

# 誤差項による $d_0$ の最適化を組み込んだ X 線応力解析手法 Direct Refinement Solution (DRS) 法

安川 昇一\*

## 1. はじめに

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よく知られている。X線応力測定 of 解析手法として、 $\sin^2\psi$ 法<sup>(1)</sup>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線浸入深さが数 $\mu\text{m}$ 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 $2\theta$ 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。

今回本誌で提案する Direct Refinement Solution (DRS) 法<sup>†</sup>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 SmartSite RS の解析手法として採用している。

## 2. X線回折と応力

### 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、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 $\sigma_{11}$ 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 $\sigma_{23}$ 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剪断応力と呼ばれる。剪断応力は、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象である。

### 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、応力の剪断成分はすべて0となる。すべての主応力が0でない

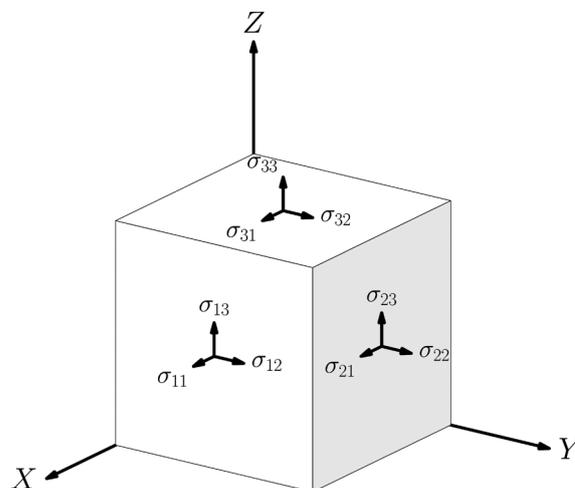


図1. 応力テンソル。

\*株式会社リガク X線機器事業部 SBU 粉末解析  
†特許出願中

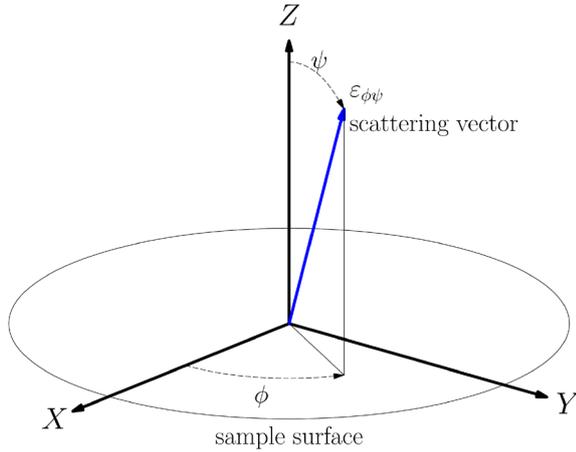


図2. X線回折を用いて応力解析を行う場合の座標系.

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。

材料の表面では、法線方向は開放状態であるので応力が存在しえない。今試料面法線方向の応力ベクトルの絶対値を  $\sigma_N$  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  $\mu\text{m}$  の深さまでの重み付き平均値であるので、 $\sigma_N$  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。

### 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軸をとる座標系において、X線散乱ベクトルとZ軸のなす角を  $\psi$ 、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  $\phi$  とすると、X線散乱ベクトルの方向から見た垂直歪  $\varepsilon_{\phi\psi}$  は、各座標軸上での垂直応力と剪断応力を用いて以下のように表すことができる。

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2} S_2 \{ (\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi) \sin^2 \psi + (\sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi) \sin 2\psi + \sigma_{33} \cos^2 \psi \} + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (1)$$

ここで、 $S_1, S_2$  はX線の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  $\nu$  を使って以下のように表される。

$$S_1 = -\frac{\nu}{E} \quad (2)$$

$$\frac{1}{2} S_2 = \frac{1+\nu}{E} \quad (3)$$

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  $\phi, \psi$  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  $d_{\phi\psi}$ 、また無歪み状態での結晶格子面間隔を  $d_0$  とすると、 $\varepsilon_{\phi\psi}$  は  $d_{\phi\psi}, d_0$  を用いて以下のように表される。

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \quad (4)$$

$d_0$  は材料固有の値なので、上記の式 (1), (4) から、異なる6組以上の  $\phi, \psi$  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、 $d_0$  は固溶あるいは結晶多形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 (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。

誤差を含んだ無歪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。

$$d_{0(k)} = d_0 (1 + A_{(k)}) \quad (5)$$

また  $d_{0(k)}$  と  $d_{\phi\psi}$  から式 (1) を使って計算した誤差を含む歪み  $\varepsilon_{\phi\psi(k)}$  を以下のように定義する。

$$\varepsilon_{\phi\psi(k)} = \varepsilon_{\phi\psi} + A_{\varepsilon(k)} \quad (6)$$

式 (5), (6) から、

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi(k)} &= \frac{d_{\phi\psi} - d_{0(k)}}{d_{0(k)}} \\ \varepsilon_{\phi\psi} + A_{\varepsilon(k)} &= \frac{d_{\phi\psi}}{d_0 (1 + A_{(k)})} - 1 \\ &\cong \frac{d_{\phi\psi}}{d_0} (1 - A_{(k)}) - 1 \end{aligned} \quad (7)$$

$$\begin{aligned} \therefore A_{\varepsilon(k)} &\cong -\frac{d_{\phi\psi}}{d_0} A_{(k)} \\ &\cong -A_{(k)} \end{aligned} \quad (8)$$

となる。 $\varepsilon_{\phi\psi}$  は  $10^{-3}$  以下の値であるから、例えば  $A_{(k)}$  が

$10^{-2}$  程度であっても  $\Delta_e$  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歪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  $\varphi, \psi$  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形方程式の解を求めることが考えられる。

$$d_{\varphi\psi} = d_0 \{ \varepsilon_{\varphi\psi}(\sigma_{ij}) + 1 \} \quad (9)$$

しかし、式 (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 (9) の右辺を、

$$f(d_0, \sigma_{ij}) = d_0 \{ \varepsilon_{\varphi\psi}(\sigma_{ij}) + 1 \} \quad (10)$$

とおけば、式 (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 (11) を繰り返し解くことになる。

$$d_{\varphi\psi} - f(d_{0(k)}, \sigma_{ij(k)}) = \left( \frac{\partial f}{\partial d_0} \quad \frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}} \right) \begin{pmatrix} \Delta d_{0(k)} \\ \Delta \sigma_{ij(k)} \end{pmatrix} \quad (11)$$

式 (11) の係数のうち  $\frac{\partial f}{\partial d_0}$  は、

$$\frac{\partial f}{\partial d_0} = \varepsilon_{\varphi\psi}(\sigma_{ij(k)}) + 1 \quad (12)$$

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 (11) の係数間で、以下の関係が  $\varphi, \psi$  の値に関係なく成り立つ。

$$\frac{\partial f}{\partial \sigma_{11}} + \frac{\partial f}{\partial \sigma_{22}} + \frac{\partial f}{\partial \sigma_{33}} = d_{0(k)} \left( \frac{1}{2} S_2 + 3S_1 \right) \quad (13)$$

式 (13) の右辺は定数である。そのため式 (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 (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。

#### 2.4. 歪の誤差項を導入した解析手法

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  $\sigma_{33}$  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 (13) は成立せず、X 線回折を用いても応力テンソルの  $\sigma_{33}$  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 (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 (1) の左辺に誤差を含んだ歪  $\varepsilon_{\varphi\psi(k)} = \varepsilon_{\varphi\psi} + \Delta_e(k)$  が使われるからであり、それを回避するには右辺にも  $\Delta_e(k)$  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<sup>(2)</sup>である。2D法では、この  $d_0$  の誤差に起因する歪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 (1) は、

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{11} \sin^2 \psi + S_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (14)$$

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  $2\theta_{\varphi\psi}$ 、無歪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。

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_0}{d_0} \cong - \frac{2\theta_{\varphi\psi} - 2\theta_0}{2 \tan \theta_0} \quad (15)$$

以上の式 (14)、(15) から方位  $\varphi, \psi$  における回折角  $2\theta_{\varphi\psi}$  は、

$$2\theta_{\varphi\psi} \cong - S_2 \tan \theta_0 \sigma_{11} \sin^2 \psi - 2S_1 \tan \theta_0 (\sigma_{11} + \sigma_{22}) + 2\theta_0 \quad (16)$$

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  $\sigma_{11}$  を求めている。すなわち式 (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、歪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。

### 3. Direct Refinement Solution (DRS) 法

#### 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された。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

前章で述べたように、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  $A_{\varepsilon(k)}$  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上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歪と応力の関係を最も忠実に表す式 (1) から直接導出した非線形方程式 (9) を解いて、応力テンソルの  $\sigma_{33}$  を除く成分と  $d_0$  の値を求めている。

### 3.2. 計算方法

非線形方程式 (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  $A_{\varepsilon(k)}$  を導入した以下の方程式を考える。

$$d_{\varphi\psi} = d_{0(k)} \left\{ \varepsilon_{\varphi\psi}(\sigma_{ij(k)}) + A_{\varepsilon(k)} + 1 \right\} \quad (17)$$

式 (17) を  $d_{0(k)}$  を定数として求めた  $A_{\varepsilon(k)}$  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。

$$\begin{aligned} d_{0(k+1)} &= d_{0(k)} (1 + A_{\varepsilon(k)}) \\ &= d_0 \left( 1 + A_{\varepsilon(k)} + A_{\varepsilon(k)} A_{\varepsilon(k)} \right) \end{aligned} \quad (18)$$

式 (18) から  $d_{0(k+1)}$  の誤差率  $A_{\varepsilon(k+1)}$  は、

$$A_{\varepsilon(k+1)} = A_{\varepsilon(k)} + A_{\varepsilon(k)} A_{\varepsilon(k)} \quad (19)$$

$A_{\varepsilon(k)} \cong -A_{\varepsilon(k)}$ ,  $|A_{\varepsilon(k)}| < 1$  であるため、 $|A_{\varepsilon(k+1)}| < |A_{\varepsilon(k)}|$  となる。すなわち、式 (18) の操作を繰り返して  $d_{0(k)}$  を改良していけば  $A_{\varepsilon(k)}$  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で  $A_{\varepsilon(k)}$  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。

実際の計算では歪  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  と応力の関係を表す式 (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。

$\xi_{11}, \xi_{22}$  を以下のように定義し、

$$\begin{aligned} \xi_{11} &= \sigma_{11} - \sigma_{33} \\ \xi_{22} &= \sigma_{22} - \sigma_{11} \end{aligned} \quad (20)$$

式 (1) に代入すると以下ようになる。

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi} &= \frac{1}{2} S_2 \left\{ (\xi_{11} + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \xi_{22} \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi \right. \\ &\quad \left. + (\sigma_{13} \cos \varphi + \sigma_{23} \sin \varphi) \sin 2\psi + \sigma_{33} \right\} \\ &\quad + S_1 (2\xi_{11} + \xi_{22} + 3\sigma_{33}) \end{aligned} \quad (21)$$

これをさらに式 (17) に適用すると、

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

となる。ここで、 $\sigma_{33}$  と  $A_{\varepsilon(k)}$  はいずれも  $\varphi, \psi$  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  $\sigma_{33}$  を 0 あるいは小さな定数と見なすことができる場合、式 (22) は  $A_{\varepsilon(k)}$  を変数とする線形方程式として解き、得られた  $A_{\varepsilon(k)}$  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 ( $\sigma_{33}$  が 0 あるいは小さな定数の場合)

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

(b) 2 軸応力場

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

### 3.3. $\sigma_{33}$ 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  $\sigma_{23}, \sigma_{13}$  が大きいときには、材料の深さ方向の応力勾配によって、 $\sigma_{33}$  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、 $\sigma_{33}$  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、 $\sigma_{23}, \sigma_{13}$  が大きく、 $\sigma_{33}$  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  $\sigma_{33}$  を含む 3 軸応力場の解析ができる。

### 3.4. 単一入射法への応用

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 3 に示すように、Z 軸に対して  $\psi_0$  の角度で X 線を入射させ、それに直交するように

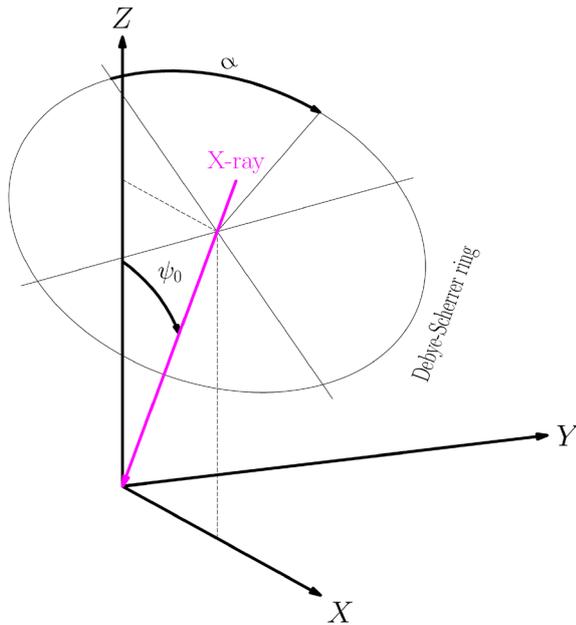


図3. 単一入射.

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 $\alpha$ の位置における散乱ベクトル $\vec{S}$ は以下のように表される。

$$\begin{aligned} \vec{S} &= \begin{pmatrix} S_x \\ S_y \\ S_z \end{pmatrix} \\ &= \begin{pmatrix} \cos \theta & 0 & \sin \theta \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin \theta & 0 & \cos \theta \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \cos \alpha & \sin \alpha & 0 \\ -\sin \alpha & \cos \alpha & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \\ &\quad \cdot \begin{pmatrix} \cos \psi_0 & 0 & \sin \psi_0 \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin \psi_0 & 0 & \cos \psi_0 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} -1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \\ &= \begin{pmatrix} \sin \psi_0 \sin \theta - \cos \psi_0 \cos \alpha \cos \theta \\ \sin \alpha \cos \theta \\ \cos \psi_0 \sin \theta + \sin \psi_0 \cos \alpha \cos \theta \end{pmatrix} \quad (23) \end{aligned}$$

一方、

$$S_y = \sin \varphi \sin \psi \quad (24)$$

$$S_z = \cos \psi \quad (25)$$

であるので、 $\psi_0$ 、 $\alpha$ 、 $\theta$ と $\varphi$ 、 $\psi$ は以下の関係にある。

$$\cos \psi = \cos \psi_0 \sin \theta + \sin \psi_0 \cos \alpha \cos \theta \quad (26)$$

$$\sin \varphi \sin \psi = \sin \alpha \cos \theta \quad (27)$$

上記の式 (26)、(27) を使って2次元X線回折画像から得られた $\alpha$ 、 $\theta$ および $\psi_0$ から $\varphi$ 、 $\psi$ を計算する。このようにして得られた $d_{\varphi}$ 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 $\varphi$ 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 $\varphi$ 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。

### 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1のピークリストは、次のような応力テンソル、X線波長 $\lambda$ 、無歪み状態での結晶格子面間隔 $d_0$ 、X線の弾性定数 $E$ 、 $\nu$ を与え、 $\varphi=0^\circ, 45^\circ, 90^\circ, 180^\circ, 225^\circ, 270^\circ$ について、式 (1) を使って計算した。

$$\begin{aligned} \sigma_{11} &= -300, \sigma_{22} = -350, \sigma_{33} = 0, \sigma_{23} = 45, \sigma_{13} = 30, \sigma_{12} = 80 \\ \lambda &= 2.291045, d_0 = 1.1701213, E = 223300, \nu = 0.276 \end{aligned}$$

表1では、計算によって求めた $2\theta$ 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1の中から適当に選んだ回折角から計算した値1.1709818242698を使った。X線波長 $\lambda$ とX線の弾性定数 $E$ 、 $\nu$ は表1を作成する際に使った値をそのまま使っている。 $\sigma_{33}$ には0を与えた。表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3では、 $\varphi=0^\circ, 120^\circ, 240^\circ$ とし、 $2\theta$ 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 $\lambda$ 、X線の弾性定数 $E$ 、 $\nu$ は、表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 $\varphi$ 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5の $2\theta$ の計算では、 $\sigma_{23}=0$ 、 $\sigma_{13}=0$ とした。 $d_0$ 、X線波長 $\lambda$ 、X線の弾性定数 $E$ 、 $\nu$ は、他のピークリストの作成時と同じ値を使っている。表5の $\varphi=0^\circ$ の部分を $\sin^2 \psi$ 法で処理した結果、

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

を得た。また表5の $\varphi=90^\circ$ の部分と同じく $\sin^2 \psi$ 法で処理した結果、

表1. 高精度ピークリスト.

$\varphi$	$\psi$	$2\theta$
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. 高精度ピークリストによる計算結果.

$d_0$	1.1701213
$\sigma_{11}$	-299.999999999722
$\sigma_{22}$	-349.9999999998969
$\sigma_{23}$	45.0000000001673
$\sigma_{13}$	29.9999999998479
$\sigma_{12}$	80.00000000020899

表3. 低精度ピークリスト.

$\varphi$	$\psi$	$2\theta$
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4. 低精度ピークリストによる計算結果.

$d_0$	1.170121198130883
$\sigma_{11}$	-299.6485468580708
$\sigma_{22}$	-350.6557612434673
$\sigma_{23}$	44.87920358674058
$\sigma_{13}$	29.81933804971606
$\sigma_{12}$	79.76226621926422

表5.  $\sin^2\psi$ 法との比較のためのピークリスト.

$\varphi$	$\psi$	$2\theta$
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

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

を得た。それらの計算において  $\tan \theta_0$  は、表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  $d_0 = 1.1709818242698$  として計算を行い、

$$\sigma_{11} = -299.7712327491961, \quad \sigma_{22} = -349.8650616413991, \\ \sigma_{12} = 79.88424711469493, \quad d_0 = 1.170121794656159$$

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。

#### 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て、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。 $\sin^2 \psi$  法は微小部 X 線応力測定装置 AutoMATE II を使用して、一般的な鉄鋼材料の測定条件で測定した。本 DRS 法は可搬型 X 線応力測定装置 SmartSite RS を使用して測定した。結果を表6にまとめた。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。

表6.  $\sin^2 \psi$  法との測定結果比較.

試料	$\sin^2 \psi$ 法	DRS 法
鉄粉末	1.4 MPa	0.5 MPa
SK85熱処理材	-115.6 MPa	-116.6 MPa
SUS420J2 プラスト処理材	-483.0 MPa	-494.7 MPa
コイルばね	-689.3 MPa	-687.1 MPa
ギア歯面 SP処理材	-1379.0 MPa	-1380.5 MPa

#### 5. まとめ

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一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、 $\varphi$  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、単一入射法を応用した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) X線応力測定法標準—鉄鋼編— (2002年版), JSMS-SD-5-02, 社団法人日本材料学会.
- (2) B. B. He: *Two-Dimensional X-Ray Diffraction*, John Wiley & Sons, Inc., (2009), 249–328.
- (3) U. Welzel, J. Ligot, P. Lamparter, A. C. Vermeulen and E. J. Mittemeijer: *Journal of Applied Crystallography*, **38** (2005), 1–29.