2次元検出器を用いたニッケル基単結晶超合金のX線応力測定[†]

町屋 修太郎* 田中 啓介** 秋庭 義明***

X-Ray Stress Measurement of Nickel-Base Single Crystal Superalloy Using Two-Dimensional PSPC

by

Shutarou MACHIYA *, Keisuke TANAKA ** and Yoshiaki AKINIWA ***

The stress in a single crystal of nickel-base superalloy with 72% volume fraction of γ' -phase was measured by the X-ray method. The specimen whose surface normal was parallel to [001] direction was oscillated around ϕ -axis during recording of the X-ray diffraction pattern with a two-dimensional position sensitive proportional counter (PSPC). The stress was determined from the measured strain using the multiple regression method and the two-tilt method. The uniaxial stress was applied along [100] direction and the stresses were measured with the X-ray methods. The stress along [100] direction, σ_{11} , measured with the X-ray method increased proportionally to the applied uniaxial stress, and the measured stress was about 5% smaller than the applied stress. The other stress components, σ_{22} and σ_{12} , did not change with the applied stress. With respect to the machined surface, the residual stress was a compression of about 700MPa on the surface and abruptly decreased to zero at about 15 μ m beneath the surface. The increase in the full-width at half maximum was observed within the depth of about 15 μ m from the machined surface.

Key words : X-ray stress measurement, Single crystal, Nickel-base superalloy, Residual stress distribution, Full-width at half maximum

1 緒 言

近年、航空機や産業用ガスタービンのさらなる高性能化、高効率化の要求が高まっており、このためタービン入口温度を上昇させ、燃焼ガスの高温化が重要となる。現在の実用エンジンでは1673Kを超え、また開発エンジンである超音速輸送機コンバインドサイクルエンジンでは1973Kに達するため、タービンプレードには優れた耐熱材料が必要とされ、現在も結晶粒界を全てなくした単結晶合金が主にタービン高圧段の動静翼に実用化されている。¹⁾

これらの長期信頼性向上または長寿命化のためには、クリープ強度のみならず疲労強度も重要となる。この疲労強度に対しては残留応力の影響が大きいと予想される。また、熱応力のその場測定に対する要求もあるが、ニッケル(Ni)基単結晶超合金の応力測定法は確立されていず、²⁾評価法の開発が急務となっている。

X線応力測定法は、結晶質材料の残留応力を非破壊的に測定する手法として多結晶体に対しては、広く実用化されている。³⁾X線の侵入深さが浅いことを考慮して、平面応力状態を仮定すると、単結晶の応力成分は異なる3つ以上の方向のひずみを測定すれば、単結晶の弾性力学を使用して原理的に決定できる。このとき、ひずみの算出において無ひずみでの回折角が必要となるが、この高精度決定に単結晶の応力測定の困難さがある。田中ら⁴⁾

および栗田ら⁵⁾は、シリコン単結晶に対して特定の方位の場合に簡便に計測できる2点法を提案している。2点法は、複雑な回折系を必要としないで通常のX線応力測定装置で測定が可能である。一方、鈴木ら⁶⁾は、同型面($h^2+k^2+l^2$ の値が等しい面)の回折角の測定値をもとに、無ひずみの回折角の個別の測定を必要とせず、重回帰分析を用いた手法を提案し、検出器として一次元の位置敏感形検出器(PSPC)を用いて測定条件を検討した。また、田中ら⁷⁾によってこの手法に対して、0次元のシンチレーション検出器を使用したときの測定条件が提案された。

本研究では、Ni基単結晶超合金に対して、X線応力測定法として、重回帰分析による測定と2点法を適用した。また、検出器としては、2次元のPSPCを使用し、測定時の揺動条件などの検討をおこなった。まず、試験片に4点曲げを加え、負荷応力を測定することから応力測定の精度の検討を行った。ついで、この手法を用いて機械加工された単結晶の疲労試験片の平行部の表面下の残留応力分布を測定するとともに、回折線の半価幅の分布も測定し、表面下の加工層深さについて検討した。

2 単結晶のX線応力測定

2・1 重回帰分析による応力測定

Fig. 1に示すように、試料面法線方向を P_3 とする試験料座標系 P_i 、結晶座標系 X_i 、ひずみ測定をする回折面法

[†] 原稿受理 平成18年10月10日 Received Oct. 10, 2006 ©2007 The Society of Materials Science, Japan

* 正 会 員 日本原子力研究開発機構量子ビーム応用研究部門中性子産業利用技術研究ユニット 〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根, Japan Atomic Energy Agency, Naka-gun, Ibaraki, 319-1195

** 正 会 員 名城大学理工学部機械システム工学科 〒468-8502 名古屋市天白区塩釜口, Dept. of Mech. Eng., Meijo Univ., Tenpaku-ku, Nagoya, 468-8502

*** 正 会 員 名古屋大学大学院工学研究科機械理工学専攻 〒464-8603 名古屋市千種区不老町, Dept. of Mech. Sci. & Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

線方向を L_3 とする実験室座標系 L_i を考え、回折面法線の傾斜角 φ , ψ を定義する. 各座標間の変換行列を Fig. 2 に示す. X 線法では, L_3 方向の垂直ひずみを ε_{33}^L 測定する. ここで, 平面応力状態を仮定すると, ε_{33}^L と試料座標系での応力 σ_{ij} との間には次の関係がある.^{6), 7)}

$$\begin{aligned} \varepsilon_{33}^L = s_0 \{ & (\gamma_{31}^2 \pi_{11}^2 + \gamma_{32}^2 \pi_{12}^2 + \gamma_{33}^2 \pi_{13}^2) \sigma_{11} \\ & + 2(\gamma_{31}^2 \pi_{11} \pi_{12} + \gamma_{32}^2 \pi_{12} \pi_{22} + \gamma_{33}^2 \pi_{13} \pi_{23}) \sigma_{12} \\ & + (\gamma_{31}^2 \pi_{21}^2 + \gamma_{32}^2 \pi_{22}^2 + \gamma_{33}^2 \pi_{23}^2) \sigma_{22} \} + s_{12} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \\ & + \frac{1}{2} s_{44} (\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi) \sin^2 \varphi \end{aligned} \quad (1)$$

ここで, s_{ij} は立方晶のコンプライアンスであり, かつ

$$s_0 = s_{11} - s_{12} - s_{44}/2 \quad (2)$$

上式中の γ_{3i} は L_3 方向の結晶座標系 X_i に対する方向余弦であり, 回折面が hkl で表されると次式で表される.

$$\begin{aligned} \gamma_{31} &= \frac{h}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad \gamma_{32} = \frac{k}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \\ \gamma_{33} &= \frac{l}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \end{aligned} \quad (3)$$

また, 後述のように試料座標系での引張方向 P_1 を結晶座標系でのベクトルで表して $[\pi_{11}, \pi_{12}, \pi_{13}]$ で, 試験片表面の法線方向 P_3 は $[\pi_{31}, \pi_{32}, \pi_{33}]$ である. さらに, 回折面法線の傾斜角 φ と ψ は次式により求められる.

$$\tan \varphi = \frac{\omega_{32}}{\omega_{31}}, \quad \sin^2 \psi = \omega_{31}^2 + \omega_{32}^2 \quad (4)$$

$$\begin{aligned} \omega_{31} &= \gamma_{31} \pi_{11} + \gamma_{32} \pi_{12} + \gamma_{33} \pi_{13} \\ \omega_{32} &= \gamma_{31} \pi_{21} + \gamma_{32} \pi_{22} + \gamma_{33} \pi_{23} \end{aligned} \quad (5)$$

Fig. 1 Relation among three coordinate systems.

Fig. 2 Transformation matrix of coordinates.

実際の応力測定では, 複数の方向のひずみを測定するが, これを $\varepsilon_{33(n)}^L$ ($n=1, 2, 3 \dots$) として, 上式を書き直して

$$\varepsilon_{33(n)}^L = A_n \sigma_{11} + B_n \sigma_{12} + C_n \sigma_{22} \quad (6)$$

ただし,

$$\begin{aligned} A_n &= s_0 (\gamma_{31}^2 \pi_{11}^2 + \gamma_{32}^2 \pi_{12}^2 + \gamma_{33}^2 \pi_{13}^2) + s_{12} \\ &+ \frac{1}{2} s_{44} \cos^2 \varphi \sin^2 \psi \\ B_n &= 2s_0 (\gamma_{31}^2 \pi_{11} \pi_{21} + \gamma_{32}^2 \pi_{12} \pi_{22} + \gamma_{33}^2 \pi_{13} \pi_{23}) \\ &+ \frac{1}{2} s_{44} \sin^2 \varphi \sin^2 \psi \\ C_n &= s_0 (\gamma_{31}^2 \pi_{21}^2 + \gamma_{32}^2 \pi_{22}^2 + \gamma_{33}^2 \pi_{23}^2) + s_{12} \\ &+ \frac{1}{2} s_{44} \sin^2 \varphi \sin^2 \psi \end{aligned} \quad (7)$$

X 線応力測定では, ひずみは回折角の変化から測定される.

$$\varepsilon_{33(n)}^L = -\frac{1}{2} \cot \theta_0 (2\theta_n - 2\theta_0) \quad (8)$$

ここで, $2\theta_n$ は各回折面での回折角で, $2\theta_0$ は無応力状態の回折角である. なお, $2\theta_n$, $2\theta_0$ はラジアンで示されている. 式 (6), (8) より次式が得られる.

$$\begin{aligned} 2\theta_n &= -\frac{2\sigma_{11}}{\cot \theta_0} A_n - \frac{2\sigma_{12}}{\cot \theta_0} B_n - \frac{2\sigma_{22}}{\cot \theta_0} C_n + 2\theta_0 \\ &= \alpha_{11} A_n + \alpha_{12} B_n + \alpha_{22} C_n + 2\theta_0 \end{aligned} \quad (9)$$

応力 σ_{11} , σ_{12} , σ_{22} と α_{11} , α_{12} , α_{22} の関係は次式である.

$$\begin{aligned} \sigma_{11} &= -\frac{1}{2} \alpha_{11} \cot \theta_0, \quad \sigma_{12} = -\frac{1}{2} \alpha_{12} \cot \theta_0 \\ \sigma_{22} &= -\frac{1}{2} \alpha_{22} \cot \theta_0 \end{aligned} \quad (10)$$

上式が平面応力の単結晶の応力測定の基礎式であり, 4 つ以上の回折について回折角を測定すれば応力成分が決定される. 鈴木ら⁶⁾による重回帰分析では, $2\theta_n$ を目的変数, A_n , B_n , C_n を説明変数, α_{11} , α_{12} , α_{22} を偏重回帰係数, $2\theta_0$ を切片とし, 重回帰分析より得られた α_{11} , α_{12} , α_{22} より式 (10) から応力が決定される.

本実験では, 試験片の表面垂直方向が立方晶の $[001]$ 方向と一致する場合を対象とする. Fig. 3 のように試料法線 $[001]$ 方向を z 軸 (P_3 軸), また, 試料面内で $[100]$ を x 軸 (P_1 軸) に, $[010]$ 方向を y 軸 (P_2 軸) とする. x 軸方向の垂直応力を σ_{11} , y 軸方向の垂直応力を σ_{22} とし, せん断応力を σ_{12} とする.

Fig. 3 Single crystal specimen.

このときのステレオ投影を Fig. 4 に示す. 重回帰分析では 133, $\bar{1}33$, $\bar{3}13$, $3\bar{1}3$, $3\bar{3}1$ の 5 回折の組み合わせとした. 図には 5 つの回折面を示した. このときの ψ 角と ϕ 角の値は式 (4), (5) より求め, これらの値を Table 1 に示す.

2・2 2 点法による応力測定

本実験条件におけるステレオ投影 Fig. 4 において, (420) 面の同型面が, P_1 方向 ($\phi = 0^\circ$) に 2 点と, P_2 方向 ($\phi = 90^\circ$) に 2 点ある. この回折面を使用して応力を決定するのが 2 点法である.

Fig. 3 の OP 方向の垂直ひずみを ε_ψ とする. この値は, 式 (1) を用いて計算すると次式となる.

$$\varepsilon_\psi = \frac{s_{44} + 2s_0}{4} [(\sigma_{11} + \sigma_{22}) + (\sigma_{11} - \sigma_{22}) \cos 2\phi] \sin^2 \psi + \frac{s_{44}}{2} \sigma_{12} \sin 2\phi \sin^2 \psi + s_{12}(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (11)$$

2 点法で用いるのは (420) 面の同型面であり, $\phi = 0^\circ$ 方向と $\phi = 90^\circ$ 方向に対して, $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の傾きは

$$M_{\phi=0} = \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} = -(s_{44} + 2s_0) \sigma_{11} \tan \theta_0 \left(\frac{180}{\pi} \right) \quad (12)$$

$$M_{\phi=90} = \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} = -(s_{44} + 2s_0) \sigma_{22} \tan \theta_0 \left(\frac{180}{\pi} \right) \quad (13)$$

で表される. 上式より $\phi = 0^\circ$ および 90° 方向での測定結果各 2 点を結ぶ直線の勾配から, 垂直応力 σ_{11} および σ_{22} が決定できる. この測定法では, d_0 が必要ないため, 簡便かつ高精度な測定が可能である. 420 回折に対する ψ 角と ϕ 角の値を Table 2 に示す.

Fig. 4 Standard (001) stereographic projection.

Table 1 ϕ -angle and ψ -angle of 331 diffraction.

Diffraction plane	3 1 3	1 3 3	$\bar{1} 3 3$	$\bar{3} 1 3$	3 3 1
ϕ -angle, deg	18.44	71.57	108.44	161.57	44.75
ψ -angle, deg	46.51				76.74

Table 2 ϕ -angle and ψ -angle of 420 diffraction.

Diffraction plane	2 0 4	0 2 4	4 0 2	0 4 2
ϕ -angle, deg	0	90	0	90
ψ -angle, deg	26.57		63.44	

3 実験方法

3・1 材料および試験片

実験材料は Ni 基単結晶超合金である. 応力検定用の試験片は平板で, Fig. 3 に示したように試験片の法線が [001] 方向で P_3 方向とし, P_1 方向を [100] 方向, P_2 方向を [010] 方向となるように加工した. また, 平板試験片は電解研磨仕上げしており, 最終寸法は板幅 10mm, 板厚 1mm, 長さ 50mm である.

Ni 単結晶超合金は γ 相と γ' 相からなっており, γ' 相は立方体構造を有している. 走査型電子顕微鏡観察で求めた γ' 相の体積分率は 72% であった. また, 材料の密度は 8.84 g/cm^3 であった.

残留応力分布の測定は, 疲労試験あるいは引張試験用に製作した試験片の丸棒平行部であり, 直径 6.35mm で長さ 20mm の表面を機械加工仕上げした面について行った. 表面および表面下の残留応力分布を測定した.

3・2 X 線応力測定条件

測定に使用した X 線装置は, 2 次元の位置敏感形検出器を装備した X 線装置 (Bruker AXS 製 D8 DISCOVER with GADDS) である. 特性 X 線として Cu-K α 線を使用した. X 線条件を Table 3 に示す. この装置は横型のゴニオメータで, 光学中心から検出器までの距離は 150mm である. X 線はグラファイトモノクロメータを経た後, 直径 0.5mm のダブルピンホールを有するコリメータを用いて照射した. また, 回転ターゲットを搭載しているが, 測定試料が単結晶であり低い管電流 (20kV, 12mA) でも十分な回折強度が得られた. また, 後述のように γ 相のプロファイルは γ' 相とは明確には分離していないため, 一つの回折ピークとして取り扱った.

所定の ϕ と ψ 角 (Fig. 3 参照) に設定したのちに, 単結晶からのデバイ環上の回折を得るためには揺動が必要である. これは, 試験片の結晶方位にやや誤差があること, また X 線の装置に角度誤差があることから単結晶のひずみ測定では揺動による有効測定角度範囲の拡張が必要になるためである. ところで, この揺動として, 2 軸揺動が従来用いられてきたが,^{3)~6)} 本研究では, 2 次元検出器の特性を利用し, ゴニオメータの角 θ と ψ 角は固定して, 試験片の法線の回りの回転角 ϕ のみを目的のブラッグ条件を満たす点を含むように $\pm 3.0^\circ$ の揺動を行った. またこの場合, 回折角 2θ の変動は固定した θ 角にほとんど依存しなかった.

Table 3 X-ray condition for stress measurement.

Characteristic X-ray	Cu-K α
Tube voltage, kV	20
Tube current, mA	12
ϕ -oscillation angle, deg	± 3.0
ϕ -oscillation speed, deg/min	3.0
Collimator diameter, mm	0.3
Detector	2dimensional PSPC

この ϕ 角揺動では、揺動に伴って回折図形が逐次記録される。この記録された図形から、積算された回折強度のプロファイルを求めた。プロファイルはK α 1とK α 2に対応するPseudo-Voigt関数によるフィッティングを行い、K α 1のピーク位置を回折角として決定した。このようにして決定したピーク値から、後述の負荷応力の重回帰分析法による測定において求められた331面の無ひずみの回折角は $2\theta_0 = 139.05\text{deg}$ であり、これから格子定数を求めると格子面間隔は $a = 0.3584\text{nm}$ となる。この値は、Kuhnら⁷⁾が報告しているニッケル基単結晶SRR99の γ' 相の値に一致する。なお、SRR99の γ 相として、 $a = 0.3589\text{nm}$ が報告されてるが、このときの回折角は $2\theta_0 = 138.62\text{deg}$ であるがこの回折は後述 (Fig. 9 参照) のように検出されていない。また、格子面間隔は $a = 0.3584\text{nm}$ に対する420回折角は $2\theta_0 = 147.96\text{deg}$ である。

また、プロファイルの半価幅 (FWHM : full-width at half maximum) としては、K α 1に対応するPseudo-Voigt関数の値を採用した。

3・3 負荷応力および残留応力分布の測定

負荷応力の測定のために Fig. 5 に示す4点曲げ装置を作成して、4点曲げ応力を負荷し、引張り側のX線測定をおこなった。また、このときの外スパン40mm、内スパン20mmである。試験片の圧縮側の背面にひずみゲージを取り付け、各ひずみまで負荷してX線測定をおこなった。

残留応力測定条件は、丸棒試験片の側面で、X線によって、軸（これを仮に[001]方向とする）に垂直方向の、[100], [100], [$\bar{1}00$], [$0\bar{1}0$]の4方向をあらかじめ決定しておき、その方向を法線とする面について、残留応力測定をおこなった。つまり、4箇所での応力測定をおこなった。重回帰分析法では、軸方向の垂直応力 σ_{11} のほか、

Fig. 5 4-point bending jig.

σ_{22} , σ_{12} も測定した。また、2点法では σ_{11} および σ_{22} を測定した。

丸棒材の表面下の残留応力は、表面層を電解研磨により除去したのちX線応力測定を繰返すことから測定した。電解研磨液は5%過塩素酸-氷酢酸の溶液で、電圧20V、電流(約)0.1A、液温288Kの条件で行った。また、電解研磨除去量はマイクロメータで測定した。

4 実験結果および考察

4・1 X線応力と負荷応力の関係

Table 3 に示した条件で、 ϕ 角揺動して2次元PSPCで得られた回折パターン像とそれを周方向に積分することで得られたプロファイルを313回折について Fig. 6 に示す。回折図形は斑点状となり、測定中には ϕ 角の揺動とともに記録される様相が実時間で観察可能である。また、回折プロファイルは、図中の同心円弧で囲んだ領域を角度 θ が等しくなる線上を0.02deg区間ごとに積分することでプロファイルを得た。回折像図中に示す曲線の円周方向が χ 方向に相当し、2次元PSPCを用いることで0次元検出器や一次元検出器が必要であった χ 方向の揺動をすることなく同様の効果が得られる。このプロファイルはK α 1とK α 2の2重ピークが認められるが、 γ 相と γ' 相の回折は明確には分離していない。回折強度プロファイルに対して、K α 1とK α 2に対応した2つのPseudo-Voigt関数によるフィッティングを行い、求められるK α 1回折のピーク位置を求めた。

測定したひずみから応力を求めるときには単結晶の弾性定数 c_{ij} ないしはコンプライアンス s_{ij} が必要である。 γ 相と γ' 相の複合相のSRR99の値も報告されており、⁹⁾秋田ら²⁾はこの値を使用しているが、 γ 相と γ' 相の体積比

Fig. 6 Pattern and intensity profile of 313 diffraction.

率によって異なるものと考えられる. ここではこの点を考慮し, 弾性定数を以下のように決定した. Table 4 に Pollock と Argon¹⁰⁾ によって報告されている γ 相と γ' 相の室温での弾性定数をまとめる. ここで, A は異方性パラメータで ν はポアソン比で, 単結晶の弾性定数から次式で求めた.¹²⁾

$$A = \frac{2(s_{11} - s_{12})}{s_{44}} = \frac{2c_{44}}{(c_{11} - c_{12})} \quad (14)$$

$$\nu = \frac{-s_{12}}{s_{11}} = \frac{c_{12}}{(c_{11} + c_{12})} \quad (15)$$

次に, γ' 相の体積分率 72% を考慮して, Table 4 の単結晶の値を用いて γ 相と γ' 相が混合した多相材料の弾性定数を Yaguchi ら¹¹⁾ ように, Voigt モデルおよび Reuss モデルで求めた結果を表に示す. また, 両モデルによる値の平均値も示す. 両モデルによる差はほとんどない. ここで, 平均の弾性定数から, [100] 方向に一軸引張りしたときのヤング率 E を次式

$$E = \frac{1}{s_{11}} = \frac{(c_{11} - c_{12})(c_{11} + 2c_{12})}{c_{11} + c_{12}} \quad (16)$$

で求めると, γ 相では $E = 126\text{GPa}$, γ' 相では $E = 118\text{GPa}$, 平均値では $E = 120\text{GPa}$ となる. 一方, 本実験材料に対して [100] 方向への引張り試験から求めたヤング率は 3 回測定値の平均値で $E = 128\text{GPa}$ であり, γ 相, γ' 相の値よりやや大きい. ここで, 立方晶の異方性パラメータ A とポアソン比 ν が材料組織の影響をあまり受けないこと¹²⁾ を考慮して, 実験で求めたヤング率を使用し, かつ Table 4 に示す A と ν の平均値に等しくなるように, 他のコンプライアンス s_{12} , s_{44} を求めた. その結果を Table 5 にまとめる. 以下この値を使用して X 線測定ひずみから応力を求める.

各ひずみを負荷した状態で X 線測定を行った. Fig. 7 に 331 回折による重回帰分析法で測定した X 線応力と, ひずみゲージの出力にヤング率を掛けて求めた負荷応力との関係を示す. ここで, σ_{11} は軸方向応力, σ_{22} は円周方向の応力, σ_{12} はせん断応力である. また, このときの

Table 4 Elastic constants of single crystal of γ , γ' phase.

	c_{11} GPa	c_{12} GPa	c_{44} GPa	A	ν
γ -phase	243	152	127	3.10	0.385
γ' -phase	225	139	123	2.86	0.382
Voigt model	230.0	142.6	124.1	-	-
Reuss model	229.8	142.4	124.1	-	-
Average	229.9	142.5	124.1	2.840	0.3827

Table 5 Elastic constants of single crystal of $V_{\gamma'} = 0.72$.

c_{11} GPa	c_{12} GPa	c_{44} GPa	s_{11} 1/TPa	s_{12} 1/TPa	s_{44} 1/TPa	A	ν
245.5	152.2	132.4	7.758	-2.969	7.554	2.840	0.3827

Fig. 7 Change of X-ray stress with applied stress, 331 diffraction.

無ひずみの回折角は $2\theta_0 = 139.05\text{deg}$ でほぼ一定であった. 図において σ_{11} (MPa) と負荷応力 σ_A (MPa) は線形で, 次式の関係にある.

$$\sigma_{11} = -32.1 + 0.950\sigma_A \quad (17)$$

また, σ_{22} と σ_{12} の負荷応力に対する変化は小さい.

一方, 2 点法で求めた結果を Fig. 8 に示す. σ_{22} はほぼ 0 である. また, σ_{11} は負荷ひずみ σ_A に対して直線的に増大し次式が成立する.

$$\sigma_{11} = -20.9 + 0.953\sigma_A \quad (18)$$

残留応力は重回帰分析法で -32.1MPa で, 2 点法で -20.9MPa 前者がやや大きい. また, 式 (17) と (18) の傾きはいずれも 0.95 でほとんど差がないが, 負荷応力と比較して 5% ほど低い. つまり X 線測定した応力

Fig. 8 Change of X-ray stress with applied stress, 420 diffraction.

はマクロ応力より5%ほど低い。このことは、X線では主に γ' 相のひずみを測定しているためであると考えられる。Table 4に示したように γ' 相の弾性定数は γ 相のより小さく、 γ' 相の応力がマクロな応力より低くなり、 γ 相の応力が高くなっているものと考えられる。今後の詳細なX線測定には、シンクロトロンからの放射光単色線を利用した高精度 γ 相と γ' 相の分離測定とともに、 γ' 相の体積分率が異なった場合の検討が必要である。

4・2 回折線プロファイルと半価幅分布

疲労試験片のゲージ部直径6.35mmの表面を電解研磨して、X線応力測定を繰返した。試験片の軸方向が[001]であるので、それに垂直な[100]方向の正負方向の2方向に垂直な面に対して、Table 1の重回帰分析法およびTable 2の2点法の測定をおこなった。この場合の回折プロファイルの例を、313回折についてはFig. 9に、204回折についてFig. 10に示す。図より分かるように表面からの回折は半価幅が広がっており、除去量が多くなるにつれて $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ の回折プロファイルが明確に分離されシャープになっていくのがわかる。

ここで、回折プロファイルを、 $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ の回折プロファイルが混合したPseudo-Voigt関数で近似した。ついで、

$K\alpha_1$ に対応するPseudo-Voigt関数の半価幅 (FWHM : full-width at half maximum) を求めた。

一方、X線の侵入深さは線吸収係数を μ として、側傾法の侵入深さは次式で与えられる。

$$T = \frac{\sin \theta \cdot \cos \psi}{2\mu} \quad (19)$$

ニッケル基超合金の組成からCu- $K\alpha$ 線による線吸収係数 $\mu = 809\text{cm}^{-1}$ を使用して、 $\sin^2\psi$ との関係性を求めた。420回折で $\psi = 26.57^\circ$ では $5.3\mu\text{m}$ 、 $\psi = 63.44^\circ$ では $2.6\mu\text{m}$ となる。一方、331回折では、 $\psi = 46.51^\circ$ では $3.9\mu\text{m}$ 、 $\psi = 76.74^\circ$ では $1.3\mu\text{m}$ となる。平均では、420回折では $4.0\mu\text{m}$ 、331回折では $2.7\mu\text{m}$ であり、侵入深さは331回折の方が小さくなる。

Fig. 11は、プロファイルの半価幅の表面下の分布を示す。ここで、半価幅は電解研磨量とX線侵入深さを加えた位置にプロットした。半価幅は表面から約 $15\mu\text{m}$ の領域まで大きくなっており、それ以上ではほぼ一定の小さい値となる。

4・3 残留応力分布

機械加工面下の残留応力分布はTable 5に示した弾性定数を使用して重回帰分析法と2点法で測定した。まず、

Fig. 9 313 diffraction profiles taken at various depths.

Fig. 10 204 diffraction profiles taken at various depths.

Table 6 Residual stress measured by X-rays.

	420 diffraction σ_{11} (MPa)	420 diffraction σ_{22} (MPa)	331 diffraction σ_{11} (MPa)	331 diffraction σ_{22} (MPa)
Electropolished surface	-21.4	-30.8	-21.4	-33.1
#400 polished surface	-330	-264	-591	-535

Fig. 11 Relation between FWHM and depth from the surface.

Fig. 12 Distribution of residual stress below the surface.

電解研磨前の機械加工面に対する測定応力は、重回帰分析では 600 から 700MPa 程度の圧縮であるのに対して、2 点法では 300 から 500MPa の圧縮となった。この差の原因として、試料が丸棒で曲率を有していることが誤差を引き起こしている可能性がある。そこで、応力検定用の平板の一部を 400 番のエメリー紙で表面研磨した。その後 2 点法 (420 回折) と重回帰分析法 (331 回折) で残留応力測定し、その結果を Table 6 に示す。この場合も残留応力は圧縮であり、後者の測定値は前者の測定値の 2 倍程度の値となっている。したがって、残留応力値の差は侵入深さに起因するものと考えられる。つまり 331 回折では、応力勾配が大きい表面近傍の重みが強くなり、420 回折に比べ大きな圧縮残留応力が測定されたものと理解される。

Fig. 12 には、重回帰分析法と 2 点法により求めた残留応力分布の結果を示す。ここでも電解研磨量と平均の X 線侵入深さを加えた位置にデータをプロットした。残留応力は深さが 15μm 程度で減衰し、0 となっている。なお、420 回折と 331 回折の結果で 7μm 付近で値が一致しないのは、表面近傍に応力の急勾配があり、侵入深さの平均値では重みを考慮していないため誤差が大きくなるためであると考えられる。

5 結 言

本研究では、Ni 基単結晶合金に対して 2 次元 PSPC を用い、重回帰分析と 2 点法を適用し応力測定を行った。得られた結果をまとめると次のようになる。

(1) 単結晶の X 線応力測定で 2 次元検出器を用いた場合、揺動は ϕ 軸のみの 1 軸の揺動で、十分な精度でひずみの測定が可能である。

(2) 機械的に 4 点曲げ荷したひずみから重回帰分析法および 2 点法で測定した負荷方向の X 線測定応力値は、負荷応力とともに線形的に増大する。X 線測定応力は負荷応力より 5% 程度低い。

(3) 試験片の機械加工面の半価幅は、表面から 15μm 程度の深さまで増大しており、半価幅分布から加工層の深さを評価することが出来る。

(4) 加工面に対して 331 回折を用いる重回帰分析法で求めた圧縮残留応力は、420 回折を利用した 2 点法による圧縮残留応力値の 2 倍近くであり、X 線の侵入深さが後者で深いことに起因する。

(5) 試験片の加工表面では、最大 700MPa 程度の圧縮残留応力を有しており、内部で急激に減少して、表面から約 15μm 内部ではほぼ 0 となる。

参 考 文 献

- 1) Y. Yoshioka, H. Doi, J. Takeda, K. Namba, I. Okada, K. Take and T. Ito, "Materials technology of heavy-duty gas turbine", *Journal of Gas Turbine Society, Japan*, Vol.32, No.3, pp.130-173 (2004).
- 2) K. Akita, T. Miyakawa, K. Kakehi, H. Misawa and S. Kodama, "X-ray stress measurement of nickel-base super alloy single crystal", *Proceedings of the 33th Symposium on X-Ray Studies on Mechanical Behavior of Materials*, Society of Materials Science, Japan, pp.119-122 (1997).
- 3) K. Tanaka, K. Suzuki and Y. Akiniwa, "Evaluation of Residual Stresses by X-ray Diffraction", pp.90-252 (2006) Yokendo, Tokyo.
- 4) K. Tanaka, Y. Akiniwa, K. Mizuno and K. Shirakihara, "A method of X-ray stress measurement of silicon single crystal", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.52, No.10, pp.1237-1244 (2003).
- 5) Y. Saito, M. Kurita and Y. Sawaguchi, "X-ray residual stress measurement of silicon single crystal", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.69, No.686, pp.1482-1489 (2003).
- 6) H. Suzuki, K. Akita and H. Misawa, "X-ray Stress Measurement method for single crystal with unknown stress-free lattice parameter", *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol.42, Part 1, No.5A, pp.2876-2880 (2003).
- 7) K. Tanaka, K. Mizuno, S. Machiya and Y. Akiniwa, "X-ray stress measurement of silicon single crystal using multiple regression analysis", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.72, No.717, pp.765-771 (2006).
- 8) H.-A. Kuhn, H. Biermann, T. Ungar and H. Mugrabi, "An X-ray study of creep-deformation induced changes of the lattice mismatch in the γ' -hardened monocrystalline nickel-base superalloy SRR 99", *Acta metallurgica et materials*, Vol.39, No.11, pp.2783-2794 (1991).
- 9) H.-A. Kuhn and H. G. Sockel, "Contributions of the different phases of two nickel-base superalloys to the elastic behaviour in a wide temperature range", *physica status solidi, (a)*, Vol.119, pp.93-105 (1990).
- 10) T. M. Pollock and A. S. Argon, "Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates", *Acta metallurgica et materials*, Vol.42, No.6, pp.1859-1874 (1994).
- 11) M. Yaguchi and E. P. Busso, "On the accuracy of self-consistent elasticity formulations for directionally solidified polycrystal aggregates", *International Journal of Solids and Structures*, Vol.42, No.3-4, pp.1073-1089 (2005).
- 12) H. M. Ledbetter, "Predicted single-crystal elastic constants of stainless-steel 316", *British Journal of NDT*, Vol.23, pp.286-287 (1981).