X線応力測定法の基礎と最近の発展
2. ミクロ応力とマクロ応力[†]

田 中 啓 介* 秋 庭 義 明*

The Fundamental Principles and Techniques of X-Ray Stress Measurement
and Current Developments in the Field
II : Microstress and Macrostress

by

Keisuke TANAKA * and Yoshiaki AKINIWA *

Key words : X-ray stress measurement, Microstress, Macrostress, Residual stress, Composite materials, Multi-phase materials

1 は じ め に

材料中の応力は、負荷応力 (loading stress) と残留
応力 (residual stress) に分けられる。このうち、残留
応力は外力が作用しない状態で存在する応力であり、材
料の強度や、寸法の安定性等の力学的挙動ばかりでなく、
材料の機能性にも大きな影響を与える。そのため残留応
力の実体の把握やその制御が材料や製品開発のキーテク
ノロジーとなることが多く、その非破壊測定手段として
X線法や中性子法が広く用いられている。この両手法は
結晶の回折現象を利用しており、弾性ひずみの測定より
応力を求める。
ところで、材料中に存在する内部応力は、その存在す
る領域の寸法によってミクロ応力 (microstress) とマク
ロ応力 (macrostress) に分けられ、その発生原因および
評価法が異なる。本講では、まず、応力の分類について
述べた後、X線法および中性子法によるミクロ応力とマ
クロ応力の測定法を解説する。その後、この手法の多相
材料や複合材料中に存在する残留応力や負荷応力の測定
への応用について述べる。

2 ミクロ応力とマクロ応力

2・1 応力の分類

多結晶材料中の応力はその存在する領域の大きさによ
って、第1種応力、第2種応力、第3種応力に分類され
る¹⁾。表Ⅰに定義および機械的測定と回折法による測定
を比較して示す。材料は単相材料と多相材料に分類した。
第1種応力はマクロ応力と称される工学的な応力で多
くの結晶の応力の平均値であり、穴あけ法やそり法など
の機械的方法によって測定可能である。単相材料では回
折法で測定可能であるが、多相材料では、後述のように
各相の平均応力から複合則を用いて求められる。例えば、
図1²⁾に α 相と β 相よりなる2相複合材料の応力分布を
模式的に示すが、この複合材料中の応力分布において、
全ての相にわたる平均の応力がマクロ応力である。
一方、一結晶粒程度の領域での変動成分を第2種応力
と称する。この応力は、結晶粒程度の組織の不均一から
生じる応力である。例えば、一定のマクロ負荷応力下で
も、結晶方位あるいは弾性定数などの不均一により結晶
粒によって異なった応力や、多相材料において各相の熱

表Ⅰ. 応力の分類と測定法

応力の種類	定 義	測定法 (回折法と機械的方法の比較)	
		単相材料	多相材料・複合材料
第1種応力 (マクロ応力)	多くの結晶に渡る長 周期の平均的応力	・機械的な方法で測定が可能 ・回折法のピークシフトから測 定可能	・機械的な方法で測定可能 ・回折法では直接測定はできず、ピークシフトより求めた各 構成相の平均応力より複合則によって求めることが可能
第2種応力 (ミクロ応力)	1結晶粒オーダーの 平均的応力	・機械的な方法では測定不可能 ・回折法の幅広がりから測定可 能	・機械的な方法では測定不可能 ・回折法で各相の平均的応力はピークシフトから測定可能で、 このマクロ応力との差がミクロ応力である。各相内での結 晶粒ごとのばらつきは幅広がりから測定可能
第3種応力 (ミクロ応力)	1結晶粒内で分布す る平均的応力からの ずれの応力	・機械的な方法では測定不可能 ・回折法の幅広がりから測定可 能	・機械的な方法では測定不可能 ・回折法の幅広がりから測定可能

[†] 原稿受理 平成10年4月20日 Received Apr. 20, 1998
* 正 会 員 名古屋大学工学研究科機械工学専攻 〒464-8603 名古屋市千種区不老町, Dept. of Mech. Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

図1 多相材料中の応力分布

膨張係数のミスマッチに起因して生ずる結晶粒単位の残留応力などがある。多相材料では各相の平均の応力は零とはならず、相間で釣り合っている。なお、単相材料では、第2種応力の平均値は零となるが、X線法では、特定の方位の結晶の平均ひずみを測定するため、その値は必ずしも零とはならない場合がある。多相材料中の特定相の平均応力は、回折法を使用すると単相材のマクロ応力と同様の手法で測定できるため、擬マクロ応力 (pseudo-macrostress) と称されることもある。しかしながら、機械的方法では測定できない。第3種応力は、結晶粒内のさらに小さな領域での変動成分であり、例えば、転位や介在物等の格子欠陥などに起因する応力である。この応力も機械的方法では測定できない。一方、回折法では回折線の幅広がりから第3種応力の大きさを評価できる。以上の第2種応力と第3種応力をマイクロ応力と称する。

本講義では、多相材料や複合材において、特定の相の平均の応力を相応力 (phase stress) と称する。この相応力は、後述のように第1種応力と第2種応力の和で与えられる。

2.2 X線および中性子による応力測定

X線回折法は、結晶によるX線の回折現象を基礎としており、結晶格子をゲージとしてその長さの変化を測定することからひずみを求める。この応力測定法を単相多結晶材料に適用する場合の手法は前講義で述べた。X線法は残留応力の非破壊測定法として定着しているが、この手法ではX線の材料中での吸収のため、表面極近傍の数 $10\mu\text{m}$ の領域の応力しか測定できない。これに対して、中性子を用いると数 10mm まで材料中に侵入するため、材料内部の応力測定が可能となり、近年特に溶接部材や複合材料などへの適用が活発になっている。^{3), 4)}

両手法とも、測定原理は全く同一である。回折にあずかる多くの結晶の格子ひずみの平均を、回折プロファイルのピークシフトの量から決定する。ここで、十分多くの結晶が回折にあずかるとすると、この平均値はマクロひずみに対応しており、弾性力学の法則を用いて応力が算出できる。単相材料では、この応力がマクロ応力に対応する。一方、多相材料や複合材料で結晶構造が異なると

図2 多相材料中の介在物相からの回折

き、各相の回折プロファイルのピークシフトからは各構成相の相応力が求まる。この相応力は、必ずしもマクロ応力に対応せず次項に述べる分離が必要である。

一方、各相内での結晶粒ごとの平均の相応力からのずれに対応する第2種応力、および結晶粒内でのばらつきに対応する第3種応力などのマイクロ応力は回折プロファイルの幅広がりとなる。回折線の幅広がりには結晶の微細化も影響を持つが、フーリエ解析法⁵⁾やその簡便法⁶⁾を用いて、回折線の幅広がりから微結晶に起因する広がりやマイクロ応力によるものと分離することができる。⁷⁾しかし、マイクロ応力をさらに第2種と第3種応力へ分離することはできない。

2.3 多相材料・複合材料における相応力

X線法では侵入深さが浅いため、測定された応力は表面の存在のため表面に垂直な応力成分が解放されたものである。しかし、多相材料あるいは複合材料中の相応力の測定では、X線法においても表面に垂直な応力成分を無視できない。この表面による応力の解放の程度は、例えば介在物粒子の分布などに関係しており、球形粒子の場合X線の侵入深さが粒子径以上のとき、3軸応力の解析が必要であるとされている。⁸⁾以下このときの基礎式を示す。

図2に表面近傍に存在する介在物を示す。十分多くの介在物結晶が回折にあずかるとすると、図中のOP方向の垂直ひずみと応力との間には次の関係が成立する。⁹⁾

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi} = & [(1+\nu)/E](\sigma_{11}\cos^2\phi + \sigma_{12}\sin 2\phi + \sigma_{22}\sin^2\phi - \sigma_{33}) \\ & \sin^2\psi + [(1+\nu)/E]\sigma_{33} - [\nu/E](\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \\ & + [(1+\nu)/E](\sigma_{31}\cos\phi + \sigma_{23}\sin\phi)\sin 2\psi \end{aligned} \quad (1)$$

ここで、 E と ν は、回折相のX線的ヤング率およびポアソン比である。垂直ひずみは回折角の測定から次式で決定できる。

$$\varepsilon_{\phi\psi} = (d - d_0)/d_0 = -\cot\theta_0(\theta_{\phi\psi} - \theta_0) \quad (2)$$

ここで、 d_0 は無ひずみの格子面間隔、 $2\theta_0$ は無ひずみ材の回折角である。

次に簡単のため、 σ_{11} , σ_{22} , σ_{33} を主応力 σ_1 , σ_2 , σ_3 とし、かつ球形の介在物を考え介在物の主応力方向とマクロ応

力の主応力の方向が一致するとする。図に示すOP方向の回折角 $2\theta_{\psi}$ は、上2式より次式を得る。

$$2\theta_{\psi} = 2\theta_0 - [2(1+\nu)/E]\tan\theta_0 \\ (\sigma_1 \cos^2\phi + \sigma_2 \sin^2\phi - \sigma_3) \sin^2\psi \\ - [2(1+\nu)/E]\tan\theta_0\sigma_3 + 2[\nu/E]\tan\theta_0(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (3)$$

つまり $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の傾きから主応力差が求まる。

$$\sigma_1 - \sigma_3 = KM_0 \quad (4)$$

$$\sigma_2 - \sigma_3 = KM_{\perp} \quad (5)$$

ここで M_0 と $M_{\perp}$ は、X線の入射角を σ_1 - σ_3 面 ($\phi = 0^\circ$) および σ_2 - σ_3 面 ($\phi = 90^\circ$) で傾斜したときの $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の傾きである (図2参照)。なお、平面応力 ($\sigma_3 = 0$) の仮定のもとでは、上式は前講義の式(10)に対応する。上式の応力定数 K は次式で与えられる。

$$K = -\cot\theta_0 E/[2(1+\nu)] \quad (6)$$

また二つの ϕ 方向に対して、 $\sin^2\psi = 0$ のときの回折角は一致し、次式となる。

$$2\theta_{00} = 2\theta_{\perp 0} \\ = 2\theta_0 - [2(1+\nu)/E]\tan\theta_0\sigma_3 + 2[\nu/E]\tan\theta_0 \\ (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (7)$$

ここで、X線の弾性定数 E と ν は、介在物相のみでできた単相多結晶に対して実験的あるいは理論的に求められる値である。式(4)と(5)より $\sigma_1 - \sigma_3$ と $\sigma_2 - \sigma_3$ が求められる。ここで、 $2\theta_0$ を既知とすると、式(7)を使用して主応力の3成分が決まるが、このとき、 $2\theta_0$ を粉末の回折などを使って高精度に決定することが必要である。

さらに、上式(1)～(7)は構成相の各相に適用でき、例えば母相からの回折に適用すると母相の平均の応力を決定することができる。

一方、中性子法では材料の内部の応力を測定するため、応力状態の決定のためには、一般的には6方向の垂直ひずみの測定が必要である。主応力方向が既知のとき、3方向の垂直ひずみ $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$ の測定より次式で応力が求められる。³⁾

$$\sigma_1 = [E/(1+\nu)]\varepsilon_1 + [E\nu/(1+\nu)(1-2\nu)](\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3) \quad (8)$$

なお σ_2, σ_3 に対しても同様の式が成立する。また、上式の E, ν は中性子弾性定数である。これは、X線の弾性定数と同一であるため、総称して回折弾性定数と称する。応力の算出にあたって中性子法においても、式(3)～(7)の $\sin^2\psi$ 法を用いることも可能であるが、測定時間の関係から通常は式(2)でひずみを求め、ついで式(8)によって応力を定めているのが現状である。いずれにしても、3軸応力の決定には無ひずみの格子面間隔 d_0 、あるいは無ひずみ材の回折角 $2\theta_0$ の正確な決定が必要であり、これが測定精度を支配する最も重要な因子の一つである。

2.4 ミクロ応力とマクロ応力の分離

いま介在物相と母相からなる2相材料を考え、X線法ないしは中性子法で測定される応力は平均値であるため介在物の応力を $\langle\sigma_i\rangle_p$ と表し、母相の相応力を $\langle\sigma_i\rangle_m$ と表す。ただし、 $i = 1 \sim 3$ 。このときマクロ応力 σ'_i は、次の複合則によって求められる。

$$\sigma'_i = \langle\sigma_i\rangle_p f + \langle\sigma_i\rangle_m (1-f) \quad (9)$$

ここで f は介在物の体積割合である。X線法では表面の応力を測定するため、表面に垂直なマクロ応力は零で、

$$\sigma'_3 = \langle\sigma_3\rangle_p f + \langle\sigma_3\rangle_m (1-f) = 0 \quad (10)$$

が成立する。したがって式(4)(5)で求めた応力より次の関係を使って面内のマクロ応力 σ'_1 と σ'_2 が求められる。

$$\sigma'_1 = \langle\sigma_1 - \sigma_3\rangle_p f + \langle\sigma_1 - \sigma_3\rangle_m (1-f) \quad (11)$$

$$\sigma'_2 = \langle\sigma_2 - \sigma_3\rangle_p f + \langle\sigma_2 - \sigma_3\rangle_m (1-f) \quad (12)$$

ここで、 $\langle\sigma_1 - \sigma_3\rangle_p = \langle\sigma_1\rangle_p - \langle\sigma_3\rangle_p$ などを使用した。

相応力のマクロ応力からの差が、ミクロ応力(第2種残留応力)である。

$$\langle\sigma_i\rangle_p^\mu = \langle\sigma_i\rangle_p - \sigma'_i \quad (13)$$

$$\langle\sigma_i\rangle_m^\mu = \langle\sigma_i\rangle_m - \sigma'_i \quad (14)$$

ここで $\langle\sigma_i\rangle_p^\mu$ と $\langle\sigma_i\rangle_m^\mu$ がミクロ応力で、次式の釣り合い条件を満足する。

$$0 = \langle\sigma_i\rangle_p^\mu f + \langle\sigma_i\rangle_m^\mu (1-f) \quad (15)$$

さらに、ミクロ応力は、一定のマクロ応力下での弾性定数のミスマッチに起因する成分 $\langle\sigma_i\rangle_p^{\mu E}$ と、母相と介在物相の熱膨張量や塑性変形量あるいは変態量の差、つまり固有ひずみ(eigen strain)の差に起因する成分 $\langle\sigma_i\rangle_p^{\mu T}$ に分けられる。¹⁰⁾

$$\langle\sigma_i\rangle_p^\mu = \langle\sigma_i\rangle_p^{\mu E} + \langle\sigma_i\rangle_p^{\mu T} \quad (16)$$

また、これらの応力はそれぞれマクロ応力 σ'_i とミスマッチ量 $\Delta\varepsilon_i^*$ に比例する。

$$\langle\sigma_i\rangle_p^{\mu E} = \sum_j A_{ij} \sigma'_j \quad (17)$$

$$\langle\sigma_i\rangle_p^{\mu T} = \sum_j D_{ij} \Delta\varepsilon_j^* \quad (18)$$

ここで、 A_{ij} および D_{ij} は、伝達関数テンソルである。Eshelbyの介在物理論¹¹⁾とMori-Tanakaの平均場理論¹²⁾を使用すれば、このテンソルは介在物の形状や体積割合および弾性定数の関数として表示される。ここでは、このモデルをEMTモデルと称する。なお、母相に対しては式(16)～(18)と同様の関係が求められる。

2相以上の相より構成される多相材料に対しても、式(9)と同様に各相の相応力の測定値から複合則でマクロ応力が求められる。なお、焼結セラミックスなどでは、ガラス相などの第2相の他に気孔を含んでいる。ここで、第2相の体積率を f_p 、気孔のそれを f_v とすると、気孔は応力を持たないので、マクロ応力は母相の相応力 $\langle\sigma_i\rangle_m$ と第2相の相応力 $\langle\sigma_i\rangle_p$ から、次式で与えられる。

$$\sigma'_i = \langle\sigma_i\rangle_p f_p + \langle\sigma_i\rangle_m (1-f_p-f_v) \quad (19)$$

さらに、EMTモデルの解析においても気孔は、弾性定数が零の相として取り扱うことが可能である。

2.5 多相材料・複合材料の応力測定

多相材料や複合材料のマクロ応力の測定では、全構成相の相応力を求め、それから式(9)ないしは(19)の複合則を用いて応力を求めるのが基本である。

図3¹³⁾は、炭化ケイ素粒子を20%含むアルミニウム合金複合材料に、一軸応力を負荷したときの各相の相応力をX線測定した結果である。図には $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の傾きから式(4)を使って求めた各相の相応力 $\langle\sigma_1 - \sigma_3\rangle$ と負荷応力 σ_A の関係を示す。同一のマクロ応力下においても炭化ケイ素の弾性定数がアルミニウムよりも高いため、

図3 炭化ケイ素粒子強化アルミニウム複合材料の単軸引張りにおける相応力 (X線測定)

相応力も高くなる。また図中の実線は式 (11) から求まるマクロ応力であるが、負荷応力とほぼ一致する。さらにこの負荷応力の分配の比率は Eshelby の理論を基礎にしたセルフコンシステントモデルあるいは EMT モデルで予測される値とよく一致することが認められている。^{13), 14)}

実用材料は一般に単相と称される場合にも実際は多相の場合が多い。例えば、鉄鋼材料中には炭化物が含まれているし、また焼結したセラミックスでは母相のほかに粒界のガラス相や気孔を含んでいる。このような多相材料では、第2相の応力を測定することは困難な場合が多く母相のみの測定からマクロ応力を決定せざるを得ない。ここで多相材料において、ある特定の1相のひずみ測定値からマクロ応力を求めるときに使用するのが、多相材のX線の弾性定数である。鉄鋼材料中の炭化物は、微量でありかつ弾性定数が母相の鉄の相と大差ないため、X線の弾性定数として前講義に述べたように一定の標準値を決めることが可能である。セラミックスなどでは、第2相の存在によって、機械的な値ばかりでなくX線の弾性定数も大きく影響を受ける。図4¹⁵⁾にアルミナの146および2.1.10回折のX線の弾性定数と機械的弾性定数と材料のかさ密度との関係を示すが、密度の減少とともに機械的弾性定数ばかりでなく、X線の弾性定数も減少するが、その程度は少ない。この種の多相材のX線の弾性定数の推定法がいくつか提案されている。^{15)~17)}

3 各種材料のマイクロ応力とマクロ応力

3.1 多相材料

単相材料を引張変形し除荷した材料中には、表面が圧縮で内部が引張の残留応力が存在する。これは、表面が内部より塑性変形しやすいためである。この残留応力はマクロ残留応力である。一方、多相材料を引張変形させたとき、軟らかい相と硬い相の塑性変形の差 (ミスフィット) のため、硬い相に引張、軟らかい相に圧縮のマイクロ応力が残留する。圧縮変形を与えたときは逆のマイクロ

図4 アルミナ焼結体の機械的およびX線の弾性定数のかさ密度による変化

図5 微細な炭化物を有する鋼の引張変形後の炭化物および母相の残留応力 (X線測定)

残留応力となる。炭素鋼においては軟らかいフェライトの母相のなかに、硬いセメントライト相が分散している。図5¹⁸⁾は、一軸引張塑性変形後、X線測定した母相とセメントライトの残留応力を塑性変形量の関数として示す。図中の線は、塑性変形中セメントライトは塑性変形をせず母相のみが塑性変形をするとして、EMTモデルで求めた結果である。ほぼ一致している。また、同様な検討は、 α - β 黄銅¹⁹⁾や α - γ 2相ステンレス鋼²⁰⁾に対して報告されており、また、マイクロ残留応力の測定から、逆に式 (18) を使って両相の塑性変形のミスフィット量を求める試みもある。²⁰⁾

鉄鋼材料に、研削や切削により強度の方向変形を加えた面や転動面のX線残留応力測定においては、表面に平行なせん断応力成分 σ_{31} , σ_{32} の成分 (式 (1) 参照) が無視できない。このとき、X線の傾斜角 ψ (図2参照) によってひずみが異なる。これを ψ スプリットと称し、この現象もマイクロ応力に起因することが大きい。この場合 Dolle-Hauk の方法²¹⁾により応力の決定が可能である²²⁾。図6²³⁾には、超鋼合金 (WC-Co) の研削面について、

WC相をX線測定した残留応力(相応力)をCoの関数として示す。このとき、Co相のX線測定は行っていない。また、WC相の測定では ψ スプリットは認められない。WC相のみに関する3軸応力測定には式(4)~(7)を用いた。面内の主応力 σ_1 と σ_2 はほぼ等しいGPaオーダーの大きな圧縮となっている。これに比して表面に垂直な応力成分 σ_3 は小さく表面での応力の解放が認められる。なお、Co相のX線測定は行っていないので、厳密にはマクロ応力は求められない。

3・2 金属基複合材料

複合材料に引張応力を加えたとき、弾性変形では図3に示したように、同一マクロ応力でも硬い相のほうが高い応力となる。塑性変形が始まるとミスフィットが生じるため、応力の分配が変わる。図7⁴⁾は炭化ケイ素(SiC)のウイスキーを5%含むアルミニウムの引張変形における中性子で測定した軸方向ひずみの結果を示す。母相が降伏を始める応力(50MPa)以上で、SiC相の応力の負担が大きくなる。また、除荷後は、軟らかいアルミニウム相に圧縮、硬いSiC相に引張が残留する。この残留応力は、逆方向負荷で降伏応力が低くなるバウシinger効果をもたらす。また、この種の挙動は、W繊維強化アルミニウムにおいても報告されている²⁴⁾。

複合材料では、構成相の熱膨張係数が異なるため、熱サイクルを加えたときにも相応力が変動する。図8²⁵⁾は γ アルミナ繊維強化アルミニウムの熱サイクルを加えたときのアルミニウム相の相応力をその場合高温X線測定した結果である。この場合は繊維相の応力は測定していないが、母相とは反対のミクロ応力を有しており、全体としてバランスしている。母相のミクロ応力は、熱変形とともに、母相の塑性変形やクリープ変形の影響を受ける。図において実線は理論予測であるが、実験結果とよく一致している。同様な研究はW繊維強化銅についても報告されている²⁶⁾。

図9²⁷⁾は、SiC長繊維(SCS-6)強化したチタニウム合金の軸方向ひずみの、中性子による高温その場測定の結果である。

図6 超硬合金(WC-Co)研削面の3軸残留応力(X線測定)

果である。室温で母相が引張りひずみで、繊維が圧縮ひずみであるが、800℃近傍で零になる。X線法では表面だけの測定でありこの種の測定は困難である。

3・3 セラミック基複合材料

セラミック基の複合材料に関しても、熱膨張係数の差に起因する残留応力が測定されている。図10²⁸⁾は、アルミナ・ジルコニア複合セラミックスの焼成面の、X線測定の結果であるが熱膨張係数の大きいジルコニアは引張で、小さいアルミナは圧縮となっており、アルミナの体積分率とともに線形的に変化する。また、面に垂直な成分 σ_3 は応力解放のため、 σ_1 ($=\sigma_2$)よりやや小さい。また、アルミナ単相の場合、 σ_1 が零となっていないのはマクロ残留応力が表面で圧縮となるためである。また、ミクロな残留応力は、EMTモデルで予測される結果とよく一致している。なお、中性子法によっても同様な結果が報告されている²⁹⁾。

図11²⁾は、体積分率50%の複合セラミックスの研削面下の残留応力の分布である。研削方向のマクロ応力 σ'_1 は各相の $\langle\sigma_1 - \sigma_3\rangle$ の測定値を用いて、式(11)より求めた。マクロ応力は表面から20 μ m程度の領域で圧縮である。また、ミクロ応力はジルコニアで引張、アルミナで圧縮

図7 SiCwを5%含むアルミニウムの引張変形および除荷後の中性子応力測定

図8 熱サイクルによる γ アルミナ繊維強化アルミニウム複合材料における母層応力(X線測定)

となり、熱応力とは逆である。これは研削に伴うミスフィットひずみによるものである。

このほか、 $\text{SiC-TiB}_2^{30)}$ や、 $\text{SiC(w)-Al}_2\text{O}_3^{31), 32)}$ $\text{SiC-Al}_2\text{O}_3$ ナノ複合材料^{33), 34)} において相応力の測定が行われている。特に SiC-TiB_2 においては、引張変形による界面割れが、相応力の減少として検出されている。³⁰⁾

3.4 プラスチック基複合材料

プラスチックは非晶質である場合が多いが、結晶粒子を分散させ、その粒子のX線による相応力測定より、プラスチックやプラスチック基複合材料のマクロ応力の評価がなされている。絶縁物としてのアルミナ粒子分散エポキシに関しても、アルミナのX線応力測定から複合体のマクロ応力測定が行われている。³⁵⁾ また、アルミニウム粒子³⁶⁾ など使用される。

炭素繊維強化複合材料中に Ag, Nb, CdO などの粉末を分散させたX線応力解析が行われている³⁷⁾。分散粒子としては、CdO が最適であるとの報告³⁸⁾ もある。

これらの測定では、分散粒子の相応力測定からマクロ応力を求めるもので、負荷応力に関しては、X線の弾性定数を適切に定めておけば高精度にマクロ応力が求まる。しかしながら、残留応力の測定では固有ひずみのミスマッチによる寄与を見積もることが必要である。

図9 SCS-6 長繊維強化 Ti 合金の高温における残留応力変化 (中性子測定)

図10 アルミナジルコニア複合材料の残留応力のX線測定

4 ミクロ応力と回折線の幅ひろがり

回折線の幅広がりや半価幅は、単相材料ばかりでなく多相材料における塑性変形などに起因する格子の乱れに関係するパラメータとして広く応用されている³⁹⁾。例えば鉄鋼材料では、材料の硬さと半価幅はよい相関関係がある。また、材料の疲労損傷劣化や熱処理などの評価パラメータとしても利用される。

一方、複合材料に対しても特定の相の変形の程度が予測できる。図12²⁾は、図11に示したアルミナ・ジルコニア複合セラミックスの研削面下の、ジルコニアの回折線の半価幅の分布であるが、マクロ残留応力が圧縮の領域で半価幅が大きくなっている。また、WCとNiの2相材料の熱膨張係数の差に起因する残留応力の分布を、有限要素法モデルで解析し、各相での弾性応力の分布(第2種残留応力)と回折線の幅広がりとの対応が検討されている。⁴⁰⁾

図11 アルミナジルコニア複合材料の研削面下のミクロおよびマクロ残留応力分布 (X線測定)

図12 アルミナジルコニア複合材料の研削面下の回折線広がり分布 (X線測定)

5 お わ り に

マクロ応力は、他の機械的な手法でも測定が可能であるが、ミクロ応力はX線あるいは中性子による方法によらなければならない。多相材料および複合材料に対しては、各構成相の相応力が分離して測定される。また、X線法による表面ばかりでなく中性子による内部の測定が可能になってきつつある。この手法は、相の平均応力を定量的に求めることができるため、複合材料の開発や力学モデルの構築になくてはならない手段となっている。さらに、相の平均応力は、EshelbyとMori-Tanakaによる平均場として理論的にも算出が可能であり、この理論と結合することからさらなる発展が拓かれつつある。

ミクロ応力に対応する回折線の半価幅は、X線研究では材料評価や疲労損傷劣化のパラメータとして広く応用されている。

X線法は測定法として歴史も古く、現在でも広く使用されている方法であり、応力測定値の精度も高い。近年、中性子法も注目されており、国際的にもVAMAS (TWA 20)を中心として応力測定法の標準化が検討されている。表面測定法としてのX線法の相補的手法として、中性子法が内部測定法として発展していくことが期待されている。

参 考 文 献

- 1) E. Macherauch, H. Wohlfahrt and U. Wolfstieg, *Harterei-Technische Mitt.*, **28**, 201 (1973).
- 2) 田中啓介, 山本雄司, 峰 典明, 鈴木賢治, 中川平三郎, *日本機械学会論文集*, **A-56**, 402 (1990).
- 3) 林 眞琴, 石渡雅幸, 森井幸生, 皆川宣明, *材料*, **45**, 772 (1996).
- 4) P. J. Withers, *Key Eng. Mater.*, **108-110**, 291 (1995).
- 5) B. E. Warren, *Progress in Metal Physics*, **8**, 147 (1959).
- 6) W. H. Hall, *Proc. Phys. Soci.*, **A62**, 741 (1949).
- 7) 後藤 徹, *材料*, **21**, 876 (1972); **21**, 960 (1972).
- 8) T. Hanabusa, K. Nishioka and H. Fujiwara, *Z. Metallkde*, **74**, 307 (1983).
- 9) 日本材料学会X線材料強度部門委員会, “X線応力測定法標準” (1997).
- 10) M. E. Fitzpatrick, M. T. Huchings and P. J. Withers, *Acta Mater.*, **45**, 4867 (1997).
- 11) J. D. Eshelby, *Proc. Roy. Soci., London*, **A241**, 379 (1957).
- 12) T. Mori and K. Tanaka, *Acta Metall.*, **21**, 571 (1973).
- 13) 田中啓介, 秋庭義明, 清水憲一, 松井元康, 日本材料学会第29回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 16 (1993).
- 14) 秋庭義明, 田中啓介, 竹園拓也, 林 眞琴, 皆川宣明, 森井幸生, 松井元康, 日本材料学会第33回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 172 (1997).
- 15) K. Tanaka and Y. Akiniwa, *JSME Inter. J.*, **41**, 288 (1998).
- 16) 鈴木賢治, 田中啓介, *材料*, **37**, 586 (1988).
- 17) 佐々木敏彦, 林 政, 広瀬幸雄, *材料*, **47**, 197 (1998).
- 18) 西田真之, 英 崇夫, 藤原晴夫, *材料*, **38**, 576 (1989).
- 19) T. Hanabusa, B. Scholtes and E. Macherauch, *Proc. 29th Japan Cong. Mater. Res.*, 123 (1986).
- 20) 佐々木敏彦, 林 政, 広瀬幸雄, *日本機械学会論文集*, **A-63**, 370 (1997).
- 21) H. Dolle and V. Hauk, *Harterei-Technische Mitt.*, **31**, 165 (1976).
- 22) 英 崇夫, 藤原晴夫, *材料*, **31**, 227 (1982).
- 23) 田中啓介, 松井元康, *材料*, **47**, 96 (1993).
- 24) H. P. Cheskis and R. W. Heckel, *Metall. Trans.*, **1**, 1931 (1970).
- 25) 池内保一, 英 崇夫, 藤原晴夫, *材料*, **39**, 456 (1990).
- 26) 池内保一, 英 崇夫, 藤原晴夫, *材料*, **32**, 271 (1983).
- 27) A. Saigal, D. S. Kupperman and S. Majumdar, *Mater. Sci. Eng.*, **A150**, 59 (1992).
- 28) 田中啓介, 松井元康, 四方良一, 西川友三, *材料*, **41**, 93 (1992).
- 29) X. L. Wang, C. R. Hubbard, K. B. Alexander and P. F. Becher, *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**, 1569 (1994).
- 30) D. J. Magley, R. A. Winholtz and K. T. Faber, *J. Am. Soc.*, **73**, 1641 (1990).
- 31) A. Abuhasan, C. Balasingh and P. Predecki, *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 2474 (1990).
- 32) S. Majumdar, D. Kupperman and J. Singh, *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**, 858 (1988).
- 33) 大塚 淳, 飯尾 聡, 多島 容, 渡辺正一, 田中啓介, *セラミックス協会論文集*, **102**, 28 (1994).
- 34) L. Levin, W. D. Kaplan and D. G. Brandon, *Acta Metall. Mater.*, **42**, 1147 (1994).
- 35) 田中啓介, 峰 典明, 伊藤公一, 山崎利春, *日本機械学会論文集*, **A-63**, 370 (1997).
- 36) K. Nakasone, T. Nishino and X. Airu, *Polymer*, **33**, 2720 (1992).
- 37) P. Predecki and C. S. Barrett, *J. Comp. Mater.*, **13**, 61 (1979).
- 38) B. Prinz and E. Schnack, *J. Comp. Mater.*, **31**, 852 (1997).
- 39) 後藤 徹, *材料*, **37**, 1118 (1988).
- 40) C. M. Weisbrook, V. S. Gopalaratnam and A. D. Krawitz, *Mater. Sci. Eng.*, **A201**, 134 (1995).