X線残留応力測定に及ぼす試料表面の影響*

本山盛太郎** 榎並豊一郎*** 堀 沢 寛** 加藤紀久雄**

The Influence of the Specimen Surface on the Measurement of Residual Stress by X-Rays

by

Moritaro MOTOYAMA, Toyochiro ENAMI, Hiroshi HORIZAWA
and Kikuo KATO

(Engineering Laboratory, Nissan Motor Co., Ltd., Yokosuka)

It is a recent remarkable tendency that the method of X-ray stress measurement by means of X-rays has come to be widely utilized in many laboratories. It is also a fact, however, that some experimenters concerned with this measurement have still some doubts about its accuracy.

The results of the experiments carried out in our laboratory, as was reported last year in the special issue of this society pertaining to the measurement of stress by X-rays, showed a high accuracy in the measurement. This high accuracy is considered to have been established as a result of the confirmation that the condition of the specimen surface has an important effect on the accuracy in the measurement of stress by X-rays, which was obtained through a number of investigations in our laboratory.

Some literature concerning the measurement of stress by X-rays, however, treat the influence of the surface condition lightly. Accordingly, in order to make this point clear, experiments were carried out using the specimens with various surface conditions. As a result, it was found that the stress measured in the specimens with fine surfaces is in good agreement with the load stress, while that of the specimens with rough surfaces show discrepancies. Besides, as regards the residual stress, the measured values of the specimens with fine surfaces were found to be larger than those of the specimens with rough surfaces. The difference between both the measured values became larger as residual stress increased.

The reason why the measured values show differences according to the conditions of the specimen surface might be ascribed to the circumstance that they may have some connection with the depth of penetration of X-rays. In case the specimen surface is rough, the real stress value may not be obtained for the shallow penetration of X-rays, because the stress in the projected area is relieved. Therefore, the specimen surface must always be flat and smooth. However most specimens in our use are far from satisfying this condition. Consequently, polishing method is used to obtain a smooth surface, but in the course of polishing stress is introduced, resulting in the shift of the true stress value. In order to eliminate this stress in processing, etching methods by means of chemicals such as hydrochloric or nitric acid have been employed so far. Experiments, however, have shown no good results on the chemically etched surfaces.

In our laboratory, therefore, taking the flatness of the specimen surface after the removal of stress in processing into consideration, electrolytic polishing method has been adopted, as was reported in the special issue of this society concerning the measurement of stress by X-rays. Besides, an electrolytic polishing apparatus was manufactured which is capable of eliminating the stress in processing in any specimen in a short time and which is used in our laboratory.

This report contains the results obtained for the case in which Cr-K α rays were employed as characteristic X-rays. If Co-K α rays with a different penetration depth from that of Cr-K α rays were used, the results might be somewhat different from this report. But it remains a

* 原稿受付 昭和38年9月4日, 当学会第2回X線応力測定シンポジウムにて講演(昭38.7)

** 日産自動車株式会社研究所

*** 正員 日産自動車株式会社研究所

common requirement that the specimen surface should be flat and smooth. As regards the relation between the roughness of the specimen surface and the measured value for the case of Co-K α rays, the authors will further their researches and await another opportunity to report the result.

(Received Sep. 4, 1963)

1. ま え が き

最近、X線による残留応力測定法が各所において注目されているが、一部にはいまだに本方法の精度を疑問視しているところもある。しかし、当所での測定精度は昨年の本会誌特集号に記したように信頼度の高い結果が得られている。それは当所においては多くの実験の結果、試料表面状態が本方法の測定精度に直接関係のあることが究明できたからである。しかし、本方法に関する文献の中には、試料表面状態を軽視するものもある。

よってこの点をさらに明らかにするため、表題に基づき実験を行ない一応の結論が得られたので報告する。

2. 測 定 条 件

装置 写真法X線応力測定装置

特性X線 CrK α 線

管電圧 40 KVP

管電流 8~12 mA

応力解析方法 Schaal の方法による 45° 背面反射法 (詳細は昨年の本会誌, X線応力測定特集号を参照)

3. 実 験 1

Fig. 1 に示す形状の試料を, Table 1 のような表面状態にし, 電気抵抗線ひずみ計 (以下ひずみ計と略す) の gage を試料面に接着し, Photo. 1 に示すように試料に外力をあたえ, その際の負荷応力と本方法で得られた測定値との比較を行なった。X線の照射方向は試料の研磨方向に対して直角にあててことを原則として, 試料表面状態 (b), (c), (d), (e) の4種については平行にX線を照射することも合せて実験を行な

Fig. 1 Specimen

Table 1 Several surface treatments

A	Polishing by emery paper # 320
B	" " # 100
C	" " # 60
D	Filing (Second cut)
E	" (Bastard)
F	Shot peening
G	Chemical etching (Etched with 15% nitric acid solution for five minutes)
H	Electrolytic polishing

った, すなわち前者は試料の長手方向に対し直角に表面処理を行ない, 後者は試料の長手方向に表面処理を行なったものである。実験結果は Fig. 2~Fig. 3 に示す。また Photo. 2 に試料表面拡大写真 (10 倍) を示し, Photo. 3 に試料表面のあらさ測定結果を示した。なお, 本実験に使用した試料の化学成分, 試料の履歴, および試料の硬度を Table. 2 に示す, Fig. 3~4 の結果をまとめてみると Fig. 4 のとおりである。すなわち, 各負荷応力と測定値との差をまとめたものであ

Photo. 1 Apparatus for loading

Fig. 2 Influence of the roughness of the specimen surface on the X-ray stress

* (X-ray being applied to the specimen in the polishing direction)

る。また、あらさとの関係を各負荷応力ごとに Fig. 5 に図示してみた。以上の結果から本実験を考察すると、研磨紙 #320 および、電解研磨による表面状態の試料は負荷応力と本方法による測定値は良く一致している。研磨紙 #100 より逐次あらさが荒れて行くにしたがい、本方法による測定値は負荷応力に対し低い値となり、負荷応力が高くなるにしたがい、その差は大

Photo. 2 Roughness of specimen surface $\times 10$

Table 2 Chemical composition, heat treatment and hardness of specimen

Chemical composition (%)								
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	P	S	Cu
0.40	0.18	0.67	0.08	1.10	0.19	0.03	0.03	0.15
Heat treatment					Hardness			
850°C/2h O.Q. $\rightarrow$ 100°C/5h F.C.					HRC 30			

きくなる傾向がある。また、X線を研磨方向に照射したとき、あらさの荒い中目鋸、荒目鋸で研磨した試料は、研磨方向に対し直角に照射したときよりも負荷応力との差は少なく、かつ負荷応力が大きくなるにした

Fig. 3 Influence of the roughness of the specimen surface on the X-ray stress

* (X-ray being applied to the specimen in the polishing direction)

Fig. 4 Difference between applied stress and X-ray stress vs. applied stress

がい、研磨方向に対し直角に照射した測定値との差は大きくなることがわかった。なお、研磨紙 #100, #60 で研磨した試料については、X線を研磨方向に直角および平行に照射しても顕著なる差は得られなかった。

(I) 実験2

前項の実験は各種表面状態の試料に外力を与え、本方法の測定値とひずみ計により得られる負荷応力との比較を行ない、あらさとの関係を調べたものであるが、本実験では各処理を施した試料自体の表面残留応力を測定し、あらさとの関係を調べてみた。すなわち前項の実験と同じ表面処理を施した試料に熱処理を行ない、熱処理により発生した残留応力を測定し、あらさとの関係を調べたものである。試料の化学成分は Table 3

に示すような S~40C 材で、試料形状は Fig. 6 に示すように表面を軸方向に 5 mm 幅の平面を作り、その面に Table 1 に示したような表面状態に処理した、処理後、 10^{-4} Hg 程度の真空中で 650°C 、2 時間加熱後炉冷し、試料の作製により生じた残留応力を除去した。真空焼きなまし後高周波焼入を行なった。高周波焼入の条件を Table 4 に示す。なお、Fig. 6 に示し

Table 3 Chemical composition of material KC-45 (%)

C	Si	Mn	Ni	Cr	P	S
0.45	0.27	0.68	0.08	0.02	0.028	0.021

Emery paper #320 0.044 μ hcLA ($\times 5\,000$, $\times 20$)

Emery paper #100 0.44 μ hcLA ($\times 5\,000$, $\times 20$)

Emery paper #60 0.7~0.8 μ hcLA ($\times 5\,000$, $\times 20$)

Electrolytic polishing 0.10~0.11 μ hcLA ($\times 5\,000$, $\times 20$)

Second cut 3.1 μ hcLA ($\times 1\,000$, $\times 20$)

Bastard 4.5 μ hcLA ($\times 1\,000$, $\times 20$)

Shot peenig 4.0 μ hcLA ($\times 1\,000$, $\times 20$)

Chemical etching 3.2 μ hcLA ($\times 1\,000$, $\times 30$)

Photo. 3 Roughness curve

たように試料表面の2つの平面をそれぞれ異なる表面状態にした。その表面状態も次に示するように Contrast のあるような組み合わせにした。

- a) 片面に研磨紙 #320 と他面に Shotpeening
- b) 片面に電解研 6 と他面に化学腐食

Fig. 5 Difference between applied stress and X-ray stress vs. roughness

x—X-ray being applied to the specimen in the polishing direction

Fig. 6 Specimen

Table 4 Heat treatment for induction hardening

Heat method	Fixing type
Frequency	430 kC
Plate voltage	1.2 kV
Plate current	4 A
Loading power	48 kW
Grid current	0.7 A
Heating time	3.7 Sec
Hardening depth	1.0 mm
Hardness (HRC)	63~64

c) 片面に研磨紙 #100 と他面に荒目鑢

d) 片面に研磨紙 #60 と他面に中目鑢

上記4処理はX線を試料の研磨方向に直角に照射するため、試料の長手方向に対し直角に処理したが、実験1と同じく、X線を試料の研磨方向に照射するため、試料の長手方向に対し平行に処理を行ない、次の組み合わせも行なった。

e) 片面に研磨紙 #100 と他面に中目鑢

f) 片面に研磨紙 #60 と他面に荒目鑢

測定は下記の3項について試料の中心部を測定点とし、すべて試料の長手方向の残留応力を測定した。

測定1) 高周波焼入前、すなわち真空焼きなまし後の測定

測定2) 高周波焼入後の測定

測定3) 高周波焼入後、200°C、2時間真空焼もどし後の測定

その結果を Table 5 に示す。試料表面状態 *印はX線を研磨方向に照射した場合を示す。なお、Fig. 7 は Table 5 の結果を図示せるものである。

以上の結果より本実験を考察するに、実験1の結果と同様に試料自体の残留応力も試料表面のあらさが荒れている試料は細かい試料よりも低い値を示し、残留応力値が増加するほどその差は著しくなる。すなわち Table 5 および Fig. 7 に示すように、高周波焼入のままの測定結果では、最大値と最小値の差は約 60 kg/mm² で、200°C 焼きもどしを行なった試料の測定結果では最大、最小値の差は約 30 kg/mm² となる。また、X線の照射方向と研磨方向との関係も実験1で考察したと同様な結果が得られている。

Fig. 7 Residual stress vs. roughness

x—X-ray being applied to the specimen in the polishing direction

4. 結 論

X線による残留応力測定に際して、試料の表面状態がいかに影響するかは実験1, 2の結果より了解されたと思う。試料表面のあらさが細かい試料の測定値は負荷応力と一致するが、荒い試料の測定値は一致しない、また、残留応力についても試料表面のあらさが細かい試料の測定値は、荒い試料の測定値よりも大きい測定値を示し、その差も残留応力が増加するほど大きくなる。このように試料表面のあらさによって測定値が異なる理由は、X線が試料に滲透する深さに関係すると思われる。Fig. 8に示すように試料表面が荒れている場合、凸部の応力は解放状態となるためX線の滲透深さにより解放を受けている部分の回折は得られない。

また、X線の照射が試料面に対して傾斜している、45°法の場合には、図示するように凸部以外の部分はX線が照射されて回折がおきても、回折線は試料によって吸収されてしまうことになり、誤差の大きくなる原因となる。加工方向に平行に照射した場合にはFig. 8に示してある吸収の影響は少なく、従って誤差は小さい。また、X線の入射角が垂直に近ければ誤差は小さくなる。しかし、試料表面は常に平滑であることが測定精度の上から望ましいと判断する。しかし、被測定物はわれわれの希望するように平滑な面が少ないの

が普通である。平滑な面にするために Grinder, および、研磨紙で平滑にする必要がある。この場合、測定面には平滑にするための加工応力が生じ、平滑にただけで測定を行なえば、被測定物の正しい残留応力値は得られない。よって、加工応力を除去する必要がある。この点に関する文献の抜萃を記してみると、「切削加工を行なうと表面から0.1mmほどの範囲まで結晶に乱れが生ずるので、10%位の硝酸に浸してこの部分を溶し去る。また、他の文献には、「ほこりや錆があれば削りとらなくてはならない。それから、その表面は腐食による凹凸を除くために、細い研磨紙で軽く研磨し、再び軽く腐食する。表面の凹凸は絶対に除かなくてはならない」前者の文献では表面の加工応力を除去することはできるが、あらさの影響を考慮しておらず、この方法を採用することは測定精度上不適當である。当所においても以前はこの文献にしたがい、試料表面の調整を行なっていたが、測定値に自信がもてなかった。後者の文献は試料表面の加工応力の除去とあらさについても記されており、最近この方法が広く使用されているが、感による操作が含まれているので、理想的な試料の調整法とは云えない。よって、当所においては昨年の本会誌の特集号でも記したように試料表面の加工応力除去処理後の平滑度を考慮して、電解研磨による方法を採用し、推奨している所以であ

Table 5 Measured values

Specimen	Roughness hCLA (μ)	Measurement (1) (kg/mm^2)	Measurement (2) (kg/mm^2)	Measurement (3) (kg/mm^2)
Emery paper				
# 320	0.044	-2.1	-135.0	-69.8
" # 100	0.44	+3.0	-127.0	-67.6
" # 100	0.44	+4.4	-135.4	-67.4
" # 60	0.7~0.8	0	-111.0	-62.4
" # 60*	0.7~0.8	+3.4	-133.5	-61.1
File (Second cut)	3.1	+0.7	-83.6	-54.5
" *	3.1	-1.5	-128.6	-69.2
File (Bastard)	4.5	-1.4	-95.0	-49.4
" *	4.5	-2.6	-129.8	-68.7
Shot Peening	4.0	+1.4	-91.1	-48.2
Chemical etching	3.1	+0.1	-88.5	-43.2
Electrolytic polishing	0.1~0.11	+5.6	-140.0	-69.5

* X-ray being applied to the specimen in the direction of polishing

Fig. 8 Diffraction from rough surface

Fig. 9 Principle of polishing head of movipole

る。また電解研磨により、加工応力除去の装置は研磨速度も早く、どのような場所でも研磨できる。Denmark Struers Lad, の Movipol の方式を採用した。すなわち、Fig. 9 に原理図を示すが、図番 6 が試料で Anode となり、電解液は図番 2 の Inlet tube より矢印の方向に試料面へたあり、図番 1 の Outlet tube より矢印の方向に電解液は排出される。この場合、Kathod は図番 4 の位置にあつて、形状は下図のようになつて、電解液が良く、攪拌され試料面へ、均一にあたるようになっている。また、電解液は図番 3 の flexible plastic ring により、必要箇所以外が研磨されるのを防ぐため、flexible plastic ring 内が真空になって始めて、流出されるようになっている。この方法の研磨速度は 30μ を約 30 秒で研磨することができる。なお、当所においては研磨量を特別注文の装置により測定を行なっている。Fig. 10 にその例を示す。

full scale 100μ であるので 25μ の研磨量を示している。

以上の結論は、特性 X 線に $\text{CrK}\alpha$ 線を使用した場合であつて、X 線の浸透深さの異なる $\text{CoK}\alpha$ 線を使用するとこの結論は多少かわると思われるが、試料表面の平滑度を望むことは変わらないが、この点は次の機会までに究明し報告する所存である。

Fig. 10 Depth of electrolytic polishing

(881 頁より)

Si 鋼の塑性変形後の残留応力と磁気損失 (Residual Stress After Plastic Elongation and Magnetic Losses in Silicon Steel) B.D. Cullity, Trans. AIME, Vol. 227, p. 356/358 (1963)

金属に引張塑性変形を与えると圧縮の残留応力の生じることが X 線測定によって知られている。一方、引張変形を与えたときの Si 鋼の磁気損失を測定すると、引張応力が弾性限を越えないときは損失は変化しないが、弾性限を越えた場合はその後応力を除去していったとき、除去の終り付近で磁気損失が急激に増加する。このことは、Si 鋼が圧縮の応力を受けると磁気損失が増大するという性質をもつことを考え合わせると、X 線測定による結果と一致する。

X 線の peak shift と磁気損失は共に volume effect であることから考えて、物質内ではほぼ一様な圧縮の残留応力をもつ大きな volume と、大きな引張応力をもつ小さな volume が周期的に存在してつり合っている model を提案した。実際には、電子顕微鏡による直接観察によって塑性変形に伴って subgrain が形成されることが見出されていることを考え合わせると、一様に圧縮されているのが subgrain 自身で、大きな引張応力を生じているのが subgrain wall であるかも知れないと述べている。(阿部武治)

アルカリハライドの X 線回折線幅の広がり (X-ray Line Broadening in the Alkali Halides) D. Lewis and H. Pearson, Nature Vol. 196, p. 162~164 (Oct. 1962)

多結晶金属で冷間加工の影響を調べるためにもちいられている X 線の回折線の広がりを解析して、粒子寸法、積み重ね不整、内部ひずみ等を求める方法を面心立方構造をもつ三種のアルカリ・ハライド、NaCl, KBr, NaF に適用した。

充分なひずみを与えるため、乳鉢で粉碎した結晶と、それを十分に焼鈍したものについて比較し、回折線の幅の反射角度依存性から、ひずみおよび応力値として表 1 のような結果が得られた。

粒子寸法は線幅のみからは決定できなかったが、Warren and Averbach の Fourier 級数法によって約 $1000\text{ \AA}$ と決定された。また積み重ね不整によるピークのずれは認められなかった。

表 1

	方向	[100]	[110]	[111]
ひずみ	NaCl	0.0022	0.0025	0.0025
	KBr	0.0024	0.0027	0.0030
	NaF	0.0034	0.0037	0.0038
応力 ($\times 10^{-8}\text{dyne/cm}^2$)	NaCl	9.0~9.4	8.6	7.9~8.0
	KBr	5.9~7.7	4.4~8.4	4.2~10.0

(田丸武好)