

X線と超音波による応力測定法の比較

三好颯* 西田真之**

Comparison of Stress Measurement Method by X-ray and Ultrasonic

Hayate Miyoshi * Masayuki Nishida **

ABSTRACT

Residual stresses are generated in various engineering products during manufacturing processes. These residual stresses often become big problems in industrial fields. These residual stresses shall preferably be estimate in non-destructive method, such as the X-ray stress measurement and the ultrasonic method. In this study, the purpose is comparison between the X-ray method and the ultrasonic method as the stress measurement technique. The measurement material is a rolled aluminum, its thickness is 0.5mm. Pole figures are drawn by using the X-ray to investigate the crystal condition in the measurement sample. Samples are cut out from both directions of rolling direction and the transverse direction in aluminum plate. The X-ray diffraction method and the ultrasonic method were used for the uniaxial stress measurement of these samples. Focusing on the difference of tensile directions, each measurement result was discussed with the comparison of both methods.

Keywords : stress measurement, X-ray, $\sin^2 \phi$ method, ultrasonic

1. 緒論

近年、炭素繊維複合材は力学特性に優れることから様々な工業分野で注目を集めている。しかし、製作過程における熱履歴より発生する残留応力がしばしば問題になる。意図しない残留応力は製品の強度設計上、問題となることも多い。これらの残留応力は材料を破壊せずに測定することができる非破壊測定により測定されることが望ましいが、炭素繊維複合材においては未だ手法は確立されていない。また、材料中の残留応力はそれぞれの方向や場所で一定ではないため、求める方向および測定箇所における材料特性を全体的に把握する必要がある。

非破壊応力測定法として、X線回折法と超音波音弾性法が知られており、本研究室ではこれらを用いて炭素繊維複合材の残留応力測定を目指している。本研究ではその前段階として金属を対象にこれら二つの応力測定法を比較する。

X線回折法は表面近傍の微小領域において残留応力を高精度に測定することができるが、集合組織の影響を強く受ける。一方、超音波はX線と比較すると測定

領域が大きく、侵入深さも深い。応力に対する超音波の速度変化率が小さいため測定には十分な測定精度が要求される。近年では厚さ方向の応力測定へのアプローチとして超音波測定法が期待されている。

これらの手法は目的により使い分けられるべきであるが、超音波による応力評価に関しては報告が多くはない。そこで、圧延された金属を用いて二つの手法で応力評価を行い、それらの結果を比較する。

2. 試料

本研究では圧延された板厚0.5mmのアルミニウムを試料として用いる。また、引張応力を負荷するための治具を製作する。事前に引張試験機を用いて既知の引張荷重を加え、負荷評価用のひずみゲージを校正する。内側のナット4つのいずれかを回すことにより応力を負荷させる。製作した治具と試料を図1に示す。

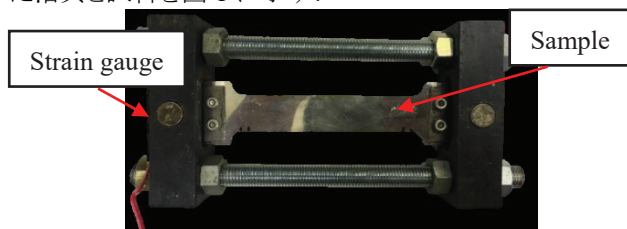


図1 試料と製作した引張治具。

* 専攻科 機械システム工学専攻

** 機械工学科 教授

2. X線による応力測定原理

2.1 X線応力測定装置 本研究では(株)リガク製のMSF-2Mを用いてX線応力測定を行う。またその測定の様子を図2に示す。今回の測定では比較的大きな引張試験サンプルを用いるため、通常のX線回折装置に用いられるゴニオメータ上にサンプルをセットすることが困難である。このため、サンプルを引張治具にセットし、上方からX線を照射して測定するタイプの装置を採用した。装置のデフォルトでの測定角範囲が $2\theta=140^\circ\sim 170^\circ$ であるため、今回用いたアルミニウムの311面の回折線ピークの測定に用いることができないことから、図に示すとおり 2θ 角度を 25° 低角側に広げるためのアタッチメントを取り付けている。

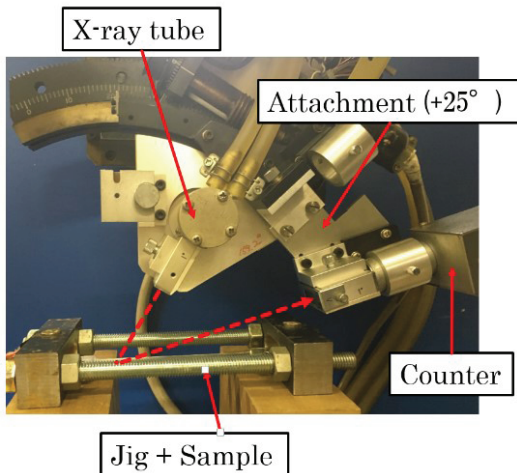


図2 X線応力測定装置と拡張アタッチメント。

2.2 ブラッグの回折条件 X線を多結晶体に入射すると特定の入射角で回折が生じる。図3に示すX線が通る2通りの経路①②を考えたとき、①と②の経路差は $2d\sin\theta$ で表される。その経路差と波長の整数倍が等しいとき、散乱X線は強め合い、回折現象が起こる。回折現象が起こる条件は式(1)で表され、式(1)はBraggの回折条件と呼ばれている⁽¹⁾。

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

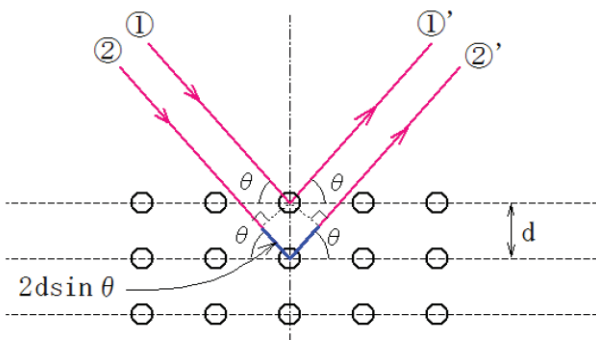


図3 ブラッグの回折条件。

ここで d は格子面間隔、 n は正の整数、 λ はX線の波長である。 θ は入射角であり、回折が生じる場合は特に回折角と呼ばれる。結晶粒が十分に小さく、それらが無秩序に存在する材料に対しては一様に回折が生じる。これにより既知の波長を用いて、結晶格子面ごとにピークが生じる θ を測定することにより格子面間隔 d を求めて構造解析やひずみ測定を行うことができる。

2.3 $\sin^2\psi$ 法 X線の波長は一定であるため、応力によりひずみを生じると回折角が変化する。波長一定のもと式(1)を全微分すると以下の式(2)でひずみ ε を得る。

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = -\cot\theta_0 \cdot \Delta\theta \quad , \quad (2)$$

ここで θ_0 はもとの回折角であり、 $\Delta\theta$ はピークのシフト量を示す。X線は侵入深さが浅いため、表面近傍のみの測定となる。そのため平面応力状態が仮定される。図4に並傾法の概念図を示す。図4に示すように試料法線方向から ψ だけ傾いた格子面のひずみを ε_ψ と表すと応力は次式で表される。

$$\sigma_x = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \frac{\partial(\varepsilon_\psi)}{\partial(\sin^2\psi)} \cdot \cot\theta_0 \cdot \frac{\pi}{180} \quad , \quad (3)$$

ψ を変化させ横軸を $\sin^2\psi$ として縦軸に 2θ をとり $2\theta - \sin^2\psi$ 線図を描くと直線の関係になる。このときの傾きを M とすると式(4)と表すことができる⁽²⁾。この傾き M から応力 σ_x を求めることができる。

$$\sigma_x = K \cdot M \quad , \quad (4)$$

$$M = \frac{\partial(\varepsilon_\psi)}{\partial(\sin^2\psi)} \quad , \quad K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot\theta_0 \cdot \frac{\pi}{180}$$

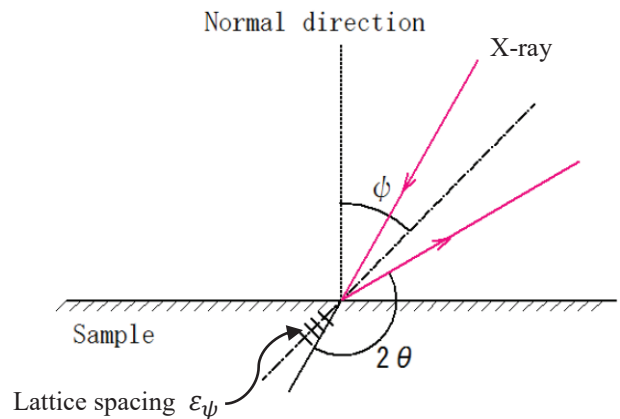


図4 並傾法の原理。

2.4 極点図 応力測定に先立ち、引張試験サンプルの集合組織の状態を確認するためサンプルの薄片を切り出し4軸ゴニオメータを用いて、極点図を測定した。極点図を描く方法を2次的に示した模式図を図5に示す。X線管球と計数管の角度をピークの生じる角度で固定する。その

状態で ϕ 角を変化させると対応した結晶粒から回折が起こる。これを3次的に試料を回転させながら回折強度を測定する。等方性材料であり、結晶状態がランダムであればどの角度でも等しい回折強度が得られる。それに対して集合組織が存在すると特定の試料回転角度で強い強度の回折線が得られることから、結晶状態を確認することができる。

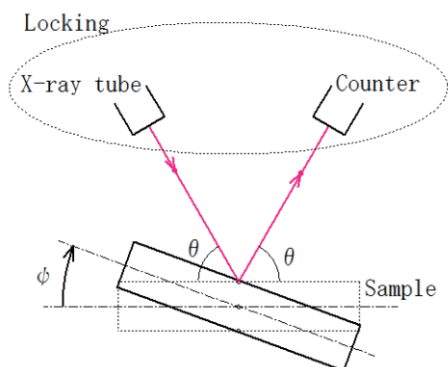


図5 極点図の模式図。

3. 超音波測定原理

3.1 音弾性 一般に弾性域は直線で表されることが多いが、実際には応力を負荷するにつれて弾性率が図6に示すように直線から変化しており非線形の関係になる。超音波の音速は弾性率によって変化するため、応力を負荷すると超音波の音速は変化する。この特性を音弾性という。一軸応力状態における負荷時応力と音速の関係を式(4)に示す。ここで ΔV は音速変化、 C は音弾性係数、 V_0 は無応力時の音速、 $\Delta\sigma$ は負荷応力を示す⁽³⁾。

$$\Delta V = C \cdot V_0 \cdot \Delta\sigma \quad (5)$$

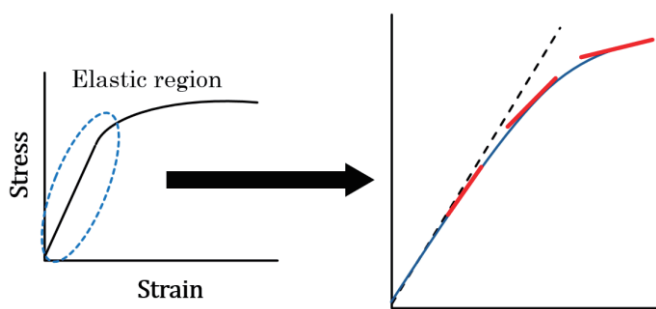


図6 弾性域における弾性率。

3.2 超音波速度の測定 本研究では板厚方向に振動し、引張方向に伝播するラム波と呼ばれる超音波モードを用いる。ラム波の信号強度を増すためには薄い板厚と低めの周波数が望ましいため、板厚は 0.5mm のアルミニウム、1MHz にピークを持つ探触子を用いて実験を行う。

負荷する応力に対する速度変化は微小なため測定には高い精度が要求される。図7に示されるカップラントと呼ばれる信号を効率よく試料に伝えるための接触媒体が探触子と試料の間に必要であり、受信探触子を走査すること

は難しい。そこで図7、図8に示すとおり探触子はそれぞれ試料に固定する。また、伝搬距離が長い方が微小な速度差でも到達時間に大きな差が生まれるため測定精度に余裕ができる。しかし長すぎると出力波形にノイズが多く含まれ、平均化処理した波形が時間軸上で揺れ、誤差が生まれやすい。そこで引張試験機を用いた長い標点距離(約320mm)で確認を行った後、短い標点距離(約80mm)の引張治具での実験へと移行した。

速度は送信探触子から波形が入力されて受信探触子を受信するまでの時間を用いて算出する。受信時間として図9に示す波形の立ち上がり前後の出力電圧が0となる点であるゼロクロスポイントを用いる。ここで使用する引張試験機は INSTRON 5565、引張治具は上述のものと同じもの。パルサーは OLYMPUS の 5072PR Pulser/Receiver を用いる。

応力を負荷し、音速を測定する手順を以下に示す。

- (1) あらかじめ無応力時の音速を測定しておく。手法は後の5.1で述べる。これを初期速度とする。
- (2) 探触子を取り付け、無応力状態で初期速度と受信時間から探触子間の距離を算出する。
- (3) 既知の応力を負荷し、探触子間の距離と受信時間からそれぞれの応力を負荷させたときの音速を算出する。ここで探触子を試料に固定しているため、応力を負荷した際の伸び分を考慮する必要がある。伸びは引張試験機の表示と計算による数値を比較した結果、ほとんど同じとなったため計算による数値を用いた。

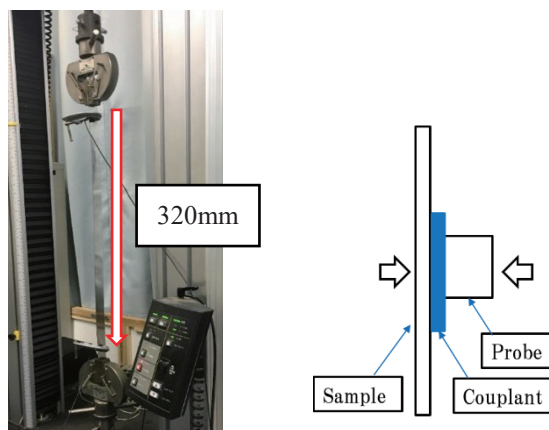


図7 引張試験機を用いた実験。

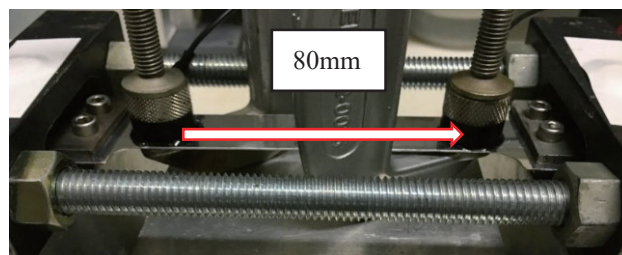


図8 引張治具を用いた実験。

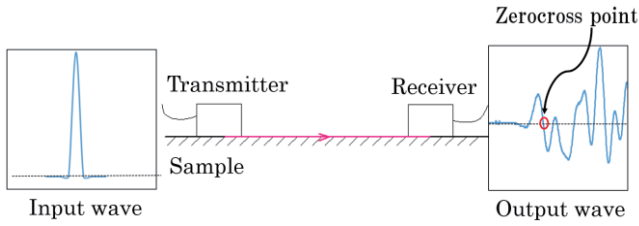
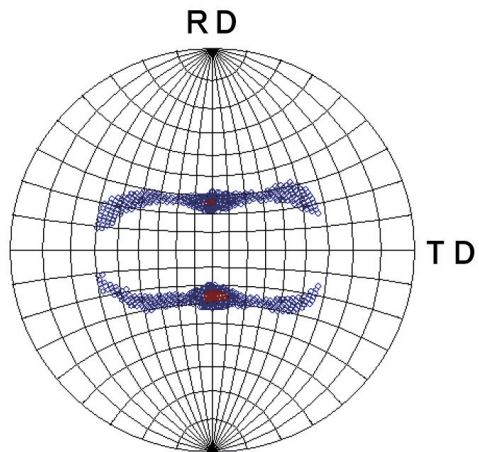


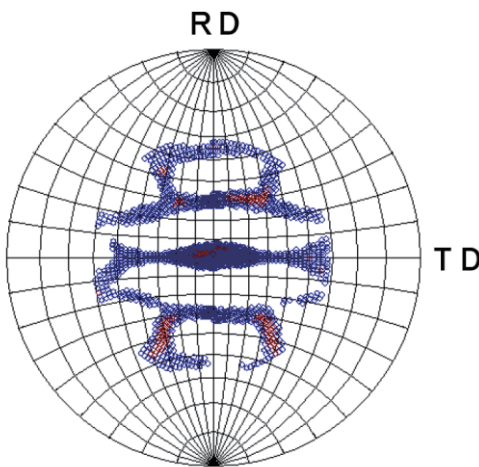
図9 音速測定の様式図.

4. X線測定の結果と考察

4.1 極点図の測定 X線を用いてアルミニウムの222面と311面における極点図を測定した. その結果をそれぞれ222面の極点図は図10-(a), 311面の極点図は図10-(b)に示す. 図中のウルフネットは10°間隔であり, 縦方向が試料の圧延方向(RD:Rolling Direction), 横方向が圧延直交方向(TD:Transverse Direction)である. 測定領域は±60°である. これらの結果より, この試料は強い集合組織を持っており sin²ψ法によるX線応力測定が極めて困難であることが確認された.



(a) 222面の極点図



(b) 311面の極点図

図10 試料の極点図

4.2 X線応力測定 X線応力測定を条件を表1に示す. 図10-(b)の測定結果より311面からの回折線が図中央のTD方向に広く分布していることに着目し, 引張試験片を図11に示すとおり引張方向を圧延直交方向として切り出す. 切り出した引張試験片を引張治具により0MPaから80MPaまで20MPaずつ応力を負荷してX線応力測定を行い, 回折線ピークを得た. 回折線ピークは非常に安定しており, 半価幅を用いてピークを決定して sin²ψ線図を描いた. それら全ての負荷応力における測定結果を図12に示す. 応力を負荷するごとに直線の傾きが増える傾向がみられる. また, それぞれの直線が一点で交わっていることより測定精度も良好であることが確認できる. これらの測定結果より, この試料の圧延直交方向に対してX線応力測定は可能であることがわかる.

表1 X線応力測定条件.

Target	Cr
Filter	V
X-ray Tube V and A	30kV, 6mA
ψ-Step	0.2
Sample and Diffraction plane	Al (3 1 1)
2θ angle	137°~143°
F.T.	5 sec.

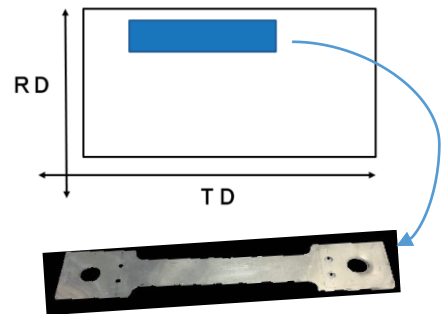


図11 試料の切り出し方向.

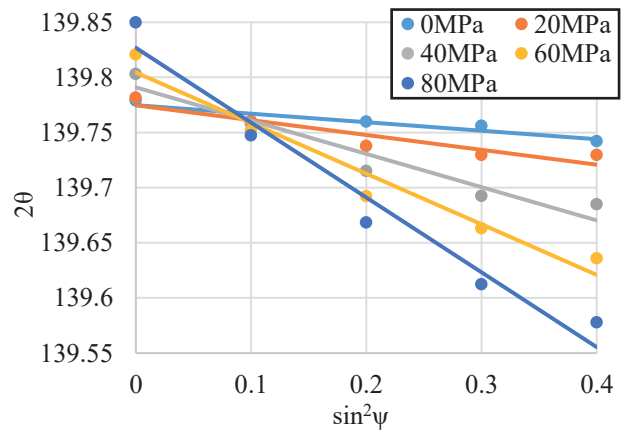


図12 圧延直交方向の sin²ψ線図.

一方、圧延方向を引張方向としたときの $\sin^2\psi$ 線図を図 13 に示す。これは応力を負荷していない状態の $\sin^2\psi$ 線図であり、一方が揺動なし、もう一方が ψ 軸、 χ 軸ともに $\pm 3^\circ$ の揺動を加えて得た結果である。このとき管球は $\text{CuK}\alpha$ 線を使用している。強い集合組織の影響をうけ、 $\sin^2\psi$ 線図が直線ではなくなっている。揺動を加えるとその誤差は小さくなるが結晶面がほとんどない角度では誤差が生じている。これらの結果から、この試料の圧延方向に対しては測定精度が悪くなると考えられる。

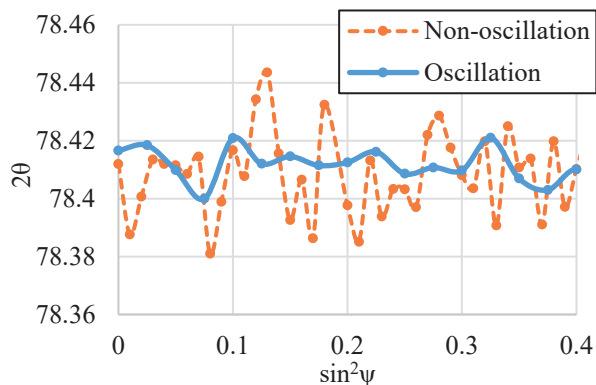


図 13 圧延直交方向の $\sin^2\psi$ 線図

5. 超音波測定の結果と考察

5.1 初期速度の測定

初期速度の測定方法は前章で述べた方法とは違い、受信探触子を移動させることにより求める。受信探触子の移動に伴う受信時間の変化を 0mm から 100mm まで 20mm ごとに測定を行い線形近似により速度を算出する。これを図 14 に示す一方 3 本の破線上の伝搬方向で測定を 3 回行った。それぞれの線ごとの違いはあまり見られなかったため、3 本全ての数値の平均を初期速度として扱う。その結果圧延方向の伝搬速度が 5478.5m/s 圧延直交方向の伝搬速度が 5475.5m/s となった。超音波顕微鏡を使い微小な測定領域で測定位置が少しでも変わると速度が大きく変化するという報告がある⁽⁴⁾。しかし今回、場所による大きな違いがなかったのは測定領域が広がったためと考えられる。

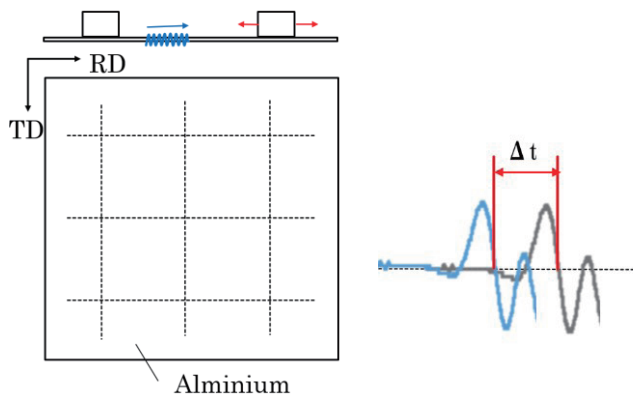


図 14 初期速度測定概念図。

5.2 応力による音速変化 引張方向を圧延方向と圧延直交方向とした引張試験片を切り出す。0MPa から 80MPa まで 20MPa ずつ応力を負荷し、2つの伝搬方向で音速を測定した結果を図 15 に示す。このときの伝搬速度は RD が約 320mm, TD が約 80mm である。図中に示されている赤い点は前節で述べた初期速度であり、圧延方向の伝搬速度が 5478.5m/s 圧延直交方向の伝搬速度が 5475.5m/s である。伝搬方向が違うことによる応力に対する速度の傾きはほとんど同じであり、初期速度の違いを基準とした平行な直線が得られた。

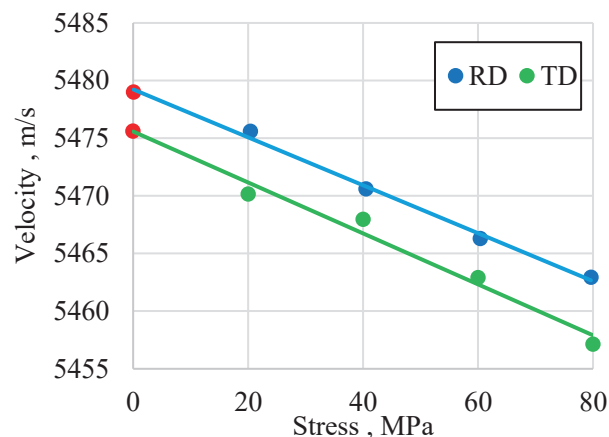


図 15 負荷応力による速度変化

6. 結論

- (1) 圧延されたアルミニウムは強い集合組織を持ち、X線応力測定を全方位に適用することはできない。しかし条件が整った状態であれば応力の絶対値を高精度に測定することができる。
- (2) 超音波は初期速度を求める必要があり、相対的な値の測定となってしまいが、異方性材料に対して応力測定ができる可能性を示唆した。直接接触による問題など様々な問題があるため測定の手法を改善する必要がある。

謝辞

本研究は JSPS 科研費 25420037 の助成を受けたものです。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- (1) B.D.CULLITY 著, 松村源太郎訳:「新版 X 線回折要論」, アグネ承風社, 第 2 章, 1975.
- (2) 早稲田嘉夫, 松原英一郎著:「X 線構造解析」, 内田老鶴圃, 第 4 章, 1998.
- (3) 福岡秀和, 戸田裕己, 平尾雅彦著:「音弾性の基礎と応用」, オーム社, PP.6-9, 1993.
- (4) 岡出元宏:「超音波顕微鏡の V(Z) 曲線を用いた非破壊材料特性評価に関する研究」, 名古屋工業大学学術機関リポジトリ, 1998.