回折装置 RINT RAPID-191R の外観写真.

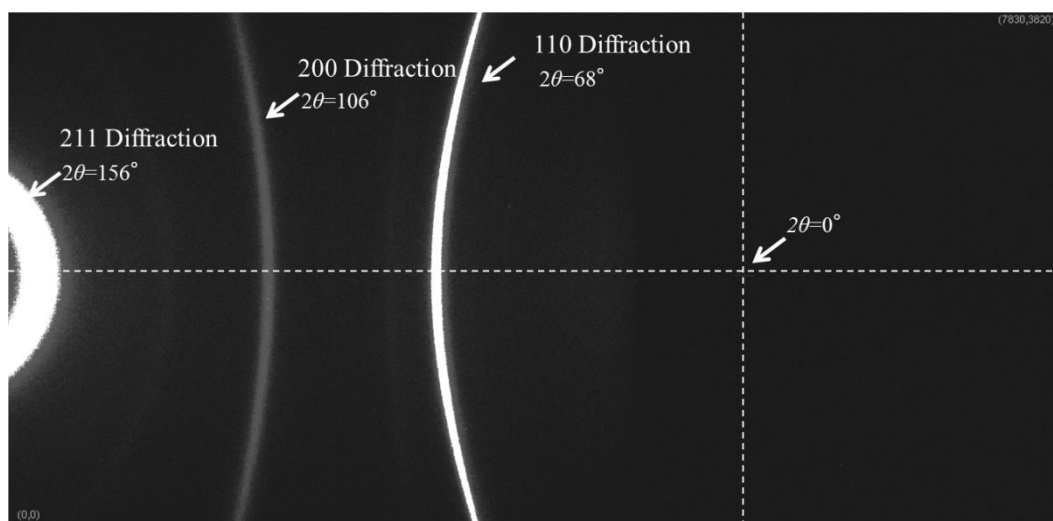


図 4.4 得られる回折像の例.

4.3 実験結果

4.3.1 X線照射面積による残留応力値

ショットピーニング表面の残留応力値におよぼすX線照射面積の影響について検討した。残留応力の測定にはカバレッジ 300%の試験片に対して、表 4.1 に示す測定条件で行った。任意の測定点に対して測定した結果を図 4.5 に示す。図中のエラーバーは 68.3%信頼限界を示す。

コリメータ直径が 0.1 mm 以上では X 線照射面積内の残留応力測定値は約 -600 MPa で一定であるが、0.1 mm 未満では照射面積が小さくなるにしたがい残留応力測定値が圧縮側に増加する傾向が見られた。測定中心部では -800 MPa の大きな圧縮残留応力が存在し、その周囲には -600 MPa 以下の圧縮残留応力もしくは引張残留応力が存在していることが推察できる。これらのことから、ショットピーニング処理表面には巨視的には均一な圧縮残留応力が存在していると認識されているが、局所的には残留応力は均一ではなく、大きな圧縮残留応力や引張残留応力すら存在しているものと推測できる。

表 4.1 残留応力測定の測定条件.

Target	Cr
Tube voltage	40 kV
Tube current	48 mA
Exposure time	60 – 7200 s
Material and indices of diffraction	α -Fe 211
Cal. method	$2\theta - \sin^2 \psi$ method
Collimator size	ϕ 0.8, 0.3, 0.1, 0.05, 0.03, 0.01 mm
ψ angle	0, 16.8, 24.1, 30.0, 35.3, 45.0°
Stress constant K	-318 MPa/°

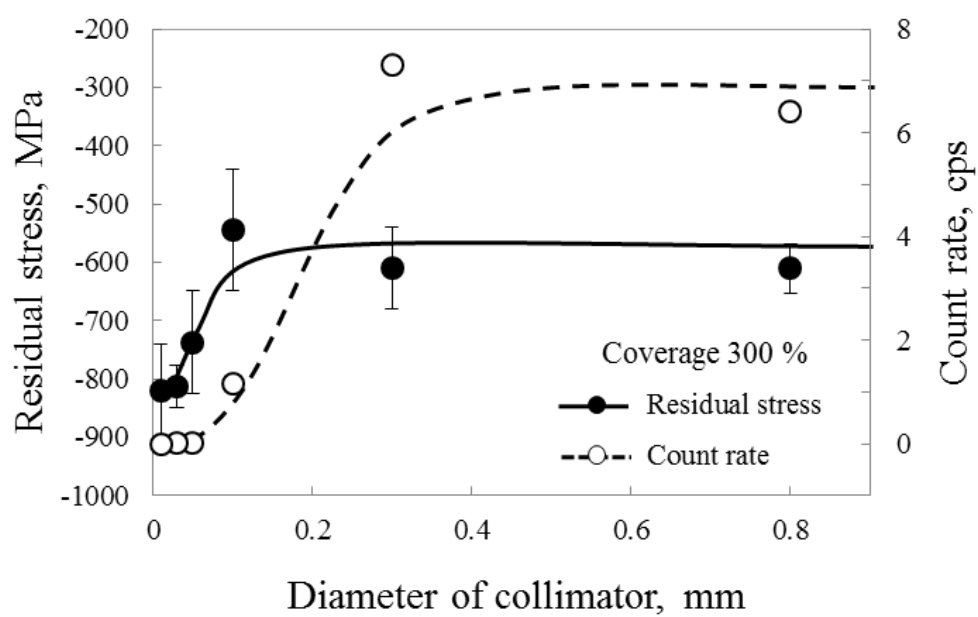


図 4.5 コリメータサイズ (X 線照射面積) による残留応力値の変化.

4.3.2 ショットピーニング表面の微視的応力分布

ショットピーニング表面に圧縮と引張りの残留応力が局所的に存在するか、どうかについて検討した。

試験片はカバレッジ 60 %，300 % の 2 種類を使用し， $0.8 \times 0.8 \text{ mm}^2$ 範囲内の応力分布を測定した。ただし，カバレッジ 300 % における測定点は前述図 4.5 の測定点と異なる。測定条件は，測定間隔は 0.1 mm で 81 点(縦 9 点×横 9 点)，コリメータ直径は 0.1 mm とした。

まず，熱処理，平面研削加工，ショットピーニング処理を行わない素材状態の応力分布を確認した。図 4.6 および図 4.7 に素材における測定方向 $\varphi=0, 90^\circ$ 方向の応力分布を示す。図中右上の矢印は残留応力の測定方向を示す。この結果より素材状態において測定方向にかかわらず，いずれの方向でも測定範囲内の平均残留応力値は約 -200 MPa 程度であった。

カバレッジ 60 % および 300 % の試験片における測定位置の顕微鏡写真を図 4.8，図 4.9 に示す。また，それぞれの測定方向 $\varphi=0, 90^\circ$ 方向の応力分布を図 4.10~図 4.13 に示す。図中の横棒グラフは応力値に対するヒストグラムを示す。

カバレッジ 60 % における $\varphi=0^\circ$ 方向の結果(図 4.10)，図中の中央上部には 50 MPa の引張応力を呈する領域が存在し，中央部近傍に青色に示された -1100 MPa 程度の大きな圧縮応力を呈する領域が存在している。同様に $\varphi=90^\circ$ 方向の結果(図 4.12)においても青色に示す大きな圧縮応力が点在している。しかし図 4.10，図 4.12 における $0.8 \times 0.8 \text{ mm}^2$ の測定範囲内の平均応力はいずれの方向でも約 -630 MPa となっており，巨視的には等 2 軸応力状態である。

カバレッジ 300 % の結果(図 4.11，図 4.13)においても両方向とも引張応力と大きな圧縮応力を呈する領域が点在している。しかし，カバレッジ 60 % と比較して，領域内に存在する引張応力の値は 200 MPa 前後と大きくなり，また点在する圧縮応力も -1200 MPa 以上と大きくなる傾向がある。

一方，測定範囲内の平均応力はカバレッジ 60 % と 300 % の両者を比較して 5 % から 15 % の変化しかないことから，カバレッジを大きくしても巨視的な残留応力値には大差がないことが分かった。さらに本実験の範囲内で，カバレッジを大きくしてゆくと応力値ヒストグラムの分散状態が収束するように全体的に均一な圧縮応力分布が得られるのでなく，むしろ局所的には大きな引張残留応力を呈する領域が存在することでやや分散することが明らかとなった。

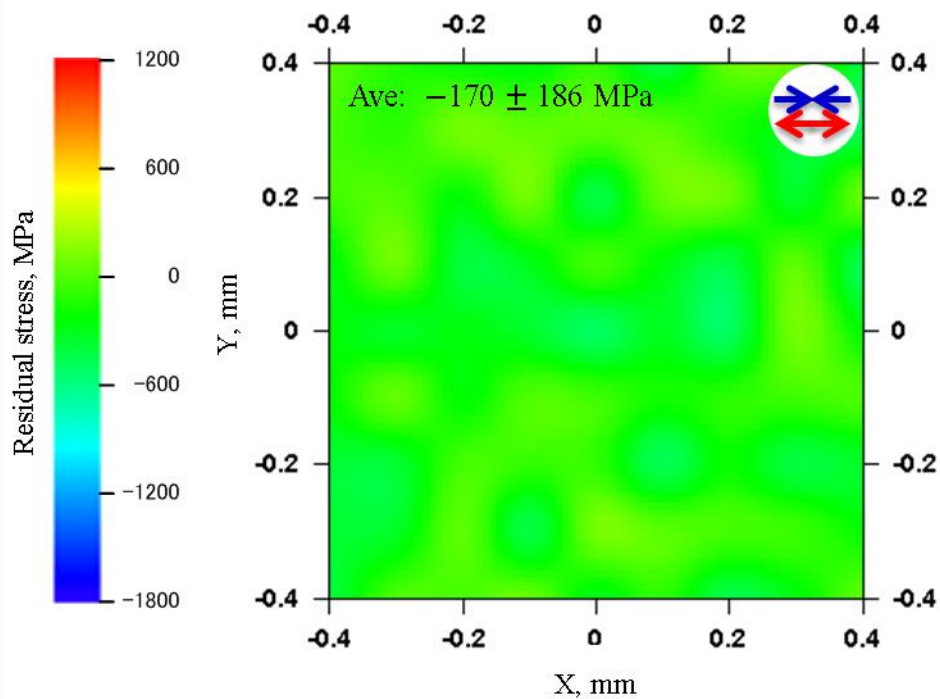


図 4.6 素材における測定方向 $\varphi=0^\circ$ 方向の残留応力分布.

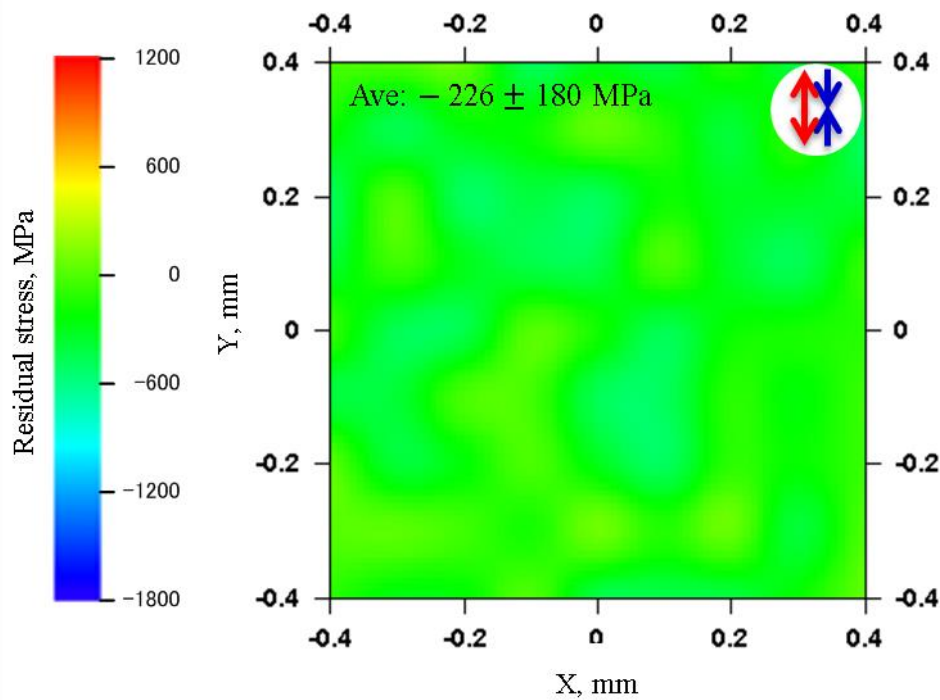


図 4.7 素材における測定方向 $\varphi=90^\circ$ 方向の残留応力分布.

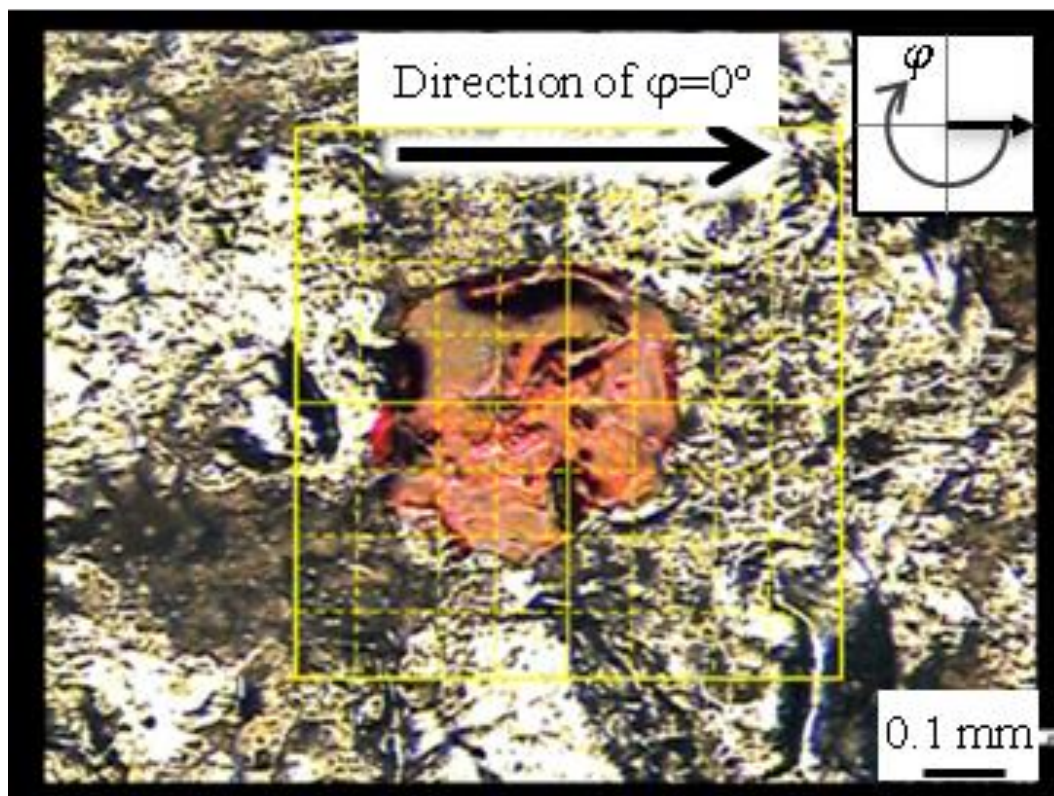


図 4.8 カバレッジ 60 %の試験片における測定位置の顕微鏡写真.

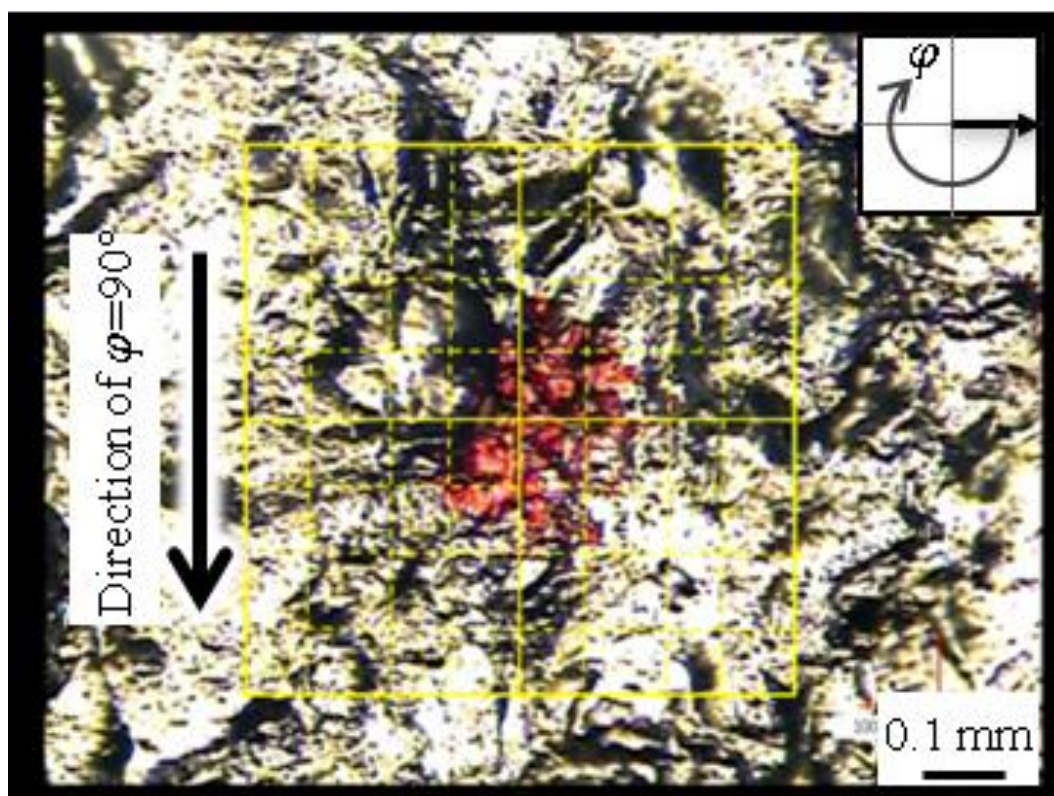


図 4.9 カバレッジ 300 %の試験片における測定位置の顕微鏡写真.

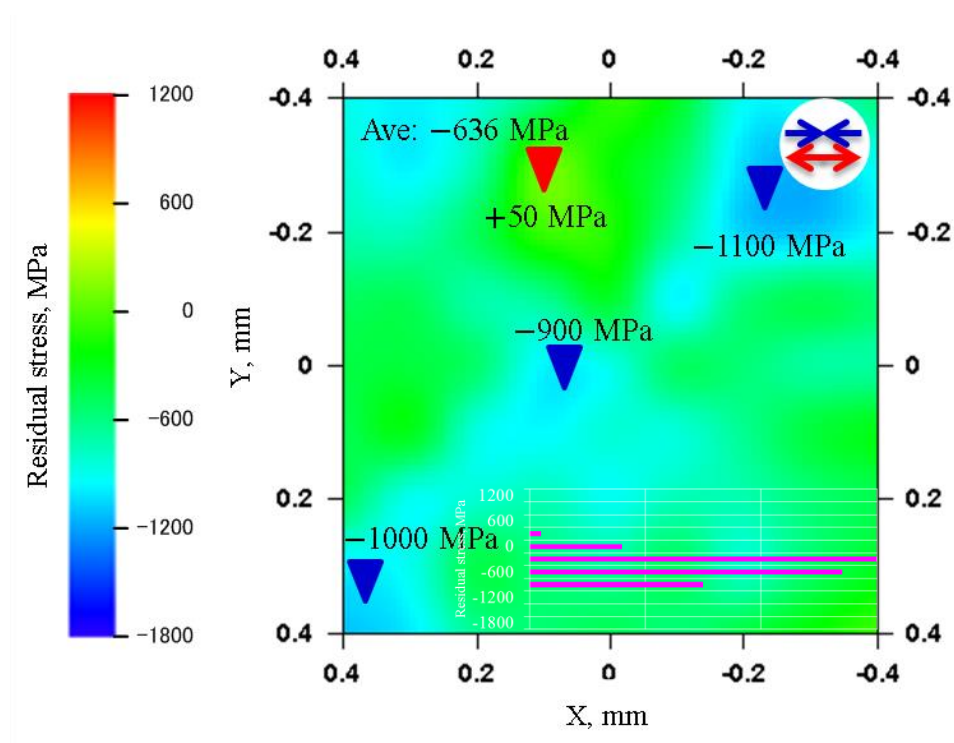


図 4.10 カバレッジ 60% の試験片における測定方向 $\varphi=0^\circ$ 方向の残留応力分布.

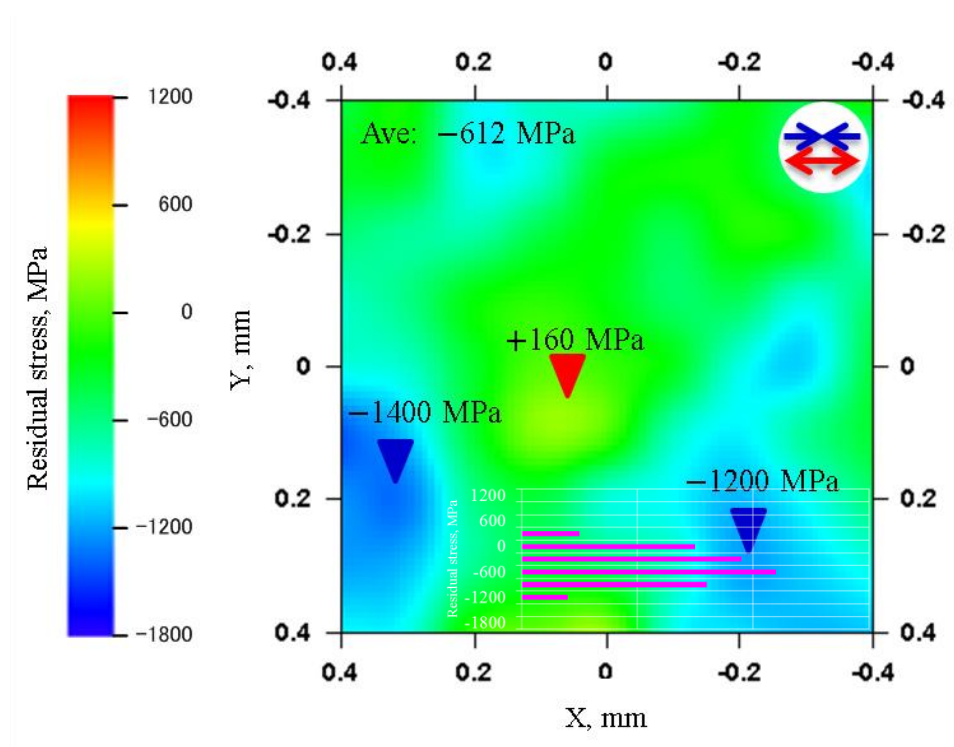


図 4.11 カバレッジ 300% の試験片における測定方向 $\varphi=0^\circ$ 方向の残留応力分布.

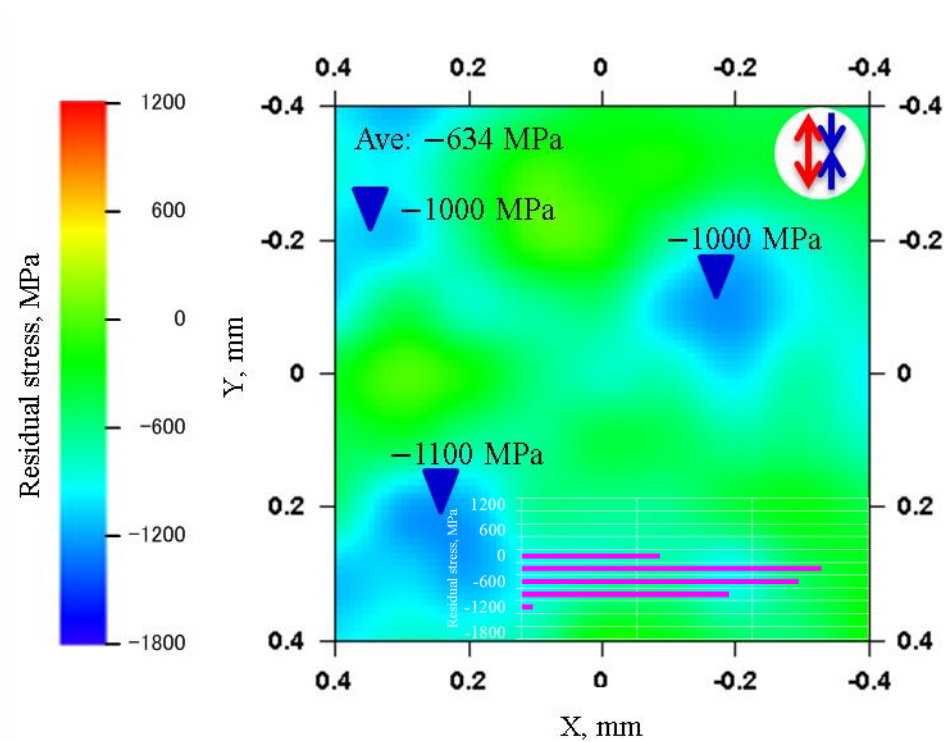


図 4.12 カバレッジ 60 %の試験片における測定方向 $\varphi=90^\circ$ 方向の残留応力分布.

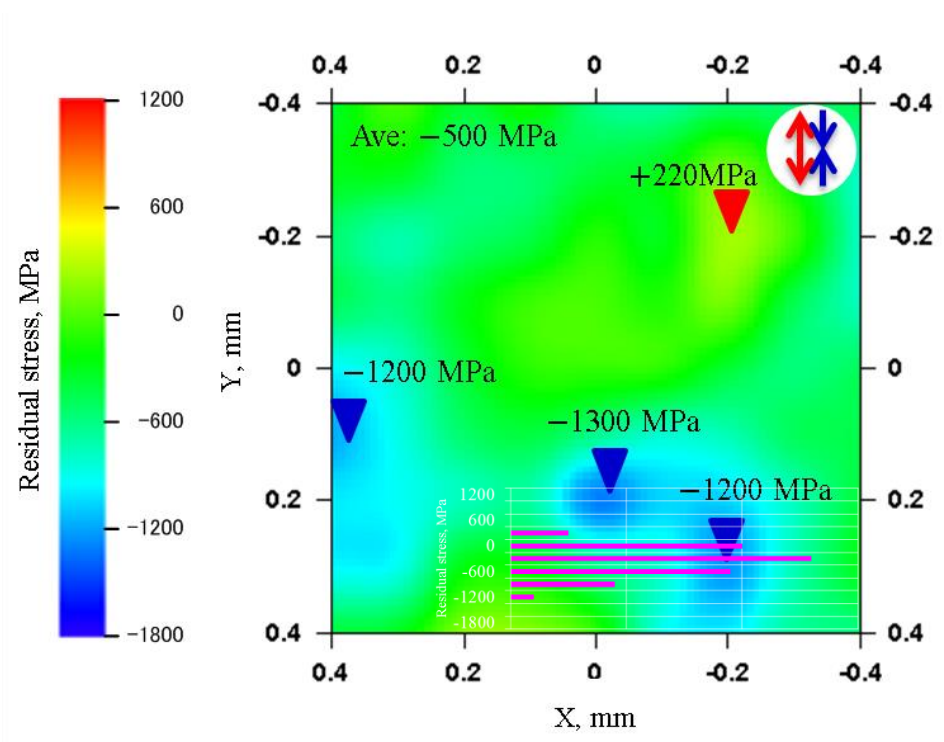


図 4.13 カバレッジ 300 %の試験片における測定方向 $\varphi=90^\circ$ 方向の残留応力分布.

つづいて、引張りや圧縮の残留応力を呈する位置とピーニング表面の表面起伏との関係を明らかにするために、測定範囲内の凹凸を計測した。図 4.14 と図 4.15 にステージ走査型レーザープローブ方式の非接触 3 次元測定装置による形状測定結果を示す。カバレッジ 60 % に比較して、カバレッジ 300 % の方が起伏の差は大きい。カバレッジの考え方から 60 % はショットが投射されていない部分が存在するためであり、カバレッジ 300 % の表面は複雑に塑性変形された結果として凹凸大きくなったり、はく離突出（例えば図 4.15 の中央左部）している部分が見られる。

例えば(図 4.12, 図 4.13)に示したように表面の起伏(図 4.15)と残留応力分布の結果を対比すると、凸部が必ず圧縮残留応力となり、凹部が必ず引張残留応力となっているとは限定できない。しかも前述したはく離突出している箇所ではその先端における残留応力の解放のため、ほぼ 0 MPa になっている(図 4.11, 図 4.13 参照)。またはく離突出箇所の右側に X 方向における長さ約 0.1 mm の区間に 40 μ m の表面起伏が存在することから、表面に 20~40° の傾斜を有していることが推察できる。このときの傾斜が測定値に与える影響は最大で 100 MPa であり、残留応力分布結果の傾向には大きな影響を及ぼさないと考えている。

本結果は真球ではないショット(図 4.1 参照)が表面に衝突しているため、その残留応力分布は表面形状では判断できないことが明らかとなった。

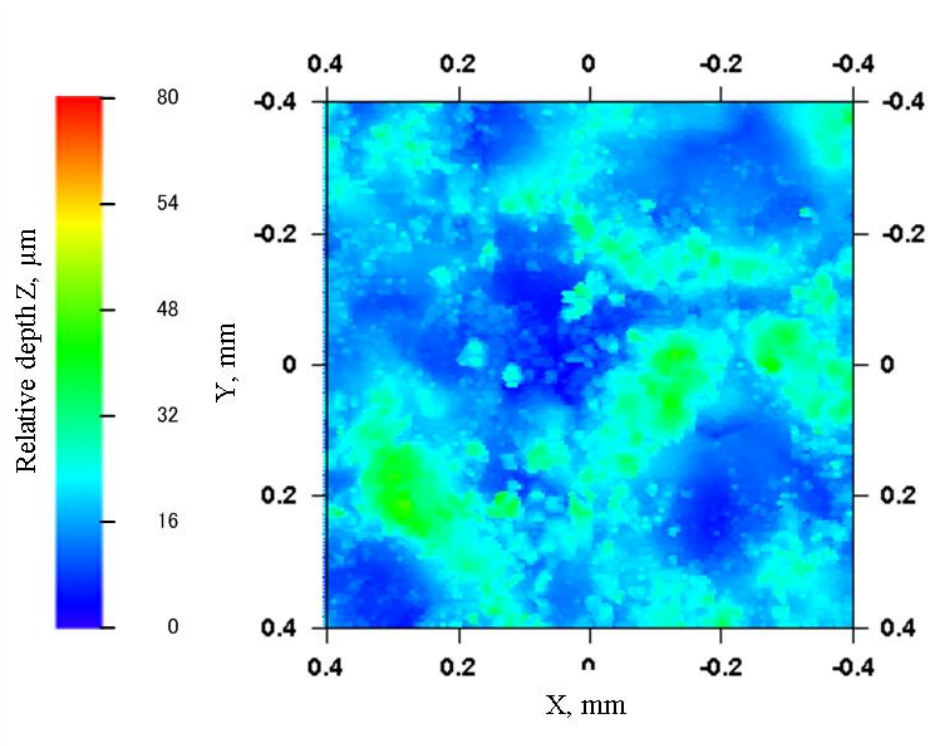


図 4.14 カバレッジ 60%の試験片における X 線測定範囲内の形状測定結果.

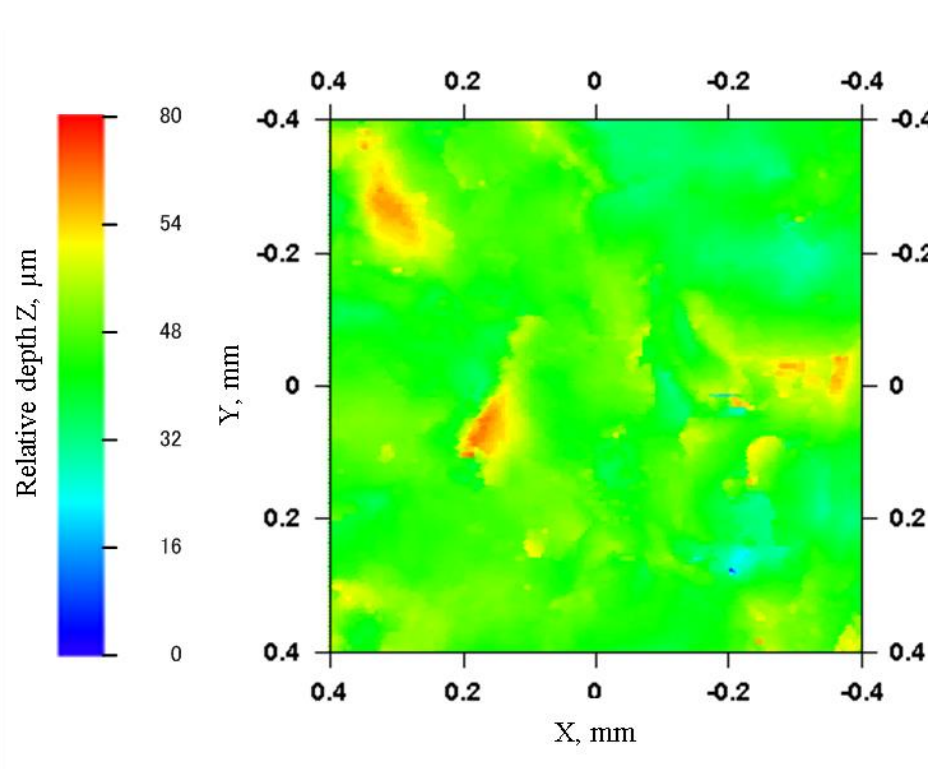


図 4.15 カバレッジ 300%の試験片における X 線測定範囲内の形状測定結果.

4.3.3 単一ショット表面の残留応力分布

より簡素化したモデルとして単一のショット痕近傍の残留応力分布について検討した。

具体的にはカバレッジ 10 % の試験片を使用し、単一ショット箇所 $5 \times 5 \text{ mm}^2$ 範囲内に他のショット痕がない箇所を選択して応力分布を測定した。図 4.16 に測定範囲を示す。ショット痕は直径約 0.25 mm であり、残留応力分布測定をより高分解能で行うため、コリメータは直径 0.05 mm を使用し、露光時間は 1 点あたり 10 min で測定した。測定方向は $\varphi=0, 45, 90, 135^\circ$ の 4 方向とした。それぞれの方向での残留応力分布の結果を図 4.17~図 4.20 に示す。測定方向 $\varphi=0^\circ$ ではショット痕中心を基準に右上部 0.2 mm の位置に強い圧縮応力 -1500 MPa が存在し、それと直行方向に強い引張応力 1000 MPa が存在している。一般的に真球のショットが垂直に衝突しているのならば、ショット痕を中心としてその周囲において点対称の応力分布になると考えられるが[6]、本結果は全く異なっている。

測定方向 $\varphi=0^\circ$ で得られた -1500 MPa の強い圧縮応力に注目すると、その分布が測定方向 φ に応じて回転していることが分かる。一方、測定方向 $\varphi=135^\circ$ (図 4.20) の残留応力分布結果ではショット痕中心を基準に圧縮応力は左右対称の応力分布が生じており、引張応力は上下対称に分布している。

カバレッジ 60 %, 300 % では大きな引張応力値は存在しなかったが、単一ショットの領域では $600 \sim 1000 \text{ MPa}$ 程度の大きな引張応力がショット痕の周上に存在している。しかしながら、局所的な圧縮残留応力値はカバレッジ 60 %, 300 % と比較して大差がないこともわかった。

従来の報告[3][6]ではショット痕中心部で引張応力、ショット痕周囲の半径方向に対して強い圧縮応力が発生することが知られている。しかし今回の実験からは従来の研究結果とは全く異なる結果となった。

この原因として考えられることは、小林らの実験[3][6]および丹後らの FEM 解析[4]で使用しているショットピーニングの形状は真球であって、本研究で実際に使用したショットが真球ではない(図 4.1 参照)という点が挙げられる。また投射方法についても、これまでの報告[3][6]は垂直方向からの投射であるが、本研究で使用した投射装置は遠心式(インペラ式)であり、斜め投射されるショットも多く存在することが挙げられる。すなわち、単一のショット痕、カバレッジ 60 %, 300 % のどのショットピーニングの条件でも、コンデューションドカットワイヤーのどの部分が表面に衝突したか、どの方向から衝突したかにより表面の微視的応力分布は複雑に変化する。

本研究で得られた微視的応力分布は過去の研究とは異なり、実際の加工プロセスを基に処理を行ったピーニング表面の応力分布であり、工学的に有意義な成果が得られたものと考えられる。

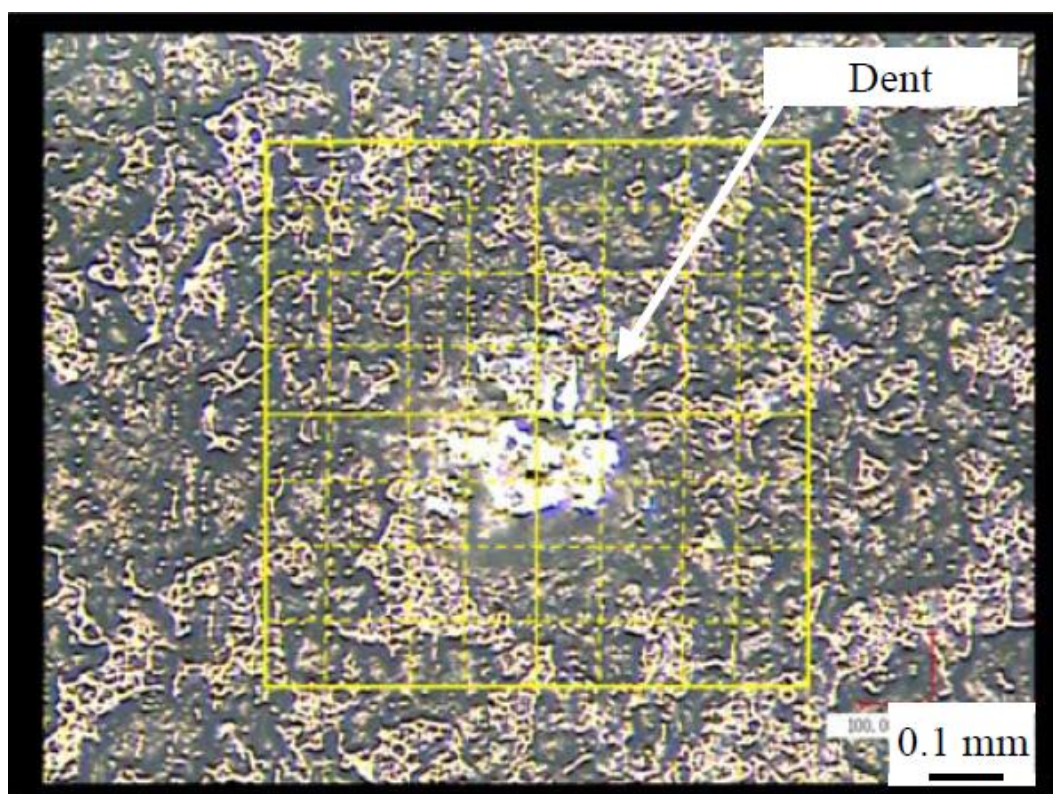


図 4.16 単一ショットの試験片における測定位置の顕微鏡写真.

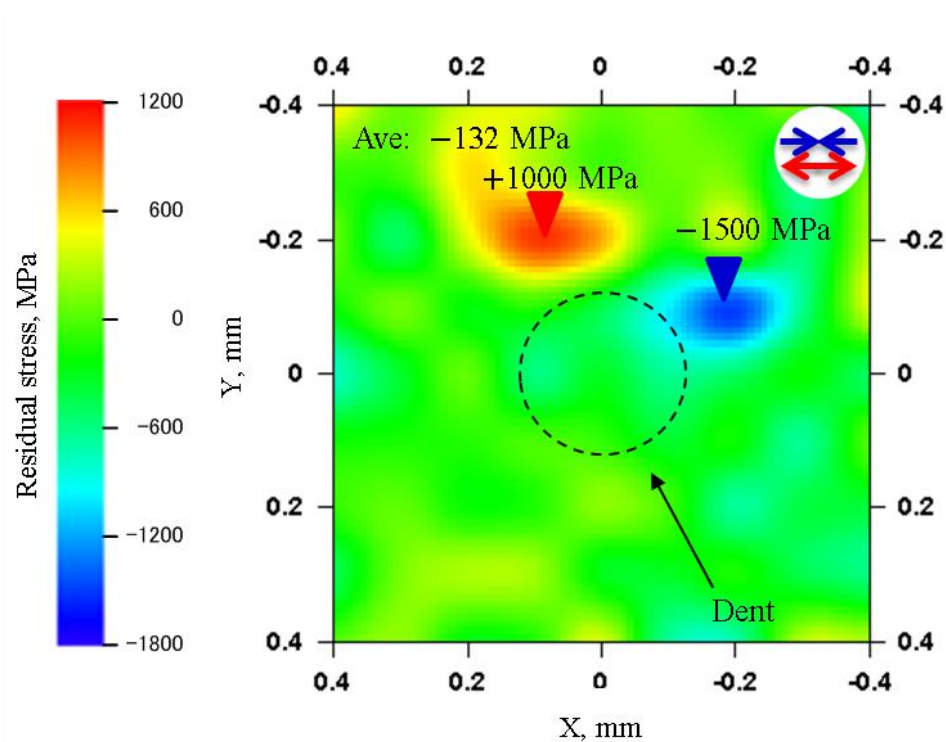


図 4.17 単一ショットの試験片における測定方向 $\varphi=0^\circ$ 方向の残留応力分布.

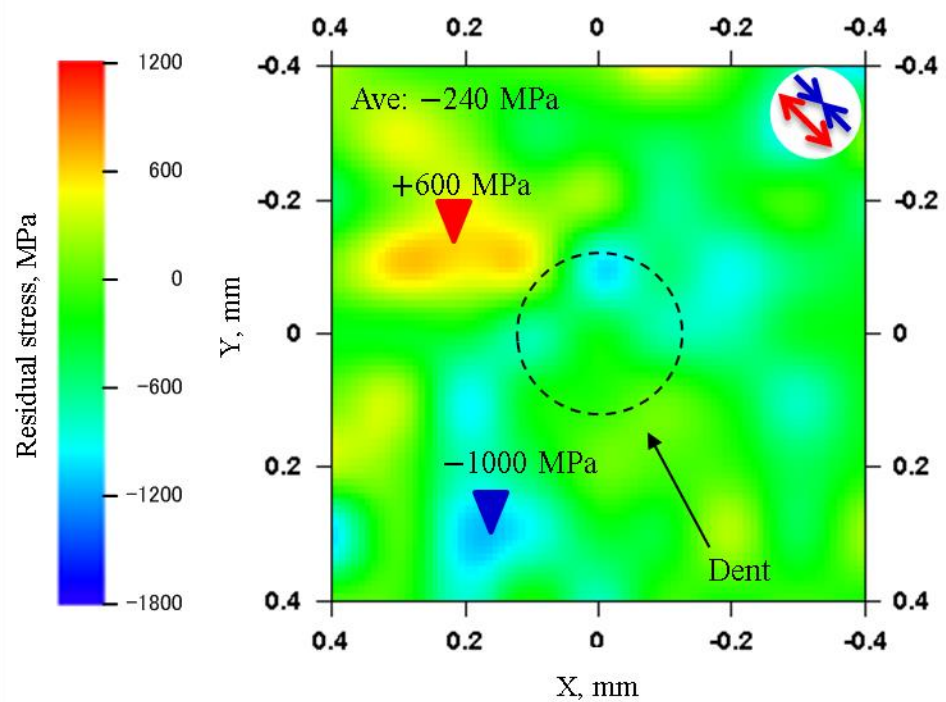


図 4.18 単一ショットの試験片における測定方向 $\varphi=45^\circ$ 方向の残留応力分布.

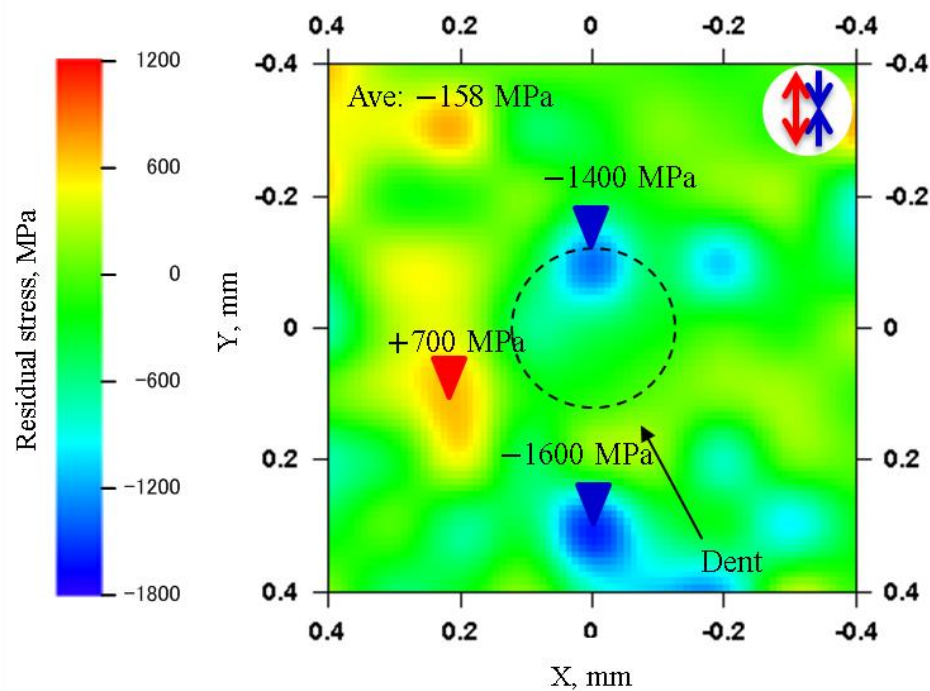


図 4.19 単一ショットの試験片における測定方向 $\varphi=90^\circ$ 方向の残留応力分布.

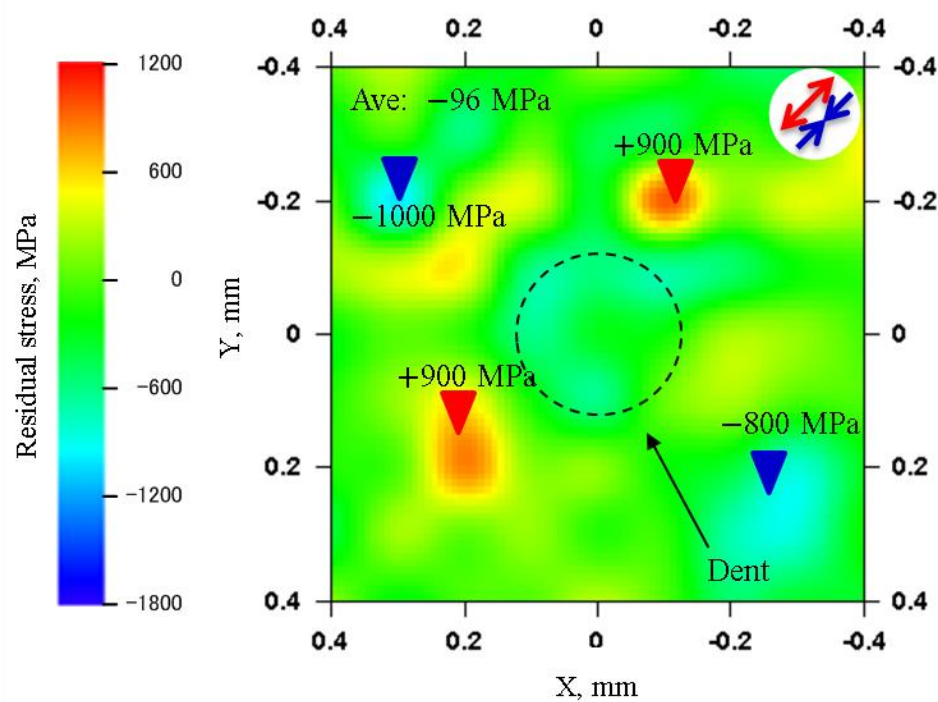


図 4.20 単一ショットの試験片における測定方向 $\varphi=135^\circ$ 方向の残留応力分布.

4.4 結言

実際の加工プロセスを基に近似した状態で処理を行ったピーニング処理表面の微視的応力分布測定を行った。

X線測定にあたっては超高輝度型X線発生装置とX線集光素子を組み合わせることで入射X線の高輝度化を図り、検出器の高感度化に対して高感度タイプのイメージングプレートを使用した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) ショットピーニング表面は大きな照射領域では平均として圧縮残留応力を有するが、本実験結果では直径 0.1 mm 以下の局所的領域においては引張応力を呈する箇所と降伏点オーダーの大きな圧縮応力を呈する箇所とが点在していた。
- (2) 本実験の範囲内で、ショットピーニングのカバレッジを大きくしても付与される巨視的残留応力には大差なく、また全体的に均一な圧縮応力分布が得られるのではなく、むしろ局所的に大きな引張残留応力を呈する領域が存在することが明らかとなった。
- (3) カバレッジ 60%, 300%のショットピーニング表面において、表面形状の凹凸と圧縮・引張応力を示す箇所との相関性は確認できず、ショットピーニング処理表面の残留応力分布は表面形状では判断できないことが明らかとなった。
- (4) 単一ショット痕近傍の応力分布において、真球のショットを用いた過去の研究成果とは異なり、全く規則性のない残留応力分布を示すことが明確になった。

参考文献

- [1] K. Ogawa, H. Yamada, K. Saruki, M. Yokoi and M. Inuzuka, “Influence of residual stress on fatigue of carburized and shot peened notched specimens” Proceedings of the 4th International Conference on Shot Peening, p.445 (1990) (in Japanese).
- [2] Y. Watanabe, N. Hasegawa and Y. Matsumura, “Simulation of residual stress distribution on shot peening”, Journal of the Materials Science, Japan, Vol.44, No.496, p.110 (1995) (in Japanese).
- [3] M. Kobayashi, T. Matsui and Y. Murakami, “Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.63, No.610, p.100 (1997) (in Japanese).
- [4] K. Tango, A. Tange and M. Ayada, “Residual stress analysis of shot peening by FEM”, Proceedings of Japan Society of Spring Engineers Autumn Lecture Meeting, p.11 (2005) (in Japanese).
- [5] Y. Kameyama and J. Komotori, “Effect of micro ploughing during fine particle peening process on the microstructure of metallic materials”, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 209, p.6146 (2009).
- [6] H. Konishi, Y. Murakami, M. Kobayashi and T. Matsui, “Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening and its effect on fatigue strength: Analysis of residual stress produced by a single shot”, The Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.66, No.650, p.1847 (2000) (in Japanese).
- [7] K. Ogawa and T. Asano, “Theoretical prediction of residual stress produced by shot peening for hardened steel”, Japan Society of Spring Engineers, Vol.48, p.31(2003) (in Japanese).

第5章 ショットピーニングを想定した単一圧痕表面の微視的応力分布測定

5.1 緒言

ショットピーニング処理を行った材料表面には巨視的に圧縮残留応力が付与される。これにより簡便・低コストで疲労強度向上が図られることから、ショットピーニングは自動車や航空機産業などの製造過程で幅広く利用されている。

ショットピーニングによる圧縮残留応力の発生メカニズム[1][2]はショットによる材料表面の塑性変形が周囲の変形抵抗によって制限されることから生じると認識されており、十分な数のショットを与えると材料表面は巨視的に圧縮残留応力へと変化する。しかし、小林らの研究[3]では単発のショットでは圧痕中心に引張残留応力が生じることを報告しており、さらにショットを模擬した大きな鋼球を自由落下して圧痕近傍の残留応力分布を実験的に検証した研究[4]や有限要素法を用いた研究[5][6]でも圧痕中心には引張残留応力が発生することが確認されている。

前章ではショットピーニング処理表面の微視的な残留応力分布を測定した結果[7]、強い引張残留応力が局所的に存在していることが分かっているが、使用したショット投射材は、ばね製品に多用されるコンディションドカットワイヤーで球形形状ではないものを使用したため、引張残留応力は圧痕中心部にはなく、圧痕周囲に分布しており規則性がなかった。そこで本研究では、直径 3 mm のファインセラミック球（アルミナ）をアルミニウム合金材に投射し、投射材の形状が真球である場合の単一圧痕の微視的な残留応力分布を実験的に明らかにすることを目的とし、3 軸応力解析によるせん断応力の存在についても検証した。また圧痕の同位置に複数回のショットを与えた場合の残留応力分布の変化についても検討した。

5.2 実験方法

5.2.1 供試材

実験に用いた供試材は、市販のアルミニウム合金 A7N01-T6 材である。表 3.1 に化学成分を示す。化学成分は Niton 携帯型成分分析計 XL3t を用いて計測した。本供試材について引張試験を行った結果、0.2%耐力は 404 MPa であった。その素材を寸法 40 mm × 30 mm × t5 mm に切り出し、その表面をエメリー研磨 (#400-2000) とバフ研磨（アルミナ粒径 1 μm）で鏡面に仕上げた。実際のショットピーニングで試料表面に単一圧痕を形成するのは困難と判断し、本研究ではショットピーニングを想定した圧痕を形成するために図 5.1 に示す山本科学工具研究社所有の試作反発硬さ試験機を利用して実際のショットピーニングと同等の速度である約 25 m/s の速さで球状の投射材の打ち込みを行った。

打ち込みを行った投射材は直径 3 mm のファインセラミック球（アルミナ）で、質量は 0.55 g である。単一圧痕（シングルショット）の形成とともに、試料上の別の場所において同一箇所に 2 回打ち込みを行った 2 重圧痕（ダブルショット）と、3 回打ち込みを行っ

た3重圧痕（トリプルショット）も形成した。キーエンス社デジタルマイクロスコープを使用してそれぞれの圧痕形状について計測した結果を図 5.2~図 5.4 に示す。単一圧痕では直径 0.74 mm であった圧痕径は重ね打ち込み回数の増加にともなって 0.85, 0.92 mm と徐々に大きくなっており、また単一圧痕では 0.036 mm であった圧痕深さは打ち込み回数にともなって 0.055, 0.062 mm と徐々に深くなっていることが確認できる。

表 5.1 供試材アルミニウム合金 A7N01-T6 の化学成分[mass%].

Zn	Mg	Mn	Cu	Si	Fe	Cr	Ti	Zr	Al
5.32	1.38	0.39	0.16	0.21	0.17	0.19	0.00	0.20	91.99

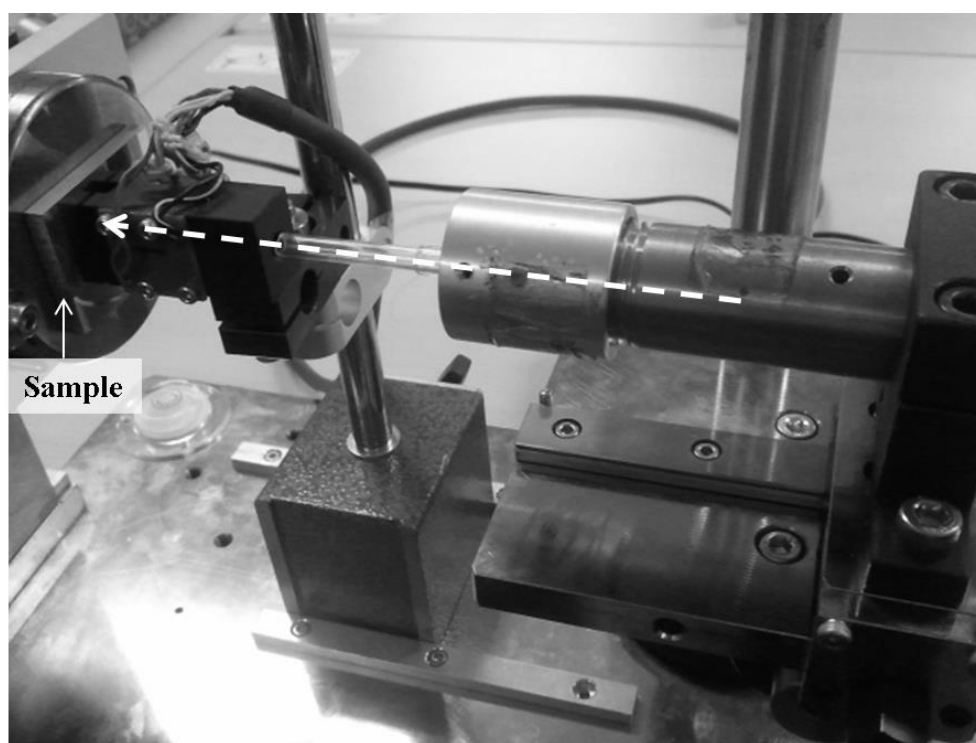


図 5.1 反発硬さ試験機による投射材の打ち込み。

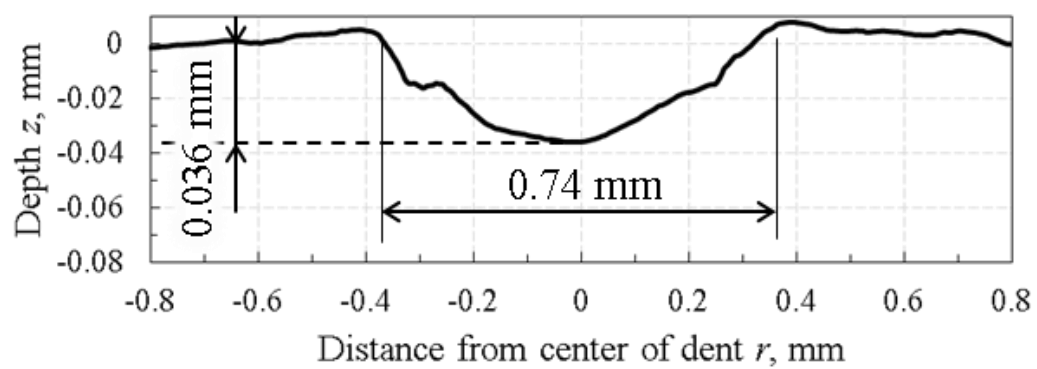
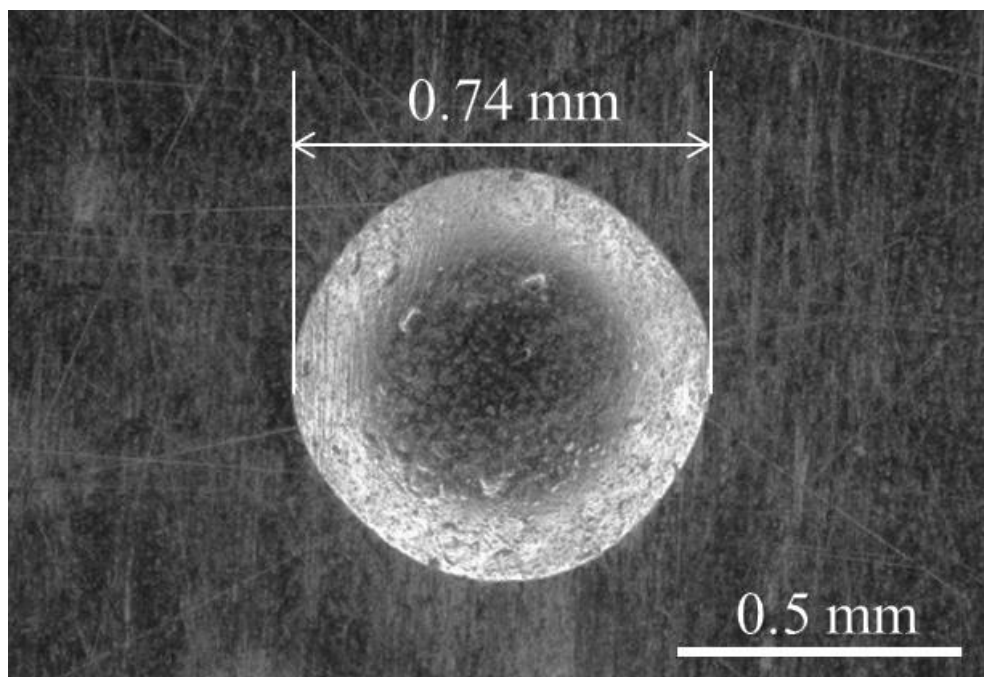


図 5.2 単一圧痕（シングルショット）の圧痕形状.

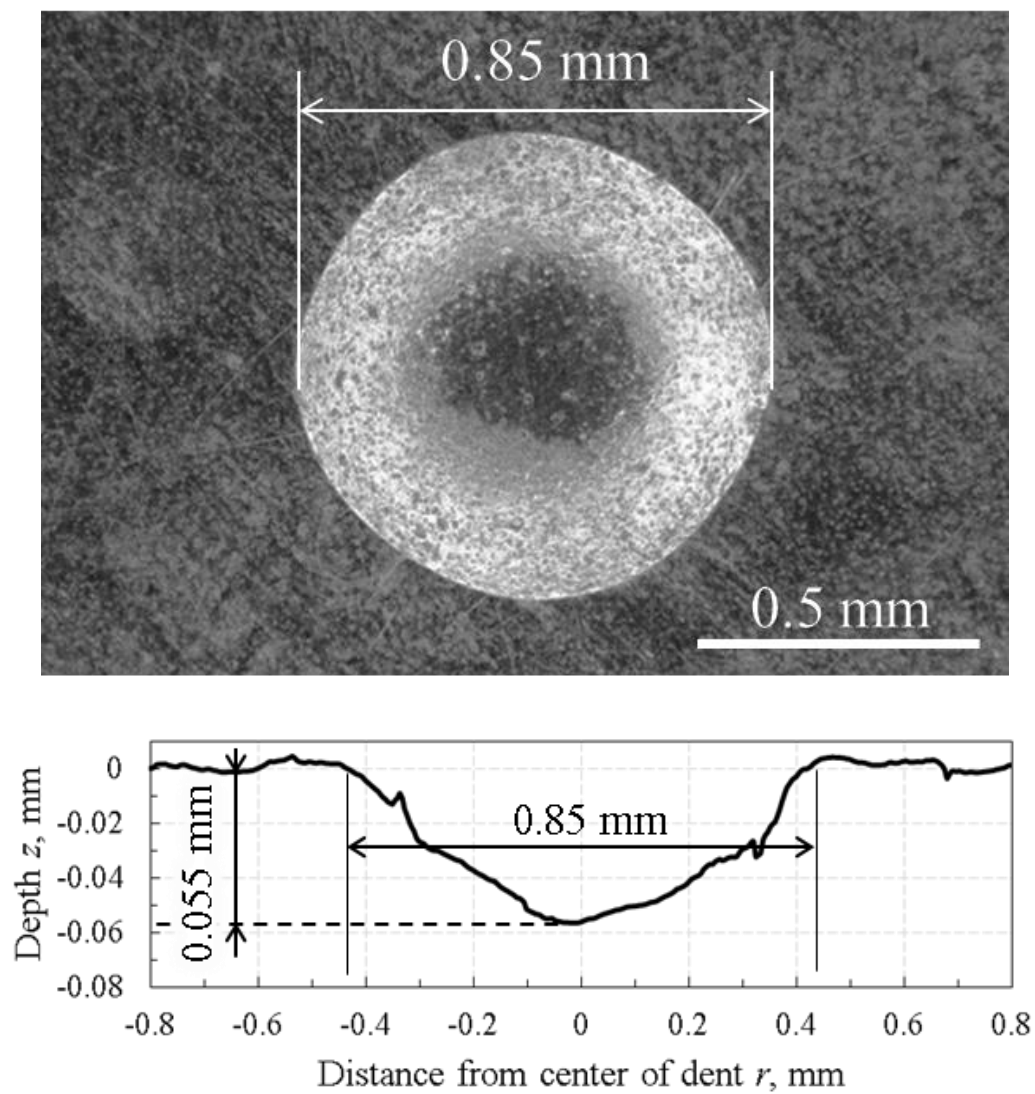


図 5.3 2重圧痕（ダブルショット）の圧痕形状.

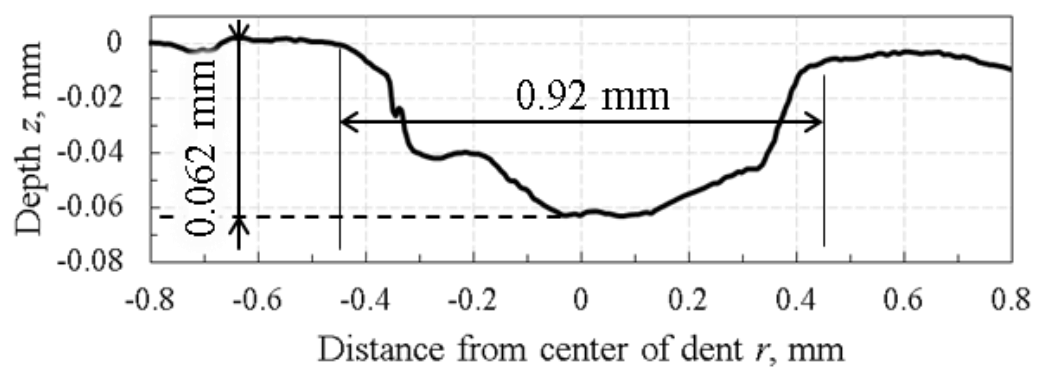
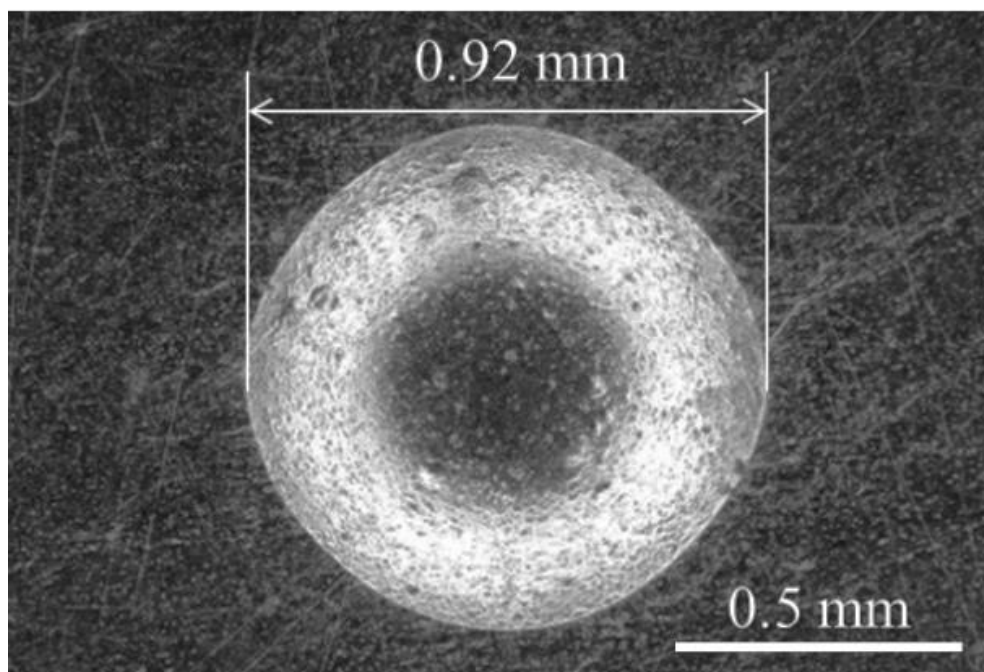


図 5.4 3重圧痕（トリプルショット）の圧痕形状.

5.2.2 実験装置

微小領域の X 線測定を行うためには、入射 X 線の高輝度化および検出器の高感度化が要求される。本研究で使用した X 線回折装置はリガク製湾曲 IP X 線回折装置 RINT RAPIDII で高輝度 X 線発生装置 MicroMax007HFM と X 線ビームの集光素子として人工多層膜ミラー VariMax-Duo を組み合わせて入射 X 線の高輝度化を図った。光学系の模式図および外観写真を図 5.5 および図 5.6 に示す。MicroMax007HF の輝度は 31 kW/mm^2 である。また人工多層膜ミラー VariMax-Duo は Cu/Cr など波長選択が可能な集光光学系で、X 線源で発生したポイント線源を集光させるために人工多層膜ミラーで試料位置に集光するようにした。なお人工多層膜ミラーを使用すると集光と同時に $K\alpha$ 線への波長単色化も行われる利点がある。

X 線回折装置の X 線検出器は図 5.5 に示すようにゴニオメータ中心を基準に高感度タイプのイメージングプレート（幅 $470 \times$ 高さ 256 mm^2 ）を半径 127.4 mm で湾曲配置した。本検出器では赤道線上で測定される回折角度 2θ の範囲は $-60 \sim 165^\circ$ であり、低角度から高角度の回折線を一度に計測できる特徴を有する。入射角 ω および、面内回転角 φ はゴニオメータにより走査し、あおり角 χ は 90° で一定とした。試料は φ 軸上の試料台にマウントし、ゴニオメータ直上に配した高倍率 CCD カメラを使用して、X 線照射位置を調整した。応力分布のマッピング測定を行うため、位置分解能が $1 \mu\text{m}$ である高精度試料ステージ（3.3 節参照）を使用した。

高精度試料ステージは図 5.5 の図中の φ 軸の上に取り付け、高精度試料ステージを使用して試料上の測定点を X 線集光位置に移動することで、その点を基準に ω 軸および φ 軸回転させた。このように微小部領域の X 線測定用の高精度ゴニオメータおよび試料ステージは ω , (χ), φ , X, Y, Z の 5 軸の電動軸から構成されており、2 つの回転軸は $\phi 5 \mu\text{m}$ 以内の交叉精度、3 つの並進軸は $5 \mu\text{m}$ 以下の真直度で駆動可能である。

使用した X 線回折装置はイメージングプレートを自動で移動させ、データ読み取り・消去が可能な機能を有しており、測定部でイメージングプレートへの露光を行った後、測定部下面に配置された読み取り・消去部でイメージングプレートの読み取りおよび消去を行った。

得られる回折像の例を図 5.7 に示す。点線の交点がダイレクトビーム位置 ($2\theta=0^\circ$) であり、2 次元画像上での回折角 2θ 方向はその交点を基準に放射する方向となる。解析に使用する回折線は 2θ 高角度側から 2 番目の Al 422 回折である。2 次元画像から連続的な回折環を形成していることから照射領域内に十分な結晶粒があることも優先配向がないことも確認できる。2 次元画像から図 5.7 の点線上の回折 X 線強度分布から回折角 2θ を決定し、 $\sin^2 \psi$ 法を用いて応力算出した。

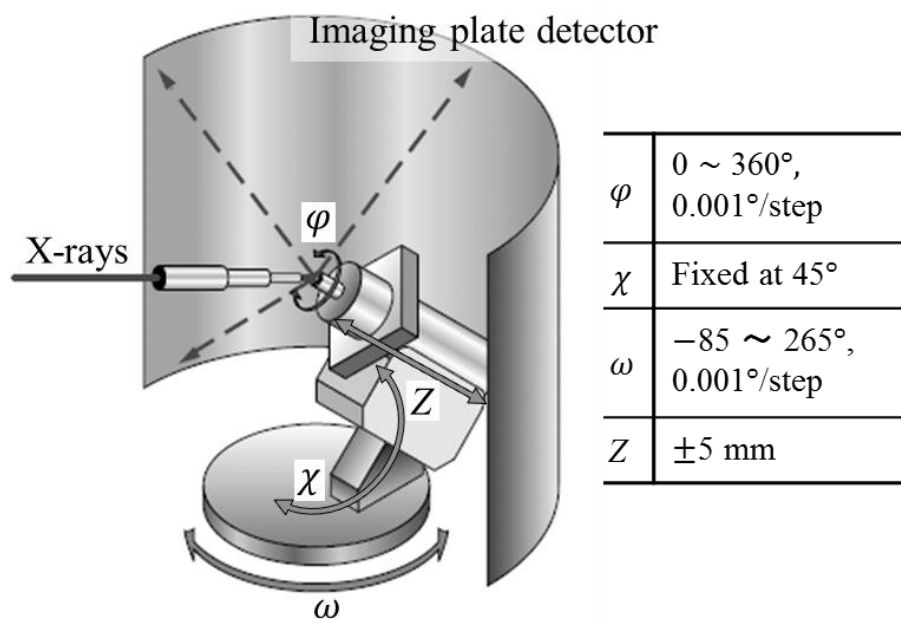


図 5.5 ゴニオメータおよび検出器の配置図.

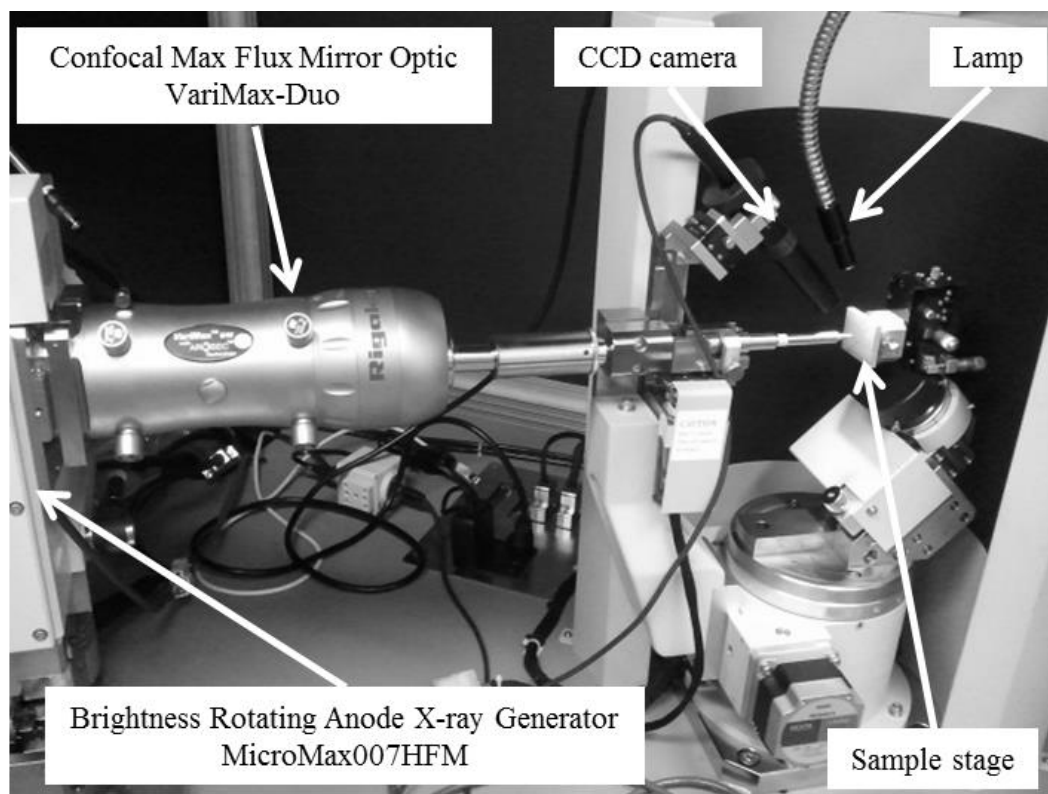


図 5.6 湾曲 IP X 線回折装置 RINT RAPID II の外観写真.

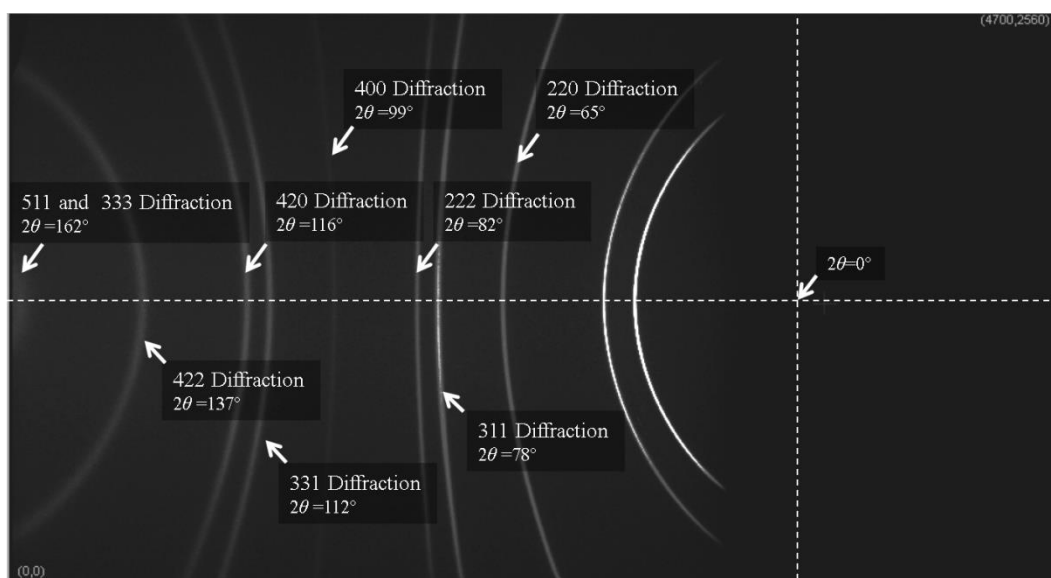


図 5.7 得られる回折像の例.

5.3 実験結果

5.3.1 単一圧痕の線上応力分布

単一圧痕の微視的応力分布について検討した。測定は図 5.2 の単一圧痕試験片に対して、表 5.2 に示す測定条件で行った。事前測定として周囲に圧痕がない箇所の残留応力は方向に依らず応力ゼロであることを確認した。図 5.8 に示すように X 軸上の応力分布を測定し、測定点は圧痕直径 0.74 mm に対してその約 3 倍の直径 2.4 mm の範囲内を 0.05 mm 間隔で 49 点、その外周について直径 6 mm までの範囲を 0.2 mm 間隔で 18 点測定した。また応力方向については圧痕中心から半径方向の応力値を σ_r 、円周方向の応力値を σ_θ と定義した。残留応力の分布測定結果を図 5.9 に示す。図中のエラーバーは 68.3 %信頼限界を示す。

表 5.2 残留応力測定の測定条件.

Target	Cu
Tube voltage	40 kV
Tube current	30 mA
Exposure time	4 min
Material and indices of diffraction	Al 422 ($2\theta=137.22^\circ$)
Stress calc. method	$2\theta - \sin^2 \psi$ method
Collimator size	$\phi 0.05$ mm
ψ angle	0 to 47° (5 points)
Oscillation	$\pm 1.5^\circ$
Young's modulus E	70,800 MPa
Poisson's ratio ν	0.348
Stress constant K	-179.53 MPa/ $^\circ$

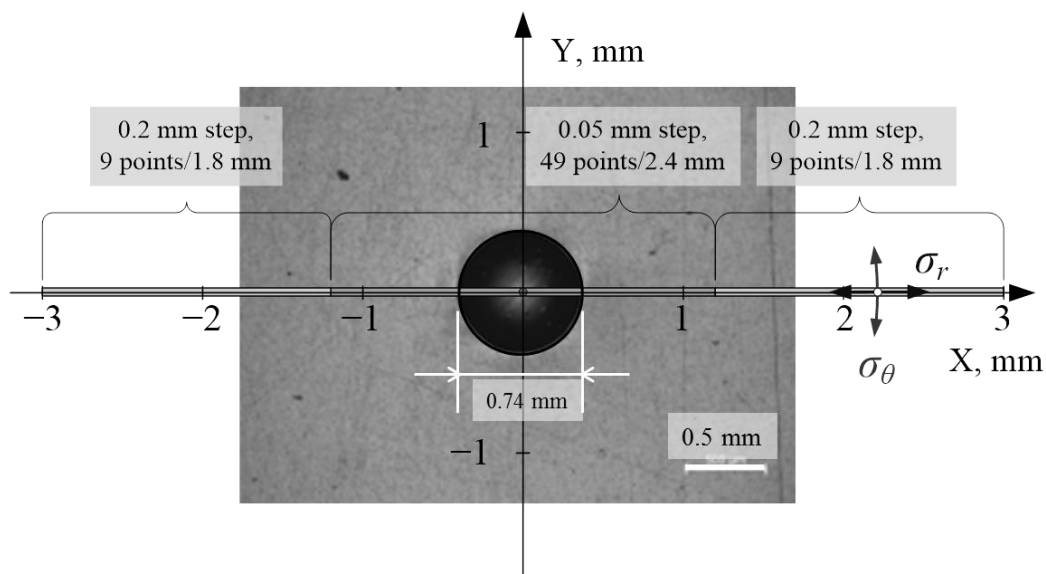


図 5.8 測定点と測定方向の定義.

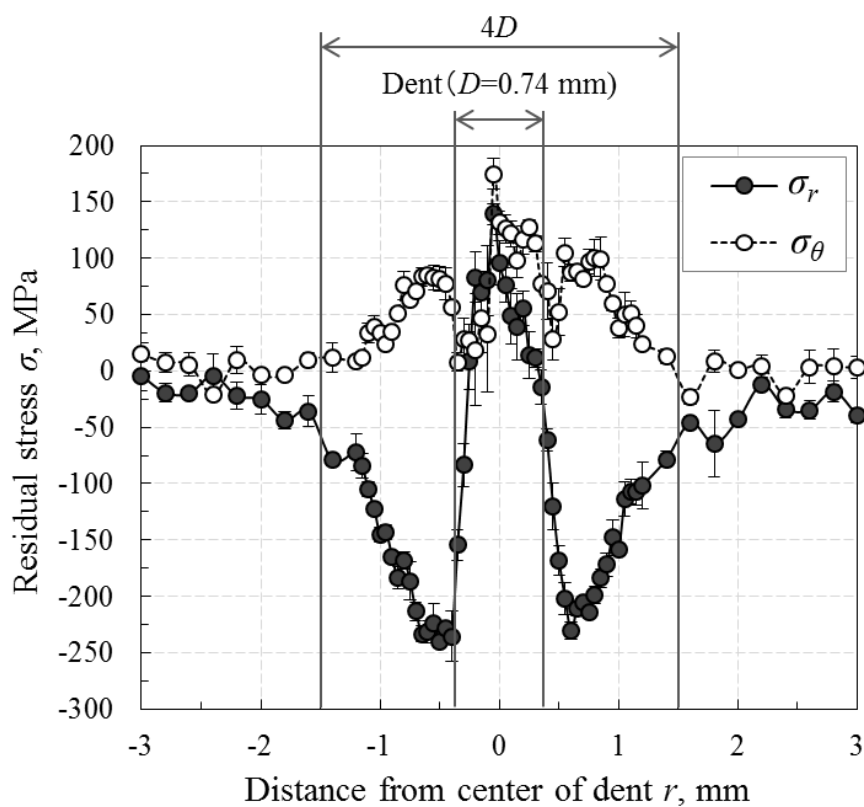


図 5.9 残留応力分布の測定結果 (単一圧痕).

圧痕中心から半径方向の残留応力分布 σ_r は、圧痕内の中心部で極大値となり最大 150 MPa 程度の引張応力が存在している。圧痕のくぼみを境界としてその周囲が圧縮応力を呈し、約-250 MPa の圧縮応力が存在している。圧縮応力は圧痕直径 D の約 6 倍までの領域まで付与されており、この挙動は前章の結果[4]とも一致している。一方、圧痕中心から円周方向の残留応力分布 σ_θ は中心部およびその周辺で引張応力を示し、中心部で極大値を示している。中心部から圧痕直径の約 4 倍 $4D$ までは緩やかに母材の応力値に戻る傾向を示している。以上の結果から圧痕中心部はいずれの方向も引張残留応力が存在することが分かった。

線上の応力分布は試料ステージを単純移動させて測定したが、圧痕のくぼみによって ψ 角の基準となる試料面が実際には位置ごとに異なる傾斜が生じることから、その都度 ψ 角を補正する必要があると考えられる。そこで、 ψ 角度誤差に伴う応力値への影響について図 5.9 の結果から考察する。くぼみ深さをより深い約 0.06 mm と仮定すると、くぼみによる ψ 角に相当する角度誤差は約 $\pm 20^\circ$ 程度生じることが幾何学的に計算できる。また最大誤差はくぼみ境界内側で生じ、左右のくぼみ境界部内側での ψ 角度誤差を応力値 σ_r の誤差に換算すると次のようになる。

X 軸+方向($X = +0.4$ mm) : ψ 角誤差 -20° , σ_r 誤差 -52%

X 軸-方向($X = -0.4$ mm) : ψ 角誤差 $+20^\circ$, σ_r 誤差 $+28\%$

ψ 角誤差が応力測定に実際に影響を及ぼしている場合、図 5.9 に示した応力測定結果において左右非対称の分布が得られるとともに、くぼみ境界部では約 160 MPa の応力差がなければならないが、得られた結果ではそのような傾向は見られず、左右対称の分布となっている。よって、本研究のくぼみ形状においては、測定時の試料面に対する厳密な ψ 角調整ならびに補正は省略可能で、 ψ 角誤差が応力値に及ぼす影響は軽微であることが分かった。

5.3.2 重複圧痕の線上応力分布

前項同様に表 5.2 に示す測定条件で、図 5.3 および図 5.4 の重複圧痕試験片を用いて線上応力分布を比較した。測定箇所は前項と同じく図 5.8 に基づいて測定した。残留応力の測定結果を図 5.10 に示す。

圧痕中心部の σ_r は重複回数に応じて引張応力から圧縮応力へ変化し、圧縮の極大値を示す圧痕直径の約 2 倍 $2D$ の位置が最も圧縮側へと変化している。重複回数に応じて、 σ_r 方向の巨視的な応力は徐々に圧縮応力へと変化するのに対して、 σ_θ 方向の巨視的な応力はほぼ変化していない。線上応力分布の結果から線上の巨視的な応力を定量的に求めるために、各測定点の応力値を測定間隔で規格化した値を巨視的な応力値として算出した。その結果を表 5.3 に示す。

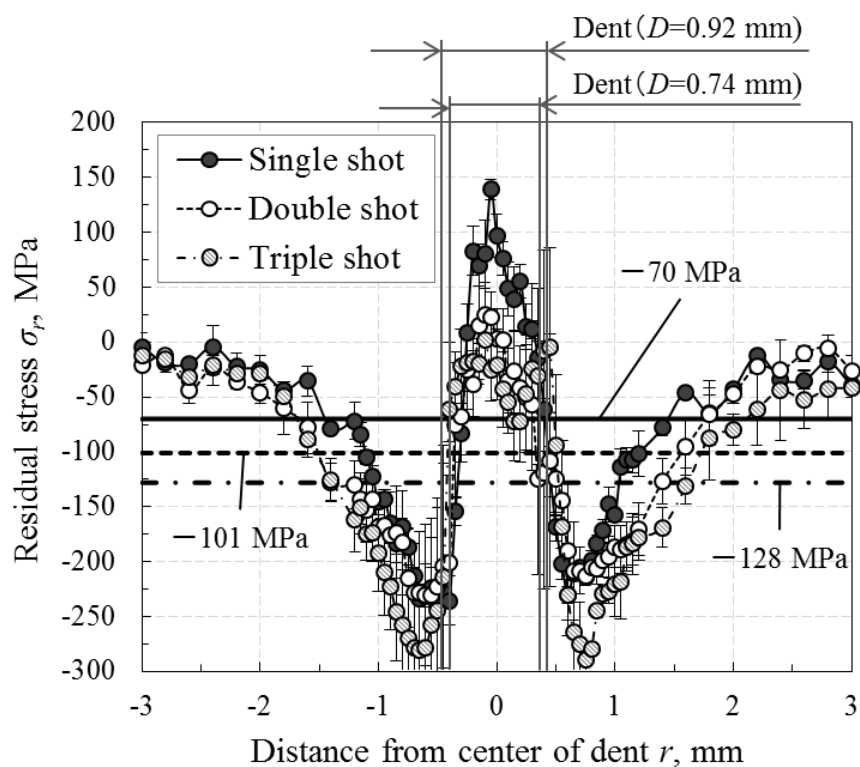
圧痕半径方向は常に圧縮応力であるが、円周方向は常に引張応力が存在している。このことから通常のショットピーニングにおいて一般的に幾度も重ね打ちされるカバレッジ 200~300 % 等で施工すること多いが、カバレッジ 100 % 程度で施工した場合には、独立した圧痕の形成により局所的に引張応力が点在する可能性があることが予見される。またこの円周方向の引張応力は、前章でのカバレッジを大きくしても局所的に大きな引張応力が点在していたことの一因とも考えられる。

図 5.11, 図 5.12 に線上の半価幅分布と残留応力測定結果における 68.3 % 信頼限界値 (図 5.10 図中のエラーバー) を示す。圧痕直径 D から $2/3D$ の位置で最も半価幅が広がっている。つまりこの位置が最も塑性変形していると考えられる。また、圧痕中心部の半価幅はその周囲よりも半価幅が狭いことから、中心部はその周辺よりも塑性変形していないと推測できる。

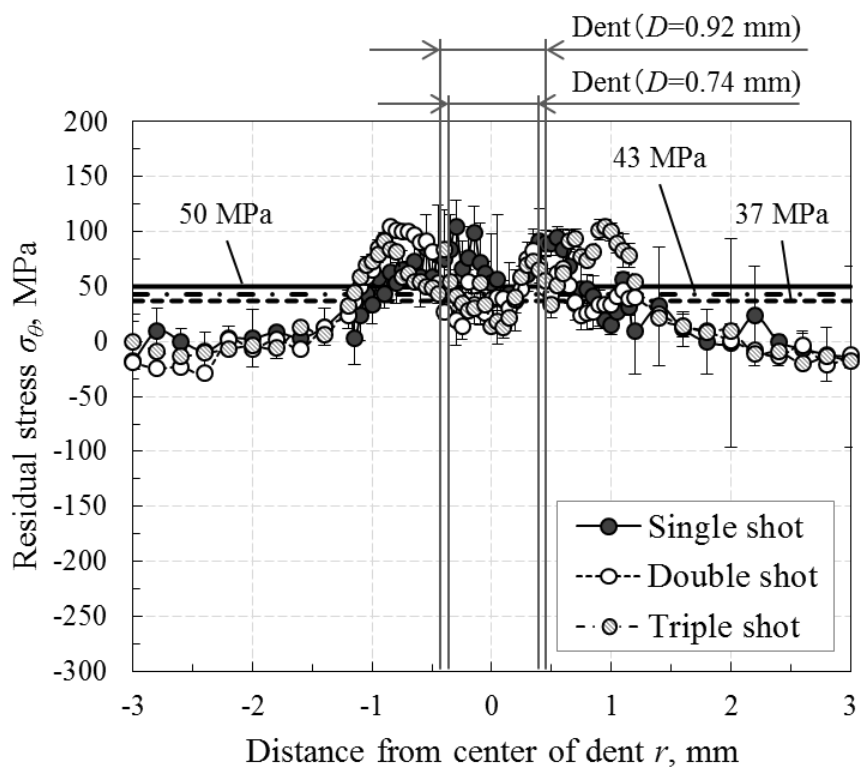
信頼限界値においては、圧痕円周方向では極大値は存在していないが、圧痕半径方向では圧痕直径 D の位置で信頼限界値が大きくなっている。この位置での $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図を確認すると ψ スプリットやうねりなどの非線形が認められた。そこで次項では圧痕近傍における $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の非線形原因と 3 軸応力解析による応力場について考察した。

表 5.3 巨視的な応力値の計算結果.

	Single shot	Double shot	Triple shot
Radial direction σ_r	-70 MPa	-101 MPa	-128 MPa
Circumferential direction σ_θ	50 MPa	37 MPa	43 MPa



(a). 半径方向の残留応力分布(σ_r).



(b). 円周方向の残留応力分布(σ_θ).

図 5.10 残留応力分布の測定結果 (重複圧痕). 上: 半径方向 σ_r , 下: 円周方向 σ_θ .

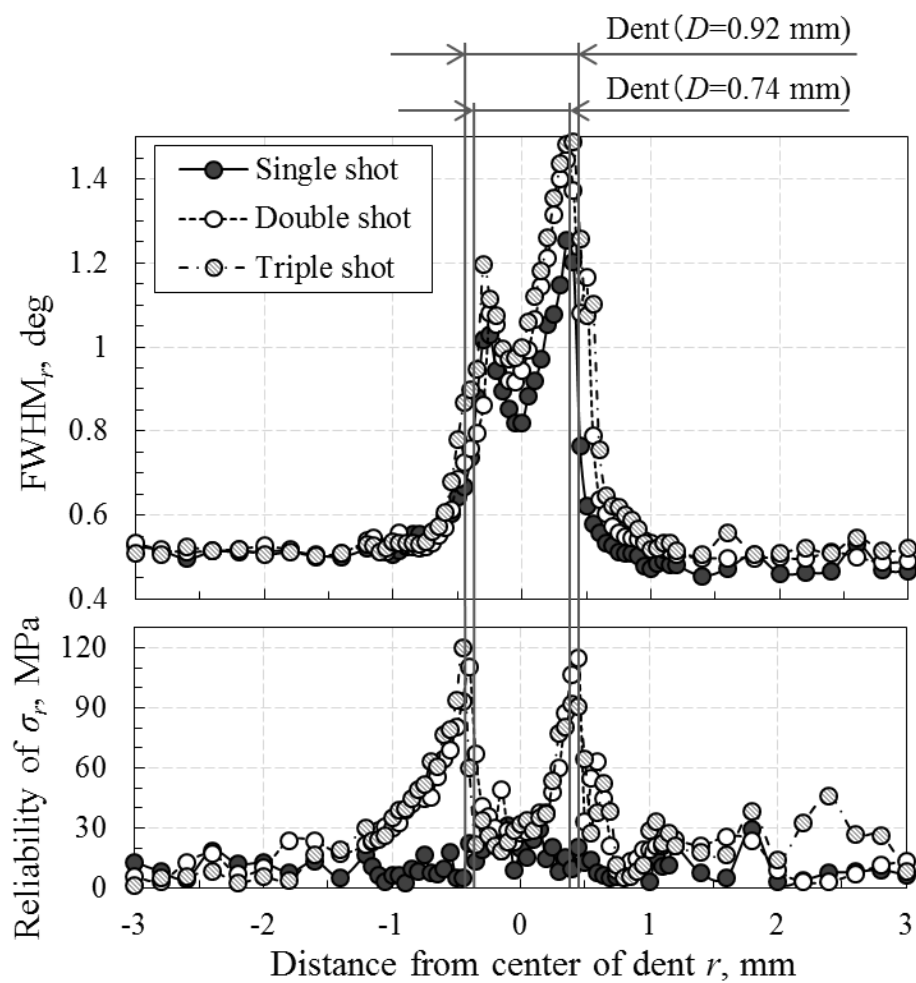


図 5.11 重複圧痕試料における半径方向 σ_r の半価幅分布と信頼限界値分布.

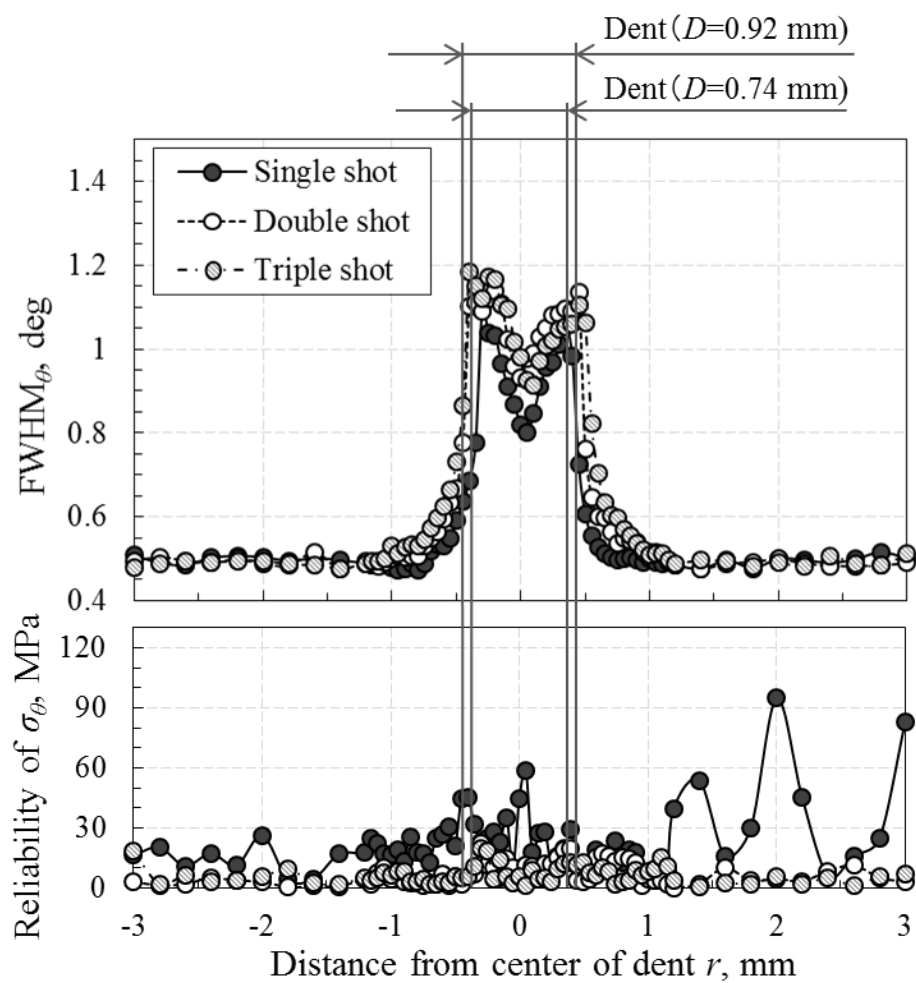


図 5.12 重複圧痕試料における円周方向 σ_{θ} の半価幅分布と信頼限界値分布.

5.3.3 単一圧痕の線上分布の 3 軸応力解析

図 5.2 の単一圧痕を試験片とし，圧痕近傍を詳細に測定するため，表 5.4 に示す測定条件で行った．測定箇所は圧痕近傍に限定し，図 5.13 に示すように X 軸上の応力分布を測定し，測定点は圧痕直径とほぼ同じ直径 0.8 mm の範囲内を 0.1 mm 間隔で 9 点，その外周について直径 3.0 mm までの範囲を 10 点測定した．また応力方向については X 軸線上の任意測定点において反時計方向に試料面内 φ 回転した方向の応力を σ_φ と定義する． $\varphi=0, 180^\circ$ の $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の一例 ($X=0, +0.4, +1.0, +1.4$ mm) を図 5.14 に， $\varphi=90, 270^\circ$ の $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図を図 5.15 に示す．

表 5.4 3 軸応力測定の実験条件.

Target	Cu
Tube voltage	40 kV
Tube current	30 mA
Exposure time	4 min
Material and indices of diffraction	Al 422 ($2\theta = 137.22^\circ$)
Stress calc. method	DRS method[8]
Collimator size	$\phi 0.05$ mm
ψ angle	0 to 47° (11 points)
Oscillation	$\pm 1.5^\circ$
φ angle	0 to 315° (8 directions)
Young's modulus E	70,800 MPa
Poisson's ratio ν	0.348
Stress constant K	-179.53 MPa/ $^\circ$

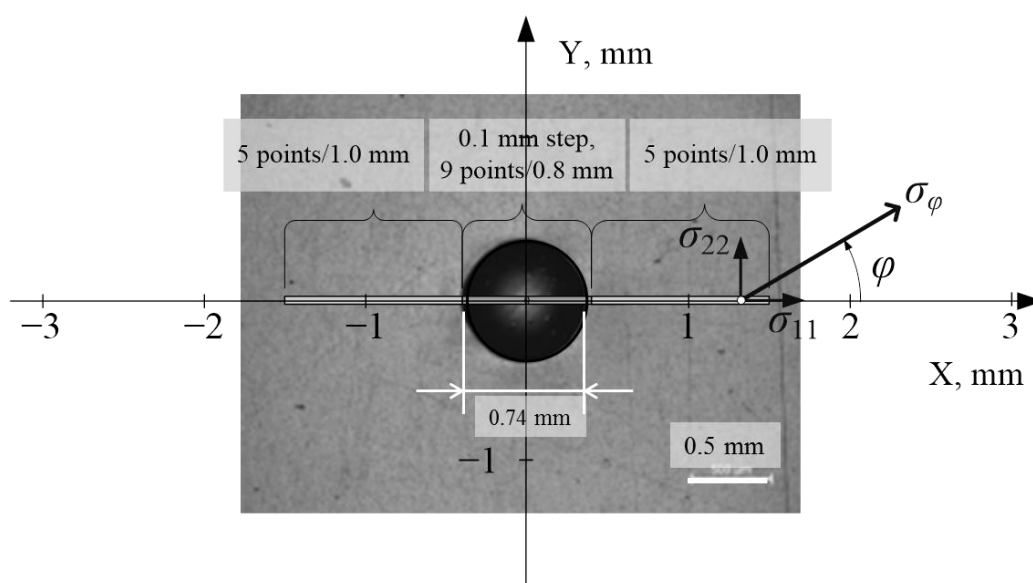


図 5.13 測定点と測定方向の定義.

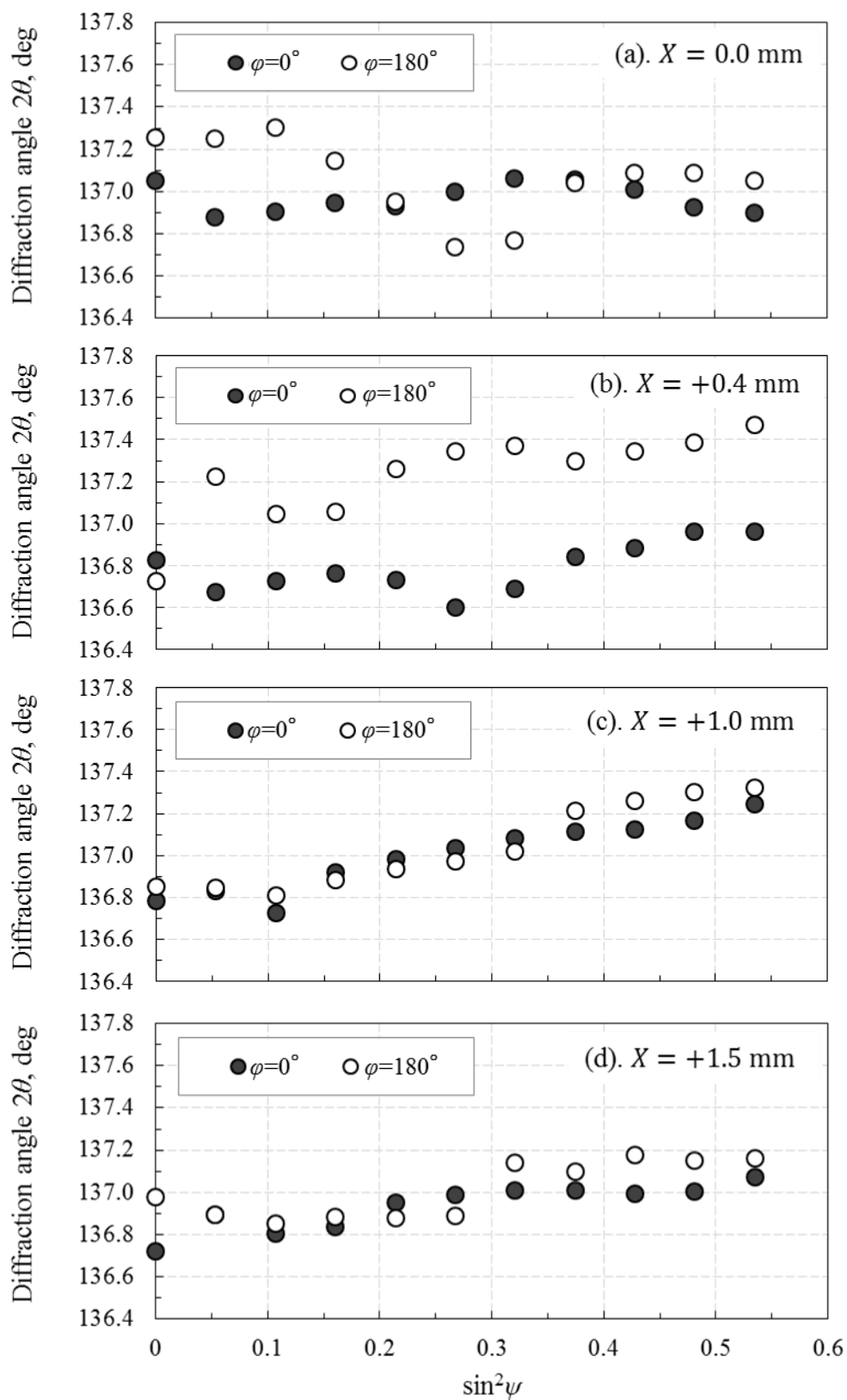


図 5.14 $\varphi=0, 180^\circ$ の時の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の一例.

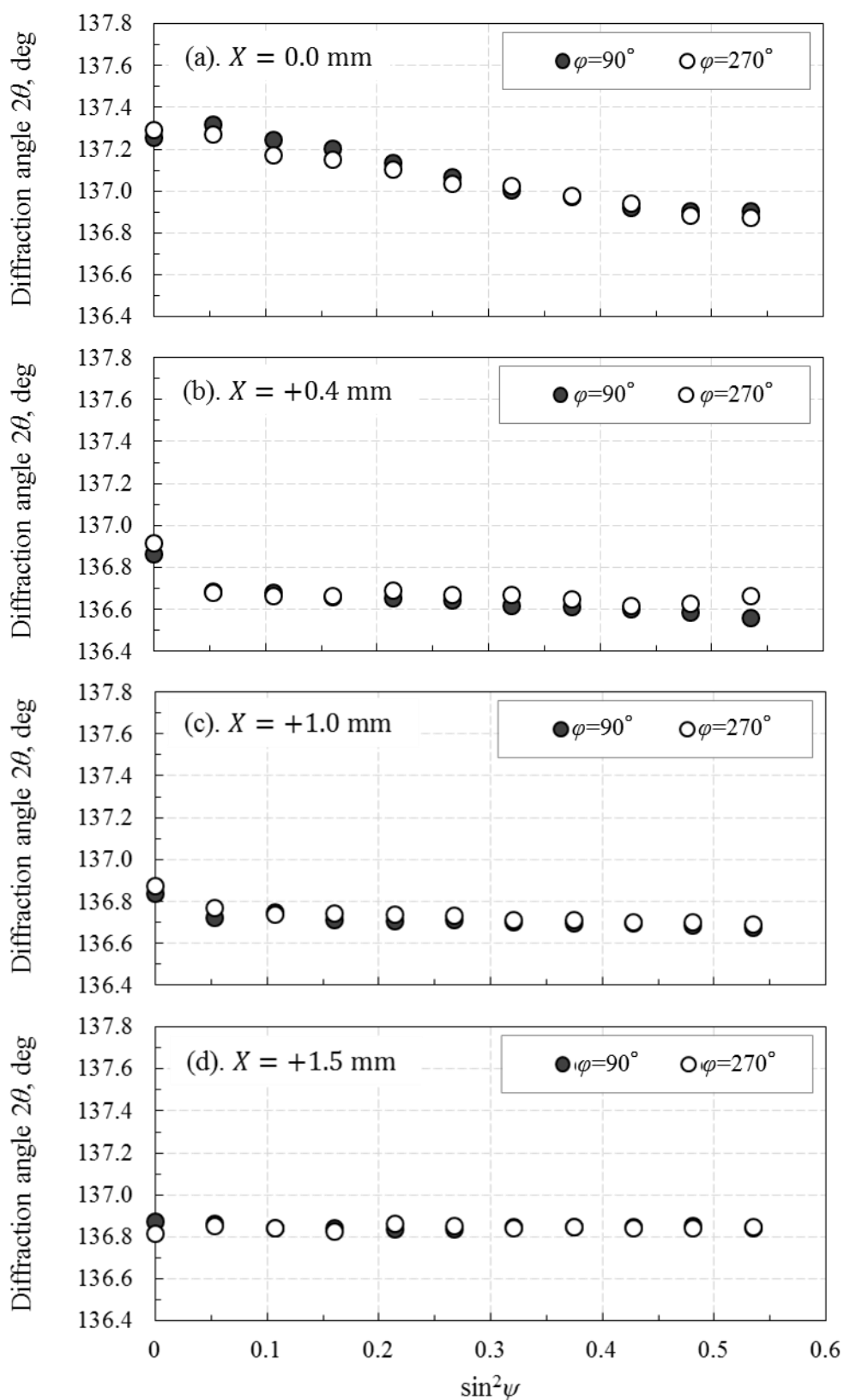


図 5.15 $\varphi=90, 270^\circ$ の時の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の一例.

$\varphi=90, 270^\circ$ では $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図はほぼ直線であるのに対し、 $\varphi=0, 180^\circ$ ではうねりが確認できる。特に圧痕中心およびくぼみ境界近傍（圧痕中心から 0.0 と +0.4 mm の位置）でのうねりが強くなっている結果から前節で $\sin^2 \psi$ 法を用いて応力解析した信頼限界値が大きくなった要因はこの非線形にあると言える。また $\varphi=0, 180^\circ$ における圧痕中心から 0.4 mm の位置で ψ スプリットが確認できることから、主軸が傾斜した応力場で、せん断応力 σ_{13} の存在が推測される[9]。一方、 $\varphi=90, 270^\circ$ では ψ スプリットはなく、直線関係にあることからせん断応力 σ_{23} は存在していないことが伺える。

全 8 方向の φ データを使用して 2.3 節で説明した DRS 法 (Direct Refinement Solution method) [8]を用いて 3 軸応力解析した結果について、垂直応力の解析結果を図 5.16 に、せん断応力の解析結果を図 5.17 に示す。DRS 法を用いて 3 軸応力解析する際、無ひずみ格子面間隔 d_0 もしくは垂直応力 σ_{33} のいずれかを与える必要がある。ここでは $d_0=0.082806$ nm を与えて応力テンソル 6 成分を解析した。与えた d_0 については次の手続きで導出した。周囲に圧痕がない箇所では試料平面上に作用する垂直応力はほぼゼロであることが事前に確認できていることから σ_{33} もほぼゼロであることが推察できる。そこで事前に同箇所を表 5.4 に示す条件で測定を行い、 $\sigma_{33} = 0$ として DRS 法を用いて解析して d_0 を算出した。得られた d_0 は 0.082806 nm であった。ここで、垂直応力 σ_{11} は前項の圧痕半径方向の応力 σ_r と等しく、垂直応力 σ_{22} は圧痕円周方向の応力 σ_θ と等しい。 σ_{33} は試料面法線 Z 軸に垂直な面に対して Z 軸の向きに作用する応力成分である。

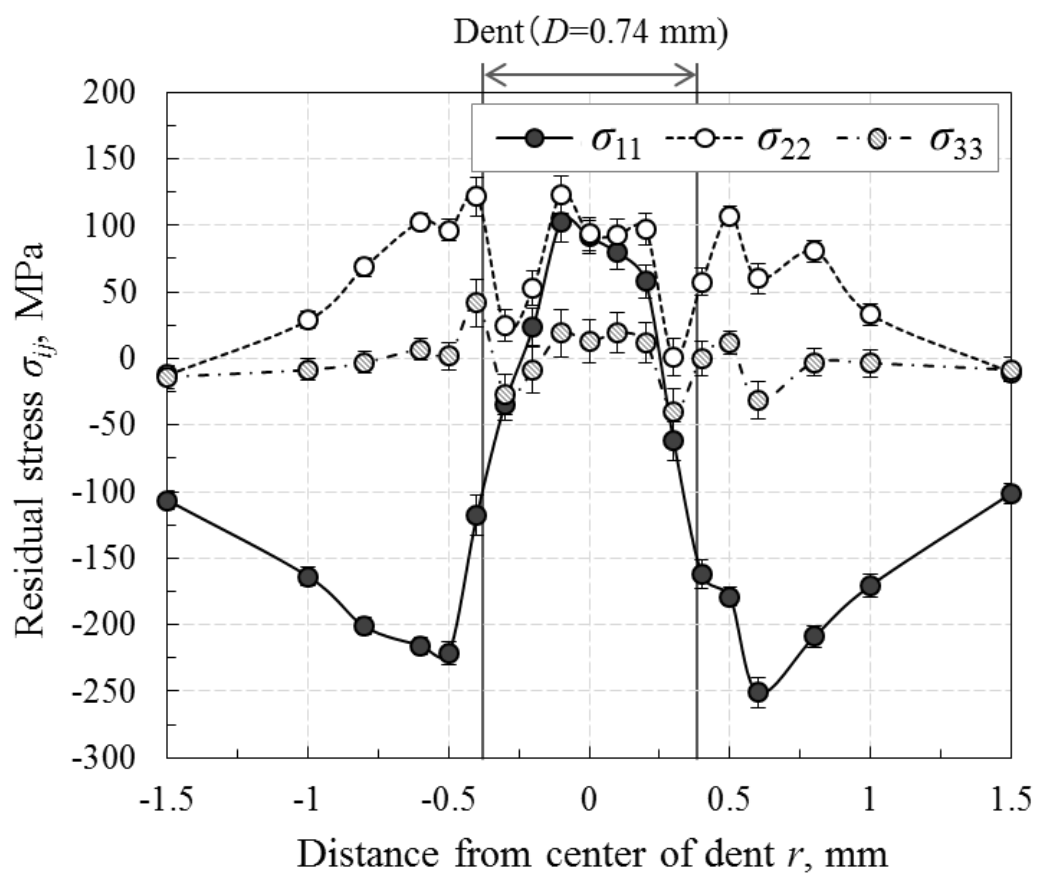


図 5.16 3 軸応力解析した応力分布 (垂直応力成分).

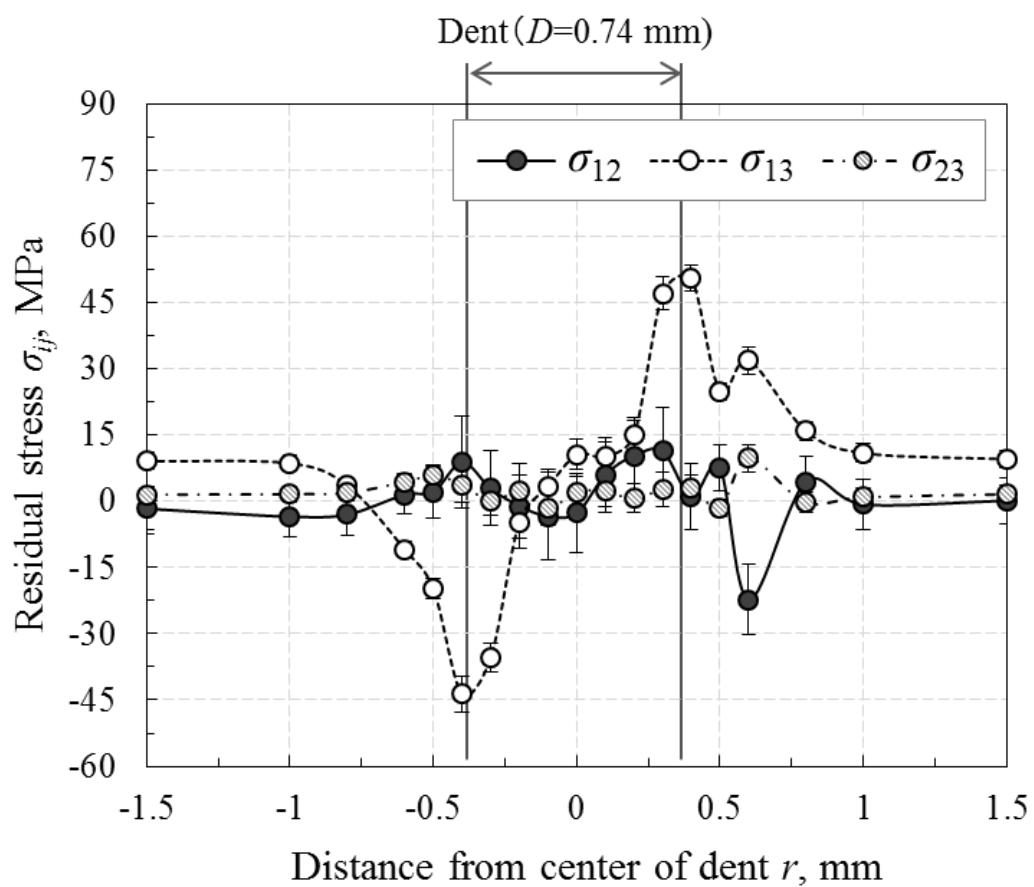


図 5.17 3 軸応力解析した応力分布 (せん断応力成分).

圧痕内の垂直応力 σ_{11} および σ_{22} はいずれも引張応力を示し、圧痕中心で極大値となっている。 σ_{22} は圧痕境界部で僅かに引張応力が小さくなるが、圧痕直径 D の 4 倍までのすべての領域で引張応力となっている。 σ_{11} は圧痕のくぼみを境界としてその外側に圧縮応力の極大値が存在している。 σ_{33} は圧痕境界部で最大 50 MPa 程度の比較的小さな応力が存在しているが、全体的にはほぼゼロ応力となっている。

$\sin^2 \psi$ 法で解析した応力分布 (図 5.9) と比較すると、 σ_{33} を除く垂直応力は $\sin^2 \psi$ 法で解析した結果とよく一致している。ただし、信頼限界値に注目すると両者の違いが確認できる。圧痕半径方向の応力 σ_r の信頼限界値 (図 5.11) は圧痕境界部で大きくなっていたのに対して、3 軸応力解析した結果では一様に小さな値になっている。このことから本研究で用いた DRS 法による 3 軸応力解析は $\sin^2 \psi$ 法と比較して、実際の応力場に近い応力モデルで解析されていると同時に、信頼性が高い応力評価ができていけると言える。

せん断応力については σ_{12} および σ_{23} は存在しないが、試料面法線 Z 軸を法線とする面の X 軸に作用するせん断応力 σ_{13} が圧痕境界部付近に大きく存在していることが明らかとなった。

さらに先述の主軸傾斜およびせん断応力の存在について深掘りする。DRS 法にて 3 軸解析することで垂直応力、せん断応力の応力テンソル 6 つの成分の他、主応力と主応力座標系—試料座標系間の方向余弦も得られる。図 5.18 に主応力分布を示す。図 5.16 に示した垂直応力の分布と比較するとほぼ同じ分布を示していることが確認できる。これは試料座標系と主応力座標系はほぼ等しいことを意味する。しかしながら、 $r = \pm 0.3$ mm 付近の位置で垂直応力 σ_{33} と主応力 σ_3 において挙動に違いが認められる。試料座標系における任意の断面 (角度 β) に作用する垂直応力 σ_β とせん断応力 τ_β を次の式より求め、モールの応力円を作図した。

$$\sigma_\beta = \frac{\sigma_{ii} + \sigma_{jj}}{2} + \frac{\sigma_{ii} - \sigma_{jj}}{2} \cos 2\beta + \sigma_{ij} \sin 2\beta \quad (5.1)$$

$$\tau_\beta = \frac{\sigma_{ii} - \sigma_{jj}}{2} \sin 2\beta - \sigma_{ij} \cos 2\beta \quad (5.2)$$

試料座標系 XY 平面 ($i = 1, j = 2$) に作用するモールの応力円を図 5.19 に、試料座標系 XZ 平面 ($i = 1, j = 3$) に作用するモールの応力円を図 5.20 に、試料座標系 YZ 平面 ($i = 2, j = 3$) に作用するモールの応力円を図 5.21 に示す。

図 5.14(b)で示した $\sin^2 \psi$ 線図において、 ψ スプリットが確認できたことから、圧痕中心から 0.4 mm の位置では主軸が傾斜した応力場で、せん断応力 σ_{13} が存在することを推察した。図 5.20 に作図した XZ 平面に作用するモールの応力円でもその存在が確認できるとともに、圧痕中心から 0.4 mm の位置で最もせん断応力 σ_{13} が生じているが、主軸の傾きが最も大きいのは圧痕中心から 0.3 mm の位置でより圧痕中心に近い場所であることが改めて

確認できる。その他のXY平面（図 5.19）およびYZ平面（図 5.21）に作用するモールの応力円からは、せん断応力成分 σ_{12} 、 σ_{23} はほぼ生じていないことや主軸の傾斜がないことが分かる。

次にモール応力円の大きさ（直径）および円の変遷に注目してみる。図 5.19 に示したXY平面においては、圧痕の外周付近（ $X = -0.5$ mm）で最大の2軸応力状態にあり、圧痕半径方向（X方向）に圧縮、圧痕円周方向（Y方向）に引張応力が作用していることが簡単に見て取れる。圧痕境界付近（ $X = -0.4$ mm）では圧痕円周方向（Y方向）の引張応力が極大値を示し、その位置で直交する圧痕半径方向（X方向）の応力は圧痕円周方向（Y方向）とほぼ等価な圧縮応力となっていることが分かる。徐々に圧痕中心に向かうにつれて、2軸応力場から等2軸応力場へと変化し、圧痕中心では完全な等2軸引張りの応力場になっている。図 5.21 に示したYZ平面においては、圧痕による影響がない離れた位置（ $X = -1.5$ mm）では等2軸のゼロ応力場であることが確認できる。圧痕を境界とした外側（ $X = -0.4$ mm）で、圧痕深さ方向（Z方向）の応力が最大の引張り状態にあり、圧痕境界の内側（ $X = -0.3$ mm）で、圧痕深さ方向（Z方向）の応力が最大の圧縮状態にあることが分かる。

以上の実験結果はショットピーニングを想定した圧痕の微視的応力分布測定であるが、実際のショットピーニングの効果や最適条件を考える上で重要な知見と言える。たとえば球状の投射材に限定すると、試料面内の任意の数カ所の測定点において直交する2方向の残留応力値がほぼ等価な圧縮残留応力で、かつ各測定点における残留応力差の総和が最小になる低カバレッジ条件がショットピーニングの最適条件と見なせ、ショットピーニングの最適化を検討する際の1つの指標として活用できるのではないかと考える。また円周方向の最大引張応力とせん断応力 σ_{13} の極大値とが一致することから、せん断応力 σ_{13} を最小限にすることがショットピーニングの最適条件となり得ると考える。

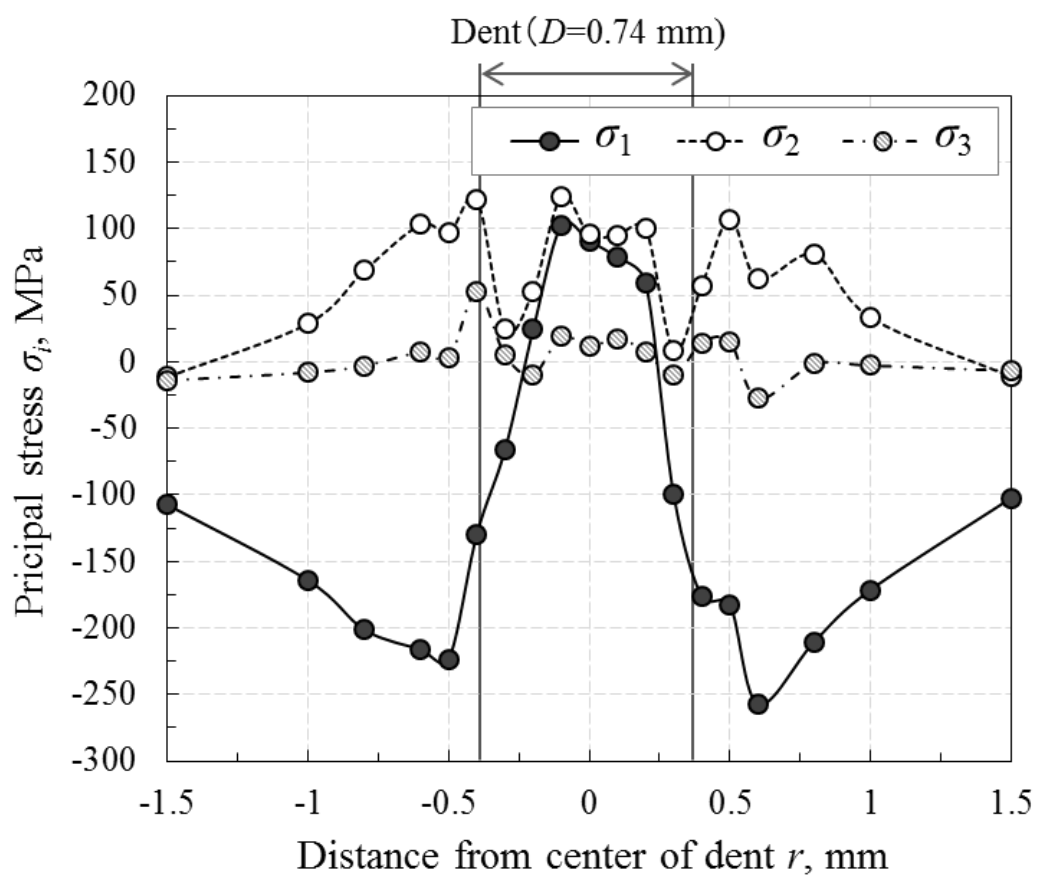


図 5.18 3 軸応力解析した主応力分布.

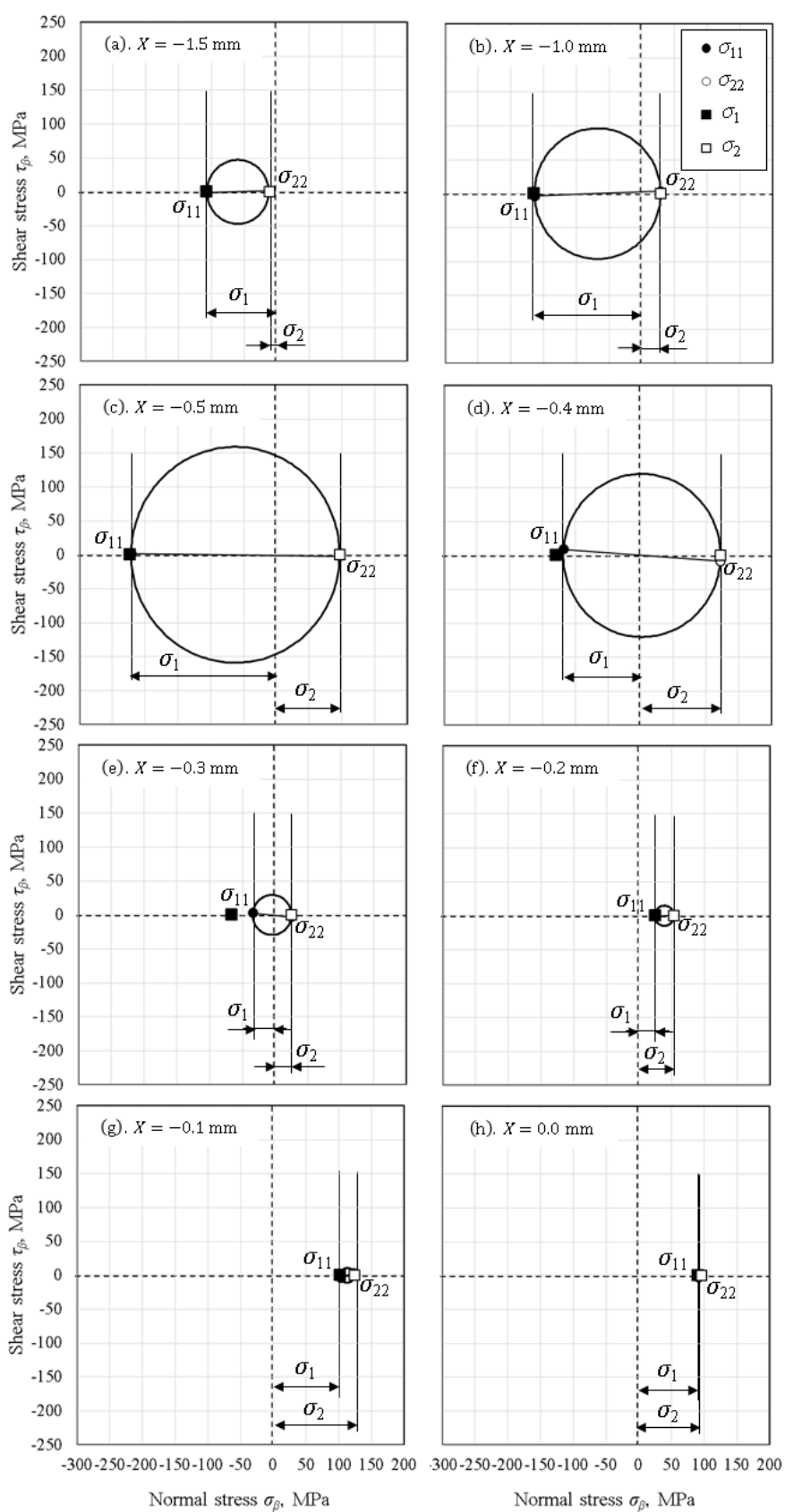


図 5.19 試料座標系 XY 平面 ($i = 1, j = 2$) に作用するモールの応力円.

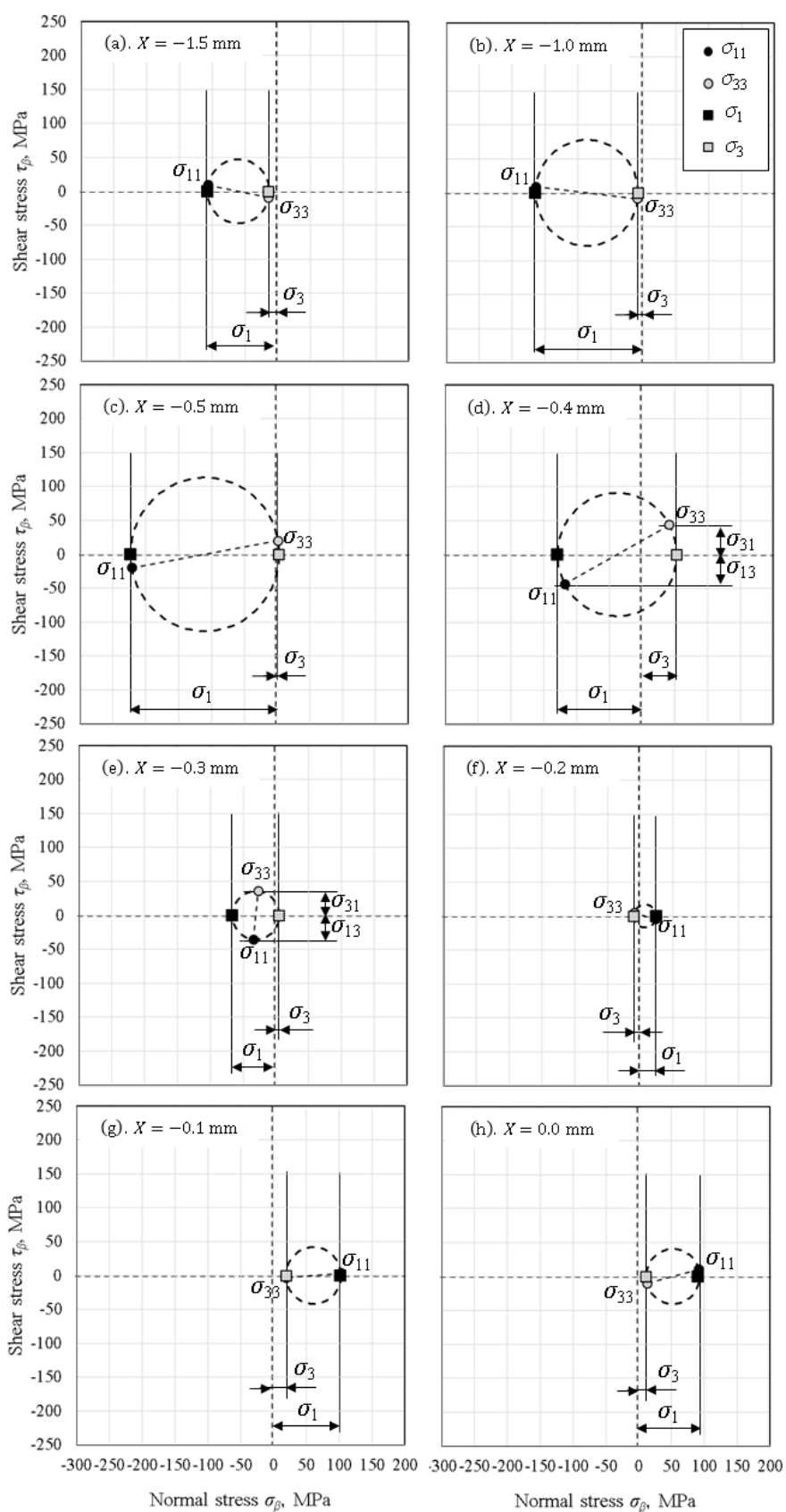


図 5.20 試料座標系 XZ 平面 ($i = 1, j = 3$) に作用するモールの応力円.

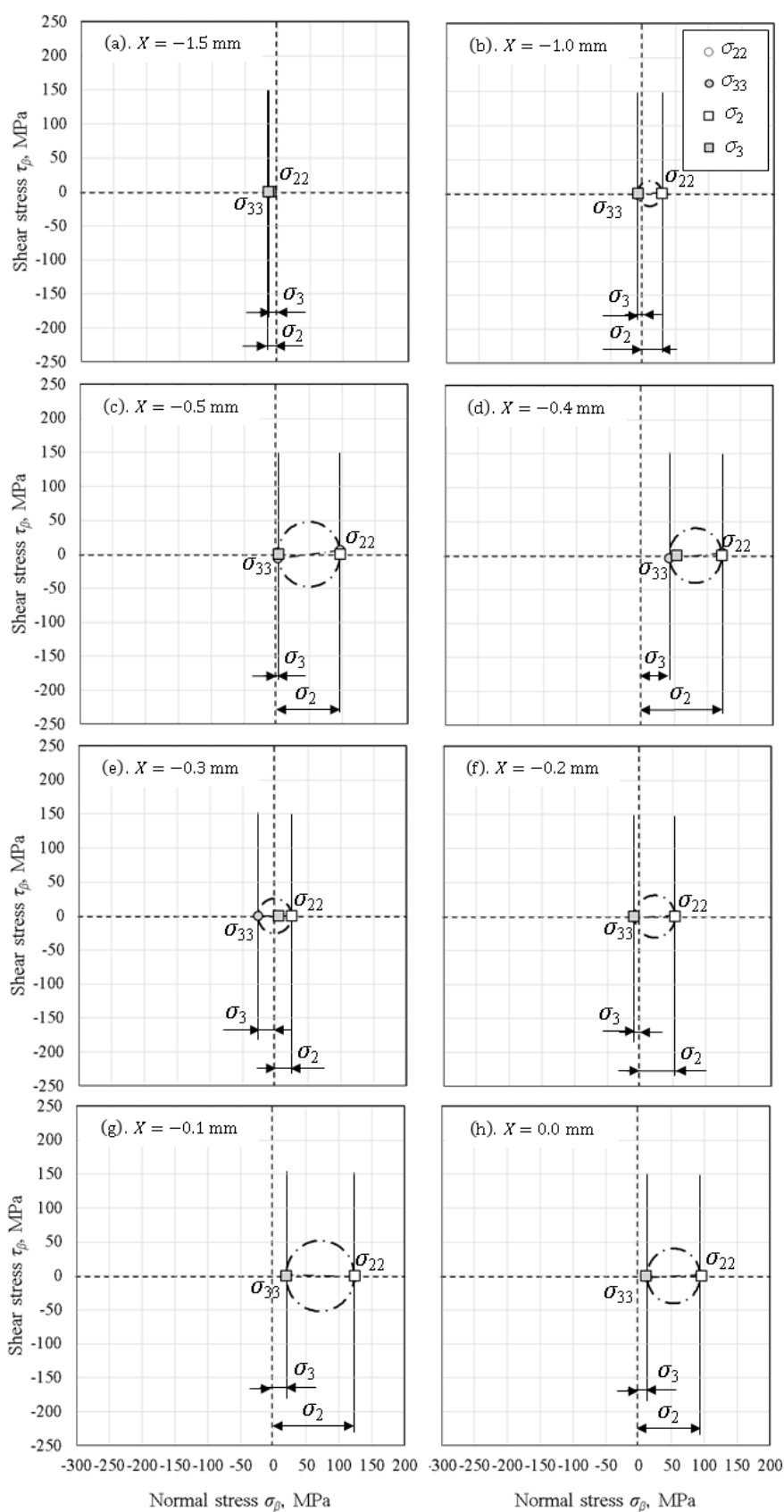


図 5.21 試料座標系 YZ 平面 ($i = 2, j = 3$) に作用するモールの応力円。

5.3.4 応力勾配を考慮した解析に関する考察

本研究では応力勾配の存在を考慮せずに解析した結果を報告しているが、ショットピーニングにおいては試料表面下に応力勾配が生じることが知られている[10]。X線侵入深さ内に応力勾配が存在している場合には $\sin^2\psi$ 線図にうねりが生じる。この点に注目して、本実験結果を考察したい。

本研究では真球を投射材として打ち込んでおり、その場合圧痕の中心は力学的に方向に依存せず残留応力は同じ力（異方性がない）が作用すると言える。言い換えれば、それぞれ試料面において直交する応力値が等しいことで正しく応力評価できているか否かの判断指標として利用できると考えた。

圧痕中心において、図 5.14(a)で示した $\varphi=0, 180^\circ$ 方向の $\sin^2\psi$ 線図ではうねりが確認できるが、図 5.15(a)に示した $\varphi=90, 270^\circ$ 方向ではうねりが確認できない。つまり、 $\varphi=0, 180^\circ$ 方向には応力勾配が存在し、 $\varphi=90, 270^\circ$ 方向には応力勾配は存在しないとの推察ができる。各 $\sin^2\psi$ 線図の $\pm\psi$ 方向の2つの測定データを使用して、 $\sin^2\psi$ 法を用いて解析すると次の結果を得る。ここで、 $\varphi=0, 180^\circ$ 方向の $\sin^2\psi$ 線図から得られる応力値は σ_{11} に相当し、 $\varphi=90, 270^\circ$ 方向から得られるのは σ_{22} になる。

$$\sigma_{11} = 40 \pm 32 \text{ MPa}, \sigma_{22} = 148 \pm 7 \text{ MPa}$$

$\sin^2\psi$ 線図のうねりの有無で100 MPa程度の応力差があるものの、極端な応力差ではないことが分かる。したがって、 $\varphi=0, 180^\circ$ 方向には応力勾配は存在しているが、急峻なものではなく軽微なものであると言える。

さらに、圧痕中心を3軸応力解析した結果の図 5.16でも σ_{11} が91.2 MPa、 σ_{22} が93.7 MPaとほぼ一致しており、異方性がない結果を得ている。

以上のことから本研究ではX線侵入深さ内の応力勾配の影響は少ないものとして、応力解析時には応力勾配の存在を考慮せずに解析したことを付け加えたい。

5.4 結言

ショットピーニングによる圧痕の微視的な残留応力分布を実験的に明らかにすることを目的として、真球のファインセラミック球をアルミニウム合金材に投射して実験を行った。また圧痕の同位置に複数回のショットを与えた場合の残留応力分布の変化についても調べた。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 単一圧痕の中心部は圧痕半径方向、円周方向いずれも引張残留応力が生じる。圧痕半径の残留応力は圧痕の外側に圧縮残留応力のピークが生じ、圧痕直径の約6倍の領域まで圧縮残留応力が付与される。一方、圧痕円周方向は圧痕直径の4倍の領域まで引張残留応力が生じ、引張残留応力のピークは圧痕中心部と圧痕の外周に存在する。以上の実験結果は $\sin^2\psi$ 法ならびに3軸応力解析した応力分布結果でほぼ一致していた。また既報[4]の鋼材に大寸法の鋼球を自由落下させた研究結果とも一致した結果であった。
- (2) ショットの重ね打ち込み回数に応じて、半径方向の巨視的残留応力は徐々に圧縮応力へと変化するが、円周方向はほぼ変化しない。半径方向の圧縮応力は圧痕直径の約2倍の位置が最も圧縮応力へと変化する。ショットの重ね打ち込み回数に関係なく圧痕半径方向は常に圧縮応力が生じるが、円周方向は常に引張応力が生じることが明らかとなった。この円周方向の引張応力が前章実験でカバレッジを大きくしても大きな引張応力を呈する領域が局所的に存在していた一因と考えられる。
- (3) 単一圧痕について3軸応力解析した結果、垂直応力 σ_{33} は圧痕境界部で僅かに生じているが、圧痕内部および外周ではほとんど生じていない。せん断応力成分 σ_{12} および σ_{23} は生じないが、せん断応力 σ_{13} が圧痕境界部に生じていることが明らかとなった。
- (4) 単一圧痕における圧痕内の残留応力分布に関する従来研究[1][4]-[6]は、ショットを模擬した大寸法の鋼球の押し込みや自由落下した研究であったが、本研究は残留応力分布を微視的に実スケールで検証した点において実験的に大きな違いがある。また本実験結果から圧痕中心部は引張応力であったことから、小西ら[4]および丹後ら[5]の実験結果の妥当性を証明できたと言える。一方、圧痕中心部が圧縮応力であった報告している研究結果[1][6]には疑問が残る。

参考文献

- [1] K. Ogawa, H. Yamada, K. Saruki, M. Yokoi and M. Inuzuka, “Influence of residual stress on fatigue of carburized and shot peened notched specimens”, Proceedings of the 4th International Conference on Shot Peening, p.445 (1990).
- [2] Y. Watanabe, N. Hasegawa and Y. Matsumura, “Simulation of residual stress distribution on shot peening”, Journal of the Materials Science, Japan, Vol.44, No.496, p.110 (1995) (in Japanese).
- [3] M. Kobayashi, T. Matsui and Y. Murakami, “Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.63, No.610, p.100 (1997) (in Japanese).
- [4] M. Konishi, Y. Murakami, M. Kobayashi and T. Matsui, “Mechanism of creation of compressive residual stress by shot peening and its effect on fatigue strength: analysis of residual stress produced by a single shot”, The Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.66, No.650, p.1847 (2000) (in Japanese).
- [5] K. Tango, A. Tange and M. Ayada, “Residual stress analysis of shot peening by FEM”, Proceedings of Japan Society of Spring Engineers Autumn Lecture Meeting, p.11 (2005) (in Japanese).
- [6] K. Mori, K. Osakada, M. Shiomi and T. Okada, “Three-dimensional finite element simulation of plastic deformation and residual stress in shot-peening (deformation by single shot)”, The Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.59, No.566, p.2420 (1993) (in Japanese).
- [7] S. Yasukawa, S. Ohya, K. Tango, K. Takeda and A. Tange, “Microscopic residual stress distribution measurement on the surface of shot peening”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.63, No.9, p.655 (2014) (in Japanese).
- [8] S. Yasukawa, “X-ray stress analysis technique using the optimization of d_0 with error term; Direct Refinement Solution(DRS) method”, Rigaku Journal, 32(2), p.6 (2016) (in Japanese).
- [9] K. Tanaka, K. Suzuki and Y. Akiniwa, “Evaluation of residual stresses by x-ray diffraction”, p.124 (2006) Yokendo Ltd. (in Japanese).
- [10] S. Ohya, Y. Yoshioka and S. Maeno, “Residual stress analysis on materials with steep stress gradient by using x-ray incidence at higher angles”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.45, No.7, p.766 (1996) (in Japanese).

第6章 結論

本論文では、ショットピーニング処理された試料表面の2次元的な面内分布、および1次元的な線上の微視的な応力分布について実験的に検討した。従来のX線応力装置でX線照射面積を制限した微小領域の測定を行うと、X線強度の著しい低下やゴニオメータが十分な精度を有していないことが理由で、満足な結果や測定精度が得られなかった。本研究では、微小領域の材料評価が可能な微小領域用X線測定装置を開発して、新たな微小領域の応力評価手段として確立した。その結果、ショットピーニング処理された試料表面の微視的な応力分布について実スケールで検証することで、新たな工学的に有意義な知見を得た。

本章では、各章で得られた主要な成果について記述する。

第2章においては、従来から工業界で一般的に用いられている $\sin^2\psi$ 法は、無ひずみ状態の結晶格子面間隔 d_0 の誤差に起因する大きな誤差は回避できているが、直線の傾きから応力計算を行う際に使用する $\tan\theta_0$ において誤差が生じることを示した。

誤差要因を排除するとともに、実際の材料表面の応力場に近い状態を仮定した応力解析が可能な手法としてDRS法を開発した。DRS法は与えられた d_0 を改良して最適解を求めることから、 d_0 の誤差に起因する応力計算値の誤差を極力排除できる。そのため、DRS法は正確な d_0 を必要とせずに応力計算精度を向上させた応力解析手法と言える。

また、種々の試料を用いた $\sin^2\psi$ 法との実験的な比較により、両法での互換性を有していることからDRS法を用いた応力解析も確かな計算結果が得られる信頼性の高い応力解析手法であることを明らかにした。

第3章においては、X線回折による微小領域の材料評価を可能とするために、入射X線の微小化にともなう高輝度化と高い測定位置精度の2つの必要要件について検討を行い、湾曲型イメージングプレート式X線回折装置に組み合わせて新たな微小領域用X線測定装置を開発した。

高輝度X線源と人工多層膜ミラーを組み合わせることにより、短時間で微小領域のX線応力測定が可能となり、照射面積の直径が0.1 mmの場合は従来の約1/30の時間で測定が可能であることを明らかにした。

一方で、人工多層膜ミラーを使用した場合、X線焦点位置から試料間距離までが600 mmあり、空気によるX線の減衰が発生するが、その光軸をヘリウムガスで置換することでX線の減衰を大幅に低減することができることを示した。

製造可能な直径10 μm の最小コリメータを使用した場合でも、試料位置でX線ビーム径は直径10 μm に制限されており、開発した微小領域用X線測定装置は微小領域の材料評価に非常に有効であることを明らかにした。

X線応力測定する場合はX線照射領域内に十分多くの結晶が存在し、かつ連続的な回折

環を必要とするが、X 線照射領域を小さく制限すると回折に寄与する結晶粒数が相対的に減少するため、回折環は斑点状となる。この現象について溶接材料を用いて改めて確認するとともに結晶粒径の変化を定性的に捉えることができた。

実際の材料評価への応用として、X 線照射径 30 μm に制限し、回路基板の配線部をマッピング測定で評価した。その結果、銅箔配線部と被覆部との違いが明瞭に観測でき、また定性分析の結果からそれぞれの構成成分を同定できたことから、本微小領域用 X 線測定装置を使用した微小領域において今後大きく貢献できるものであると確信する。

第 4 章においては、実際の加工プロセスを基に近似した状態で処理を行ったばね鋼板 SUP9 材のショットピーニング処理表面の微視的応力分布について実験的に検討した。

ショットピーニング処理した試料表面は、巨視的には平均すると圧縮残留応力を有するが、直径 0.1 mm 以下の局所的領域においては引張応力を呈する箇所と降伏点オーダーの大きな圧縮応力を呈する箇所とが点在することを明らかにした。

ショットピーニング処理時のカバレッジを大きくしても付与される巨視的な圧縮残留応力には大差なく、また全体的に均一な圧縮応力分布が得られるのではなく、むしろ局所的に大きな引張残留応力を呈する領域が存在することを明らかにした。

カバレッジ 60 %、300 % のショットピーニング処理した試料表面において、表面形状の凹凸と圧縮・引張応力を示す箇所との相関性はなく、ショットピーニング処理した試料表面の残留応力分布は表面形状では判断できないことを明らかにした。

球形ではない投射材（コンディションドカットワイヤー）を用いたショットピーニングしてできた単一の圧痕近傍の応力分布においては、真球の投射材を用いた過去の研究成果とは異なり、全く規則性のない残留応力分布を示すことを明確にした。

第 5 章においては、真球のファインセラミック球をアルミニウム合金材に投射して、ショットピーニングによって形成された圧痕の微視的な残留応力分布について実験的に検討した。また圧痕の同位置に複数回のショットを与えた場合の残留応力分布の変化についても調べた。

単一圧痕の中心部は圧痕半径方向、円周方向いずれも引張残留応力が生じており、圧痕半径方向の残留応力は圧痕の外側に圧縮残留応力のピークが生じ、圧痕直径の約 6 倍の領域まで圧縮残留応力が付与されることを明らかにした。また圧痕円周方向の残留応力は圧痕直径の 4 倍の領域まで引張残留応力が生じ、引張残留応力のピークは圧痕中心部と圧痕外周の 2 箇所が存在していることも明らかにした。

ショットの重ね打ち込み回数に応じて、半径方向の巨視的残留応力は徐々に圧縮応力へと変化するが、円周方向はほぼ変化しないことが分かった。半径方向の圧縮応力は圧痕直径の約 2 倍の位置が最も圧縮応力へと変化する事が明らかとなった。

単一圧痕について 3 軸応力解析した結果、せん断応力 σ_{13} が圧痕境界部に生じていること

が明らかとなった。

直径 40 mm の鋼球などを自由落下した先行研究では、圧痕中心に残留応力の異方性を認める結果であった。一方、本研究における実際ショットピーニングに近いスケールで投射した圧痕では、その中心には残留応力の異方性はなく、また圧痕境界部にせん断応力 σ_{13} の存在が明確になったことが先行研究との違いであり、本研究での大きな成果と言える。

以上の通り、本論文では微小領域の材料評価が可能な X 線測定装置を開発し、新たな微小領域の応力評価手段として確立した。さらに開発した X 線回折装置を用いて、ショットピーニング処理された試料表面の 2 次元的な面内または 1 次元的な線上の微視的な応力分布について実験的検証により明らかにした。微小領域用 X 線回折装置は種々の材料評価や微小、微量分析に大きく貢献できるものと確信する。

本研究におけるショットピーニング処理された試料表面の微視的な残留応力分布結果は、カバレッジに代表されるショットピーニング条件の最適化を考える上で工業的に重要な知見と言える。特に圧痕円周方向では常に引張応力が付与されることから、実際のショットの重ね打ちによって直交する 2 方向においていずれも微視的に圧縮応力が作用している応力場であることが部材の疲労特性上、重要な指標となる。また本研究により圧痕境界部にはせん断応力 σ_{13} が生じることが明らかになったことも工学的に意義のある成果であり、円周方向の最大引張応力とせん断応力 σ_{13} の極大値とが一致することから、せん断応力 σ_{13} を最小限にすることがショットピーニングの最適条件となり得ると考える。

今後の展開として、第 2 章から第 5 章までにおいて得られた成果を広い範囲の分野に、また実際のような加工プロセスの材料評価に適用させ工学的価値を高めていく必要がある。

謝辞

本研究をまとめるにあたり、多大なるご支援ご指導、ご鞭撻を賜りました本研究科の大谷眞一教授に深甚なる感謝の意を表します。また、本論文を完成させるにあたりご指導、貴重なご助言を頂きました東京都市大学工学部機械システム工学専攻の田中康寛専攻主任教授、東京都市大学工学部機械システム工学専攻の今福宗行教授、東京都市大学工学部機械工学専攻の白木尚人教授、独立行政法人日本原子力研究開発機構の秋田貢一博士に厚く感謝の意を表します。

東京都市大学工学部機械システム工学専攻の熊谷正芳講師には、本研究を遂行するにあたり終始懇切なるご指導、貴重なご助言を頂きました厚く深謝の意を表します。

本論文は、著者が東京都市大学工学研究科機械システム工学専攻強度設計システム研究室において行った研究についてまとめた者であります。本研究をとりまとめるにあたり、多くの方々の多大なるご指導とご教授を賜り、誠に感謝の意に耐えません。心から御礼を申し上げます。

思い起こせば、大谷眞一教授には5年前、本研究への社会人コースへの入学を許可して頂き、それ以来、研究者としての心構えをはじめ、常に研究について適切なお指導をして頂きました。40歳を目前にしてはじめた研究生と仕事の両輪を回し続けてこられたのも大谷眞一教授の叱咤激励があったからこそと感謝しております。

日本発条株式会社の丹下彰博士（現 伊藤機工業株式会社）、丹後公一氏、竹田和也氏には、ご多忙の中、試験片へのショットピーニング施工や形状計測などの多くのご協力を頂きました。心より感謝申し上げます。

株式会社山本科学工具研究社の山本卓代表取締役社長ならびに山本正之取締役副社長には、同社所有の試作反発硬さ試験機を用いて試験片への投射材打ち込みを快くご支援頂きました。心から御礼申し上げます。

株式会社リガクの渡邊好章専務取締役ならびに鈴木啓二専務取締役には、東京都市大学工学研究科機械システム工学専攻の社会人コースへの入学をご承諾頂き、このような機会を与えていただいたことに感謝いたします。また、尾形潔常務取締役をはじめ、大神田等X線機器事業部副事業部長、佐々木勝成X線機器事業部X線イメージング設計部部长には、多方面でご指導ご鞭撻頂きました。心より御礼申し上げます。

株式会社リガクの難波徹氏、菊地拓哉氏、根津暁充氏には本研究を遂行する上で、多大なご協力を頂きました。この場を借りて御礼申し上げます。

最後に、研究生として在学してから今日に至るまでの5年間の歳月、私を支えてくれた妻慶子ならびに両親に本当に感謝致したいと思います。

平成30年1月30日

安川 昇一

論文目録

学位論文

ショットピーニング処理表面の微視的応力分布に関する研究

参考論文

1. 安川昇一, 大谷眞一, 丹後公一, 竹田和也, 丹下彰, ショットピーニング処理表面の微視的応力分布測定, 日本材料学会, Vol.63, No.9, pp.655-661(2014).
2. 安川昇一, 大谷眞一, 熊谷正芳, 菊地拓哉, ショットピーニングを想定した単一圧痕表面の微視的応力分布測定, 日本材料学会, Vol.67, No.3, pp.375-382(2018).
3. Shoichi YASUKAWA, Tatsuki MIYOSHI, Masayuki YAMAMOTO, Takashi YAMAMOTO, Shinichi OHYA, Standard Sample Package for Calibration of X-ray Stress Measurement, Materials Science Forum, Vols. 768-769, pp.242-245(2014)

副論文

1. 佐々木敏彦, 廣瀬幸雄, 安川昇一, イメージングプレートを用いた粗大結晶材料の X線マクロ応力測定, 日本機械学会, Vol.63, No.607, A, pp.533-541(1997).
2. Toshihiko SASAKI, Yukio HIROSE, Katsunari SASAKI, Shoichi YASUKAWA, Influence of Image Processing Conditions of Debye-Scherrer Ring Images In X-ray Stress Measurement Using An Imaging Plate, Advances in X-ray Analysis, Vol.40, (1997).
3. Toshihiko SASAKI, Shoichi YASUKAWA, Shigeki TAKAGO, Yukio HIROSE, Measurement of Macro- and Microstresses of Composite Materials by X-Ray Diffraction Method Using Imaging Plate, Advances in X-ray Analysis, Vol.41, pp.479-492 (1999).
4. Masataka MAEYAMA, Shoichi YASUKAWA, Daisuke IINO, Ken ITOH, Toshifumi YOSHIDA, Hiroshi KAWASAKI, Sei YOSHIHARA, Kenji WAKASAYA, Development of a New Diffractometer for The Evaluation of Very Micro Area, Advances in X-ray Analysis, Vol.55, (2011).

特許出願

発明者	安川 昇一	発明の名称	X線応力測定方法とその装置
出願番号	2012-164632 2012年7月25日	<p>【課題】複数のΨ角についての回折X線の情報を同時に得ることで、応力測定の迅速化を実現する。</p> <p>【解決手段】試料に対し、複数台のX線源から複数の異なる入射角度でX線を入射させる。そして、各X線源からの入射X線に対応して試料からそれぞれ円錐状に放射される各回折X線のデバイリングに着目し、イメージングプレートに記録された当該回折X線のデバイリングにおける赤道面との交点に現れる回折X線の情報と、デバイリングにおける赤道面との交点の近傍に現れる回折X線の情報と、に基づき試料内の内部応力を求める。</p>	
公開番号	2014-025746 2014年2月6日		
登録番号	5713357 2015年3月20日		

発明者	安川 昇一	発明の名称	応力解析装置、方法およびプログラム
出願番号	2015-186004 2015年9月18日	<p>【課題】散乱ベクトルを考慮し誤差項を導入して繰り返し解を改良することで応力値の精度を高めることができる応力解析装置、方法およびプログラムを提供する。</p> <p>【解決手段】試料の残留応力を算出する応力解析装置であって、試料の表面に垂直な方向の応力が一定のとき、誤差の項を含み応力とひずみとの関係を示す方程式を用い、複数の散乱ベクトルに対する回折X線による測定値と暫定値を用いて誤差を解の一つとして算出する解析部と、算出された誤差により暫定値を補正する暫定値補正部と、を備え、解析部および補正部は、誤差の算出および暫定値の補正を繰り返す。</p>	
公開番号	2017-058349 2017年3月23日		
登録番号			