

修 士 論 文

表面仕上げの疲労寿命への影響評価に向けた 残留応力分布の解析

p. 1 ~p. 完

指導教員 酒井 信介 教授

136172 磯崎 洋平

目次

1. 序論	9
1.1 研究の背景	10
1.2 疲労寿命に及ぼす表面仕上げの影響	11
1.3 先行研究	11
1.4 残留応力の測定手法	13
1.5 Wilkinson 法とその課題	14
1.6 研究目的	15
2. 研究手法	16
2.1 諸言	17
2.2 疲労試験	17
2.2.1 供試材および試験片	17
2.2.2 試験片加工条件及び試験本数	18
2.2.3 X 線回折装置による試験片の残留応力測定	19
2.2.4 疲労試験手法	22
2.3 Wilkinson 法概説	23
2.3.1 EBSD 法	23
2.3.2 菊池パターンの発生原理	27
2.3.3 Wilkinson 法計算手順	28
2.4 開発 Wilkinson 法プログラムの検証実験	32
2.4.1 三点曲げ試験の Wilkinson 法による解析	32
2.4.2 CrossCourt3 と開発プログラムの比較実験	34
2.5 残留応力の絶対値分布の推定	36
2.5.1 Wilkinson 法における基準点選定法の検討	36
2.5.2 疲労試験片表層の相対応力の計算	38
2.5.3 本研究で提案する残留応力の絶対値分布の推定手法	38
3. 疲労試験結果	43
3.1 諸言	44
3.2 疲労試験片の残留応力の測定結果	44
3.2 疲労試験結果	44
3.3 ヒステリシスループ	46
4. 開発 Wilkinson 法プログラムの検証実験結果	48
4.1 諸言	49
4.2 曲げ試験片バルク組織観察	49
4.3 三点曲げ試験の Wilkinson 法による解析	50
4.4 CrossCourt3 と開発プログラム計算結果比較	52
5. 残留応力の絶対値分布の推定	56

目次

5.1 緒言	57
5.2 疲労試験片バルク組織の観察及び応力相対値の計算結果	57
5.3 疲労試験片表層の EBSD 観察結果	60
5.3 Wilkinson 法における基準点選択法の検討結果	64
5.4 疲労試験片の表層の相対応力の計算結果	66
5.5 介在物周りの相対応力の計算結果	69
5.6 提案モデルの適用と考察	72
5.6.1 X 線回折強度の計算	72
5.6.2 提案モデルの適用	73
5.6.3 提案モデルの妥当性考察	75
6. 結論	76
6.1 結論	77
6.2 今後の展望	78
7. 参考文献	79
8. 付章	87
8.1 X 線残留応力測定における各試験片の $d - \sin 2\psi$ 線図	88
8.2 ハイパスフィルタを導入した場合の計算結果	90

図目次

Fig. 1-1 Schematic illustration of ASD and PSA	10
Fig. 1-2 ε -N curve.....	12
Fig. 1-3 LMP depth of specimens.....	13
Fig. 2-1 The shape of the specimen	18
Fig. 2-2 Direction of stress or strain in a Coordinate system.....	19
Fig. 2-3 Schematic illustration of ISO-inclination method and side inclination method.....	21
Fig. 2-4 Measurement position of X-ray diffraction analysis	22
Fig. 2-5 Example of Kikuchi pattern.....	23
Fig. 2-6 Detected peaks in Hough space	24
Fig. 2-7 Examples of high and low IQ Kikuchi pattern	24
Fig. 2-8 Schematic illustration of LMPs which are same value in each grain.....	25
Fig. 2-9 Schematic illustration of LMPs that each elements has different value in each grain.....	26
Fig. 2-10 Schematic illustration of electron beam diffraction	27
Fig. 2-11 Flowchart of Wilkinson method	28
Fig. 2-12 Example of ROI extraction.....	29
Fig. 2-13 Schematic illustration of strain gauge on the specimen.....	32
Fig. 2-14 Picture of three-point bending tester	33
Fig. 2-15 Schematic illustration of EBSD observation area-1.....	33
Fig. 2-16 Schematic illustration of polishing of specimens	37
Fig. 2-17 Schematic illustration of EBSD observation area-2.....	37
Fig. 2-18 Schematic illustration of X-ray residual stress measurement.....	40
Fig. 2-19 Schematic illustration of X-ray diffraction in the specimen.....	40
Fig. 3-1 Results of fatigue tests(graph)	45
Fig. 3-2 Hysteresis loop of EP1 ($\Delta\varepsilon = 1.4\%$).....	46
Fig. 3-3 Hysteresis loop of EP1 ($\Delta\varepsilon = 0.8\%$).....	47
Fig. 4-1 Coordinate system-1	49
Fig. 4-2 Inverse pole Fig. (left) and GROD (right) map of SUS304 bulk matrix	49
Fig. 4-3 IPF (left) and GROD (right) map of 3 point bending test-2.....	51
Fig. 4-4 Relative Bending strain map of 3 point bending test.....	51
Fig. 4-5 Scatter diagram of grain1: difference of bending strains and distance from the top.....	51
Fig. 4-6 Scatter diagram of grain2 : difference of bending strain and distance from the top.....	52
Fig. 4-7 Scatter diagram of grain3 : difference of bending strain and distance from	

图目录

the top (all data : left, only $a \geq 400$ data : right).....	52
Fig. 4-8 IPF (left) and GROD (right) map of 3 point bending test-1.....	53
Fig. 4-9 Relative strain distribution calculated by CrossCourt3	54
Fig. 4-10 Relative strain distribution calculated by self-making program	55
Fig. 5-1 Coordinate system-2	57
Fig. 5-2 IPF map of Inconel 718 bulk matrix.....	58
Fig. 5-3 Relative stress of Inconel 718 bulk matrix	59
Fig. 5-4 Matching index map (left) and IQ map (right) of Inconel 718 bulk matrix.....	59
Fig. 5-5 IQ distribution of bulk matrix	59
Fig. 5-6 IPF map of R2, EP1 and EP3 surface layer	61
Fig. 5-7 GOS map of R2, EP1 and EP3 surface layer	62
Fig. 5-8 GROD map of R2, EP1 and EP3 surface layer	63
Fig. 5-9 Distribution of matching index-1.....	64
Fig. 5-10 Distribution of matching index-2.....	66
Fig. 5-11 Relative axial stress distribution of specimens	68
Fig. 5-12 Relative axial stress deviation – centroids of crystals diagram	69
Fig. 5-13 Results of area analysis by EDX.....	69
Fig. 5-14 SEM image and relative stress around inclusions of EP1 surface layer. 70	
Fig. 5-15 SEM image and axial relative stress around inclusions of EP3 surface layer.....	71
Fig. 5-16 GROD map around inclusions of EP1 surface layer	71
Fig. 5-17 Relative intensity of X-ray	73
Fig. 5-18 Relative axial residual stress distribution (top) and estimated absolute axial stress distribution (bottom) of EP1 surface layer	74
Fig. 5-19 Converged f_d and $\sigma_{ave}(d)$ at $\psi=0$	74
Fig. 8-1 $d\text{-}\sin^2\psi$ diagrams of specimens	89
Fig. 8-2 Relative strain distribution calculated by self-making program with HPF	90

表目次

表目次

Table 1-1 Machining conditions of specimens used in the previous study	12
Table 1-2 Number of the specimens used in the previous study	12
Table 2-1 Chemical composition [mass%]	17
Table 2-2 Tensile properties	17
Table 2-3 Processing conditions of specimens	18
Table 2-4 Number of the specimens tested in this study	19
Table 2-5 Conditions of X-ray residual stress analysis	22
Table 2-6 Conditions of SEM-EBSD observation and Wilkinson method -1	34
Table 2-7 Conditions of SEM-EBSD observation and Wilkinson method -2	35
Table 2-8 Conditions of SEM-EBSD observation and Wilkinson method -3	38
Table 3-1 Results of X-ray diffraction analysis	44
Table 3-2 Results of fatigue tests (table)	45
Table 5-1 Average matching index categorized by GOS-1	64
Table 5-2 Average matching index categorized by GOS-2	65
Table 5-3 Values of parameters for equation (2.30)	72

1. 序論

1.1 研究の背景

疲労損傷を受ける機器は設計寿命に基づき運用がなされ、設計寿命の設定に際しては実機条件における疲労損傷を適切に予測することが重要となる。しかし、供用期間を終了した機器を検査したところ、設計時に想定していたき裂が発生していないことが報告されている。これは、疲労損傷の推定精度が不十分であり、機器の寿命に対する安全裕度を過大に付与した結果、機器が過剰品質状態となっていることを意味する。近年の国際的な競争の激化や資源価格の高騰の中、このような過剰品質の問題は一層重要視されるようになり、品質の適正化の要請が強まっている。

従来、構造物の設計には、各種製品分野の規格で定められた決定論的安全係数を強度側にかけることで安全を確保する許容応力設計法(Allowable Stress Design Method; ASD)が用いられている。決定論的安全係数には、材料強度のばらつきや荷重の見積りの不確かさを考慮されているが、その根拠は明確化されていない場合が多く、ほとんどは経験的または包括的な要素が含まれている。ASD による設計は容易ではあるが、損傷モードの対応が不明瞭である点や裕度の定量評価が困難である点といった短所もある。

ASD に対して、荷重や材料強度の統計量(平均や標準偏差など)から、安全裕度の定量的評価を行う手法として、確率的安全評価(Probabilistic Safety Analysis; PSA)がある。荷重・耐力係数設計法(Load and Resistance Factor Design; LRFD)法は、PSA 手法の一種で、所定の破損確率の確保するための部分安全係数を設定する手法であり、比較的簡便で合理的な信頼性設計法である[1]。Fig. 1-1 Schematic illustration of ASD and PSA に ASD[2]および PSA[3]の模式図を示す。

Harvey によると、Fig 中に示した ASME 規格において、寿命側に対するマージンとしては、「データのばらつき, 2.0」, 「寸法効果, 2.5」, および「表面仕上げ, 環境, その他, 4.0」を考慮している[4]。

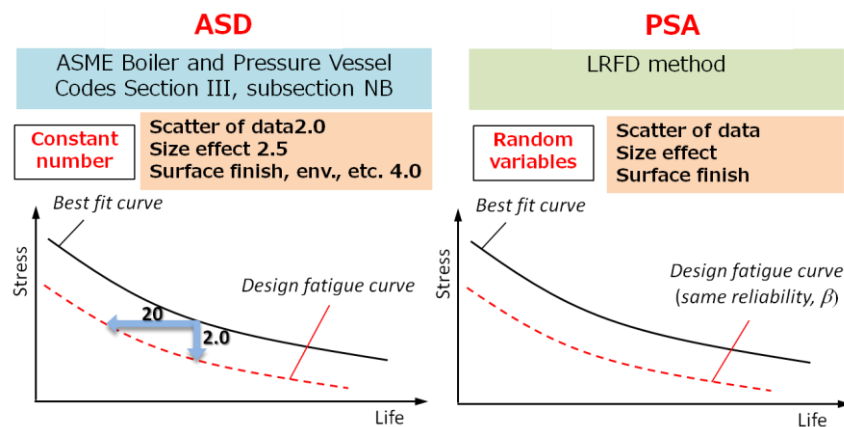


Fig. 1-1 Schematic illustration of ASD and PSA

1.2 疲労寿命に及ぼす表面仕上げの影響

固体表層は材料特有の物理・化学的特性を持つ層により構成されており，加工を受けた金属においては変形層が生じ，その最上層ではベイルビー層と呼ばれる微細結晶組織を有する．また，一般に，変形層においては弾性ひずみ，塑性変形等に由来する材料の硬化・軟化が生じている[5]．

表面，表層の性状は疲労寿命に影響を与えることが知られている[6]．Yuri らは表面粗さの異なる試験片，ノッチを有する試験片を用い疲労試験を実施した．そして，表面が粗い試験片では短寿命となり，ノッチ試験片ではさらに短寿命となると報告している[7]．竹内は，同程度の表面粗さを持つ試験片であっても，旋削仕上げのものとペーパー仕上げのものとは疲労寿命が異なると報告している[8]．森井らは，窒化処理により化合物層，拡散層からなる表面硬化層を導入したチタンを用い，平面曲げ試験を実施した．そして，化合物層は疲労強度を下げ，拡散層は疲労強度を上昇させると報告している[9]．米倉らは，WPC(Wide Peening Cleaning)処理，ショットピーニング処理を施したクロムモリブデン鋼を用い回転曲げ疲労試験を実施した．そして，WPC 材とショットピーニング材とでは，WPC 材がより長寿命となり，両者の表層の残留応力，硬さの分布特性，疲労過程での残留応力減衰挙動が異なっていると報告している[10]．Nakamura らは，Ti-6Al-4V, Inconel 718 に対し低サイクル疲労を実施し，ショットピーニング処理を施した試験片においてのみ内部起点の破壊が確認されたと報告している[11]．このように，表面仕上げの疲労寿命へ与える影響は，表面粗さ，傷，加工硬化，残留応力等の多くの因子から構成されるものである．

また，たとえ試験片レベルであっても，疲労寿命はばらつきが大きいことが知られている．固体表層における機械的特性や幾何的形狀はばらつきを有しており[10][12]，疲労寿命のばらつきを生む一因であると考えられる．疲労による微小き裂の発生，成長は局所領域で生じるものであるため，試料の平均的特性というよりむしろ，微小组織のレベルでの特性から表面仕上げの影響を考慮することが望ましい．それにより，各影響因子の持つ物理的意味の把握や，ばらつきを含めたレベルでの疲労寿命の取扱いの合理化を一層進めることが可能となると考えられる．

1.3 先行研究

一昨年度の当研究室卒業生である桐谷により行われた先行研究[13]において，異なる表面仕上げを施した三種(R1 材,R2 材,EP 材)の表面が平滑な試験片を用意に対し，疲労試験を実施した．各種試験片の加工条件を Table 1-1 に示す．そして，電子後方散乱回折法 (Electron BackScatter Diffraction Method 以下，“EBSD 法”) により疲労試験前の各種試験片の表層を観察し，局所的方位差パラメータ (Local Misorientation Parameter, 以下“LMP”) を

1.序論

基に表層ダメージ層を定義し、疲労寿命を確率的に取り扱った。Table 1-1 に試験片加工条件を, Table 1-2 に各試験片の疲労試験本数を, Fig. 1-2 に疲労試験結果を, Fig. 1-3 に EBSD 法による表層ダメージ層の測定結果を示す。但し, Fig. 1-2 で示した疲労試験結果は, 試験片平行部中央より破断していないものも併せて表示しており, 特に EP 材に関しては, 先行研究において試験片中央部より破断した試験片を得ることはできていない。

Table 1-1 Machining conditions of specimens used in the previous study

Specimen	Rev. [rpm]	Feed [mm/rev]	Cut depth [mm]
R1	500	0.05	$\Phi 0.3$
R2	500	0.05	$\Phi 1.2$
EP	Electrolytic Polishing $\Phi 0.07$		

Table 1-2 Number of the specimens used in the previous study

Sample No.	$\Delta\varepsilon=0.8\%$	$\Delta\varepsilon=1.4\%$
EP	2	2
R1	3	3
R2	3	3

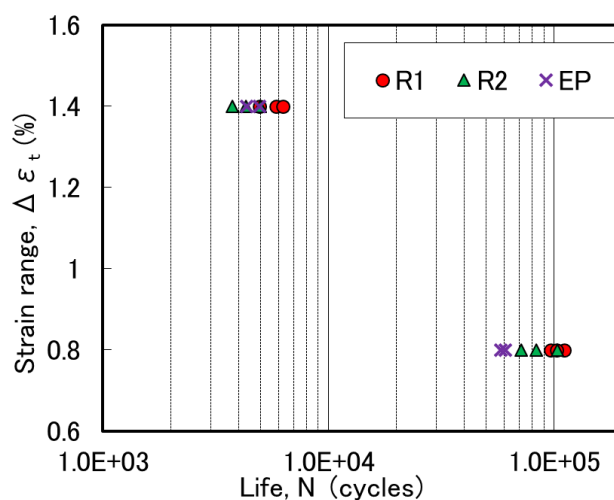


Fig. 1-2 ε -N curve

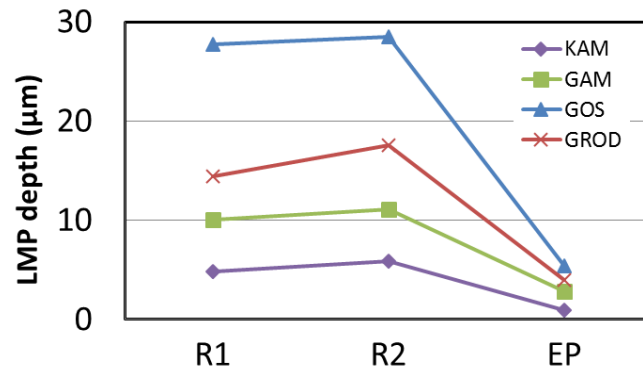


Fig. 1-3 LMP depth of specimens

R1 材と R2 材の疲労寿命に関し、表層ダメージが深く導入されている R2 材の方がより短寿命となる傾向は見受けられるものの、有意水準 5%のもと t 検定を行ったところ、いずれの全ひずみ範囲においても寿命に有意差は生じていないという結果となった。一方、表層ダメージの小さい EP 材と、表層ダメージの最も大きい R2 材に同様の検定を実施したところ、全ひずみ範囲 0.8%の場合は EP 材の寿命が有意に短いという結果を得た。よって、試験片平行部中央より破断した EP 材を得られていないものの、LMP により定義される表層ダメージの疲労寿命へ与える影響は小さく、他の因子の影響がより支配的であると考えられる。残留応力の疲労寿命への影響は低ひずみ振幅領域で顕著であるとされており [10][14], EP 材の疲労寿命の傾向と合致していることから、残留応力が支配的な因子として有力であると推察される。また、Fig. 1-2 より、表面仕上げが疲労寿命に与える影響はひずみ振幅に依存しているといえ、ひずみ振幅の影響が考慮されていない現行の決定論的安全係数は不条理であると言える。

1.4 残留応力の測定手法

一般に、残留応力は空間的なスケールに基づき、type1~type3 の 3 種に分類される [15]. type1 は結晶粒のサイズより遥かにスケールが大きく、多くの結晶粒に関し平均化された残留応力を指す。type1 残留応力の測定は広く行われており、X 線回折法、切断法等様々な手法が存在する。type2 は微視組織単位における残留応力を指し、多結晶材における個々の結晶粒の平均残留応力を表す。type2 残留応力の測定手法としては、3D-XRD(X-ray Diffraction)が挙げられる。type3 残留応力は、転位周りの応力や、結晶粒内での応力の分布を示す。type3 の残留応力の測定手法の一つが、DAXM(Differential Aperture X-ray Microscope)法である。DAXM 法における空間分解能は $0.5\mu\text{m}$ 程度であり、ひずみを $\pm 0.01\%$ の精度で測定することが可能である [16][17]. さらに詳細な空間分解能を有する測定手法としては、CBED(Convergent-Beam Electron Diffraction)法や、nED 法(nano Electron Diffraction)法が挙げられる。しかし、これらの手法は、TEM(Transmission Electron

Microscope)により行うため試料を薄片化する必要があること、また、測定の自動化がなされていない、測定精度が比較的悪いといった問題がある。一方、近年 EBSD 法を利用した Wilkinson 法が提唱されている。EBSD の空間分解能は数十~数百 nm[18]と DAXM 法より詳細であるため、Wilkinson 法はより微視的に残留応力を捉えることが可能である。しかし、Wilkinson 法は残留応力を相対値によってしか捉えることができないという問題点を有している。

1.5 Wilkinson 法とその課題

EBSD 法を通じ得ることのできる菊池パターンは、測定点の結晶格子のひずみ量に応じて微小に変化する[19]。菊池パターンを利用し弾性ひずみ評価を試みた研究として、Keller らは、菊池パターンの鮮明さを示す IQ(Image Quality)値の分布より、弾性ひずみ勾配を評価し、有限要素法による解析結果との相関を指摘している[20]。また、Wilkinson は、菊池パターンのバンド幅よりブラッグ角を計算し、弾性ひずみを求めるという手法では、 $\pm 5.0 \times 10^{-3}$ 程度の精度が限界であると指摘している[21]。そして、Wilkinson らは、各測定点の菊池パターン像より特定の大きさの領域を多数抽出し、基準とする菊池パターンの抽出領域との間で相関係数の計算から両画像間の ROI 移動量を計算することを通じ、基準に対する相対的な弾性ひずみを求める計算法を考案した[19]。現在この手法は Wilkinson 法と呼ばれている。本手法は EBSD 各測定につき残留ひずみを測定することが可能であるため、空間分解能が走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope, 以下"SEM")の電子線プローブ径に応じて数十~数百 nm[18]と非常に優れており、結晶粒内のひずみ分布を得ることができる。また、得られたひずみ分布を応力に変換することで、残留応力分布を得ることができる。また、Wilkinson 法を通じ、幾何学的に必要な転位(GND 転位)の密度を推定することも可能である[22]。Wilkinson 法の詳細な計算法の説明は 2 章で行う。

本手法の課題は主に 2 つ存在する。1 点目は、計算値の誤差の問題である。Britton らは、10%ひずみ付与後除荷を施した銅に関し Wilkinson 法を適用したところ、ひずみ値が予想せぬほど大きな値となると報告している。さらに、その原因は微小変形理論の適用及び、結晶方位の回転による菊池パターン像の回転移動成分が弾性変形による移動成分を大きく上回ったことにより弾性変形による移動成分を精度よく分離することができないことにあると指摘し[23]、シミュレーション的に作成した菊池パターンを用いてこれらの影響を評価している[24]。また、文献[19]において Wilkinson 法におけるひずみの計算誤差は $\pm 0.01\%$ と指摘されている。しかし、この値はダメージがほとんど導入されていない測定点より得た、鮮明な菊池パターンを用いた場合の予測値であり、菊池パターンの鮮明さの影響に関してはほとんど考慮されていない。

2 点目の課題は、基準点のひずみ値が不明である場合、ひずみの絶対値を得ることができないことである[25]。特に多結晶体においては、結晶粒内でひずみごく小さい領域が予想

できない、またはそもそも存在しないことも考えられるため、重大な問題となっている。この問題に対し、無ひずみの菊池パターンをシミュレーション的に作成するというアプローチが行われている[26]-[28]ものの、現行の手法では EBSD スクリーンと試料測定点との間の位置関係の測定精度が不十分であり、弾性ひずみ計算精度が $\pm 1\%$ と実用に際し十分な精度を確保することができていない[29]。以上のように、この問題を解決する方法は現在のところ存在していないため、最もひずみが 0 に近いと予想される点が基準とする菊池パターンの選定基準となることが多い。しかし、このような基準点の選択法は、応力・ひずみの絶対値に近い値を得る上では有効性があると考えられる反面、基準点に対する相対値の誤差を抑える上では必ずしも有効ではないと思われる。

1.6 研究目的

本研究の目的は、表面仕上げが疲労寿命に与える影響の解明に向け、残留応力の絶対値分布の推定手法を提案することである。

上記の目的の達成のため、本研究では、第一に、先行研究[13]で使用した共試材に対し疲労試験及び X 線回折による残留応力測定を実施し、表面仕上げにより導入される残留応力が疲労寿命に影響することを確認する。第二に、Wilkinson 法における、誤差抑制の観点からの基準点の選択法の検討、Wilkinson 法による疲労試験片表層の相対値による応力分布の計算を実施する。さらに、これらの検討・計算結果と X 線回折による残留応力測定結果を元に、残留応力の絶対値による分布の推定手法を提案する。

2. 研究手法

2.1 諸言

本章においては、まず、表面仕上げにより導入される残留応力が疲労寿命に影響することを確認するために実施した疲労試験に関し説明する．次に、残留応力の絶対値推定モデルの適用に際し用いる Wilkinson 法の概要の説明を行う．そして、Wilkinson 法における基準点の選択法の検討のため開発した、Wilkinson 法プログラムの検証実験に関し説明を行う．そして、本研究で提案する残留応力の絶対値分布の推定モデルの適用に際し、誤差を抑制するために実施した、Wilkinson 法における基準点選択法の検討に関し説明を行う．そして、提案モデルを疲労試験片表層に適用する前段階として、Wilkinson 法による疲労試験片表層の残留応力の相対値の分布の観察方法を説明し、最後に、本研究で提案する残留応力の絶対値分布の推定モデルに関し説明する．

2.2 疲労試験

本節においては、先行研究[13]における共試材を用い、残留応力の疲労寿命への影響を確認するため実施した疲労試験について記述する．尚、本研究における試験片加工、疲労試験は株式会社神戸工業試験場の協力の下実施された．

2.2.1 供試材および試験片

本研究で用いた供試材は、ジェットエンジン材料の Ni 基超合金 Inconel 718 (Alloy718) である．Inconel 718 は 1228K で 1 時間溶体化処理を施し、その後 991 K で 8 時間、894K で 8 時間保持の二段時効処理を施している．Table 2-1 と Table 2-2 にミルシートに記載された化学成分および引張特性を示す．また、Fig. 2-1 に試験片形状および寸法を示す．尚、試験片材料、形状ともに先行研究[13]を踏襲している．

Table 2-1 Chemical composition [mass%]

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al	Mo	Ti	Co	B	Nb+Ta	Fe
0.03	0.10	0.06	0.007	0.0005	18.32	52.47	0.53	2.90	0.98	0.25	0.004	5.26	bal.

Table 2-2 Tensile properties

0.2 % proof strength, $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength, σ_{UTS} (MPa)	Elongation, δ (%)	Reduction of area, ϕ (%)
1117	1393	29.4	52.0

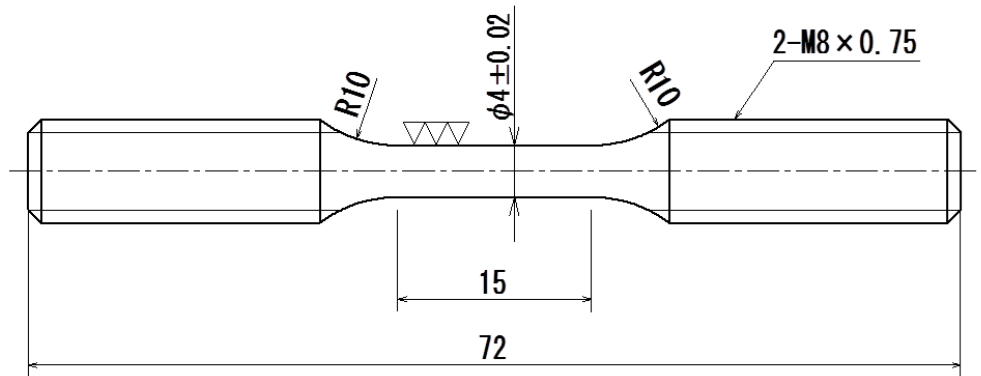


Fig. 2-1 The shape of the specimen

2.2.2 試験片加工条件及び試験本数

本研究にて用いられた試験片の加工条件を，先行研究[13]における試験片の加工条件とあわせて示す．尚，先行研究における EP 材を以後 EP1 材と呼ぶこととする．EP2 材,EP3 材の加工条件は，電解研磨量を増やすことにより，EP1 材と同様に高 LMP 層を除去された状態にしつつ，EP1 材より残留応力を低減することができると考え決定した．但し，EP2 材については電解研磨により表面に凹凸が生じ，先行研究[30]の結果より表面粗さの影響を大きく受けると予想されたため疲労試験を実施しなかった．本研究で実施した EP1 材の追試験本数，EP3 材の試験本数を Table 2-4 に示す．尚，先行研究における各種試験片の試験本数は，Table 1-2 に示している．

Table 2-3 Processing conditions of specimens

No.	Rev. (rpm)	Feed (mm/rev)	Cut depth(mm)	Tip	Cutting fluids
R1	500	0.05	$\Phi 0.3$	PR1125 honing tip (R0.8)	Used
R2	500	0.05	$\Phi 1.2$	PR1125 honing tip (R0.8)	Used
EP1	Electrolytic Polishing $\Phi 0.07$				
EP2	Electrolytic Polishing $\Phi 0.2$				
EP3	Mechanical Polishing $\Phi 0.09$, Electrolytic Polishing $\Phi 0.03 \sim 0.04$				

Table 2-4 Number of the specimens tested in this study

Sample No.	$\Delta\varepsilon=0.8\%$	$\Delta\varepsilon=1.4\%$
EP1	2	2
EP3	1	1

2.2.3 X線回折装置による試験片の残留応力測定

残留応力の疲労寿命への影響を確認するため、X線回折装置による残留応力測定を実施した。本項では、X線残留応力測定の概説及び、測定条件を記す。

2.2.3.1 X線応力測定法概説

Fig. 2-2 のような座標系を考える。但し、3方向を自由表面垂直方向とする。

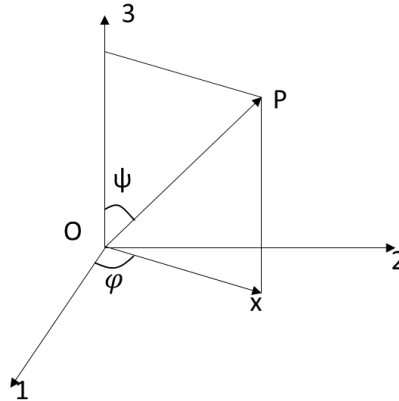


Fig. 2-2 Direction of stress or strain in a Coordinate system

OP 方向のひずみ $\varepsilon_{\varphi,\psi}$ は式(2.1)のように表される。X線の侵入深さは数十 μm 程度であるため、平面応力状態を仮定し、さらに(2.2)式を利用すると、(2.1)式は(2.3)式と書き直せる。(2.3)式はX線応力測定の基礎式と呼ばれる。

$$\varepsilon_{\varphi,\psi} = \frac{1+\nu}{E}(\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi - \sigma_{33})\sin^2\psi + \frac{1+\nu}{E}\sigma_{33} - \frac{\nu}{E}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1+\nu}{E}(\sigma_{31}\cos\varphi + \sigma_{23}\sin\varphi)\sin 2\psi \quad (2.1)$$

ν : ポアソン比

$$\sigma_{xx} = \sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi \quad (2.2)$$

2.研究手法

$$\varepsilon_{\phi,\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{xx} \times \sin^2\psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (2.3)$$

波長 λ の特性X線を多結晶試料に照射すると、X線は式(2.4)で示される回折条件(Braggの式)を満足する結晶粒によって回折される。試料にひずみが生じると、回折面間隔が変化し、回折角が変化する。式(2.4)を波長 λ について全微分すると式(2.5)が得られる。ひずみと格子面間隔の関係性と、式(2.5)より式(2.6)を得ることができる。式(2.3)、(2.6)より式(2.7)が得られる。この式は、 $\theta_{\phi,\psi}$ が $\sin^2\psi$ と線形関係にあることを示している。よって、複数の ψ で回折角 $\theta_{\phi,\psi}$ を計測し、 $\theta_{\phi,\psi} - \sin^2\psi$ 線図の傾きを求めることで σ_{xx} が計算可能である。実際の測定においては、一般的に回折角として 2θ が測定されるため、 $2\theta_{\phi,\psi} - \sin^2\psi$ 線図が使われる。尚、式(2.7)を、 $d_{\phi,\psi}$ を用いて書き直すと、式(2.8)のようになる。応力計算に際しては、一般的には最小二乗法を用いて $2\theta_{\phi,\psi} - \sin^2\psi$ 線図または $d_{\phi,\psi} - \sin^2\psi$ 線図の傾きを計算している[31]-[34]。

以上がX線応力測定において最も一般的な $\sin^2\psi$ 法の測定原理である。 $\sin^2\psi$ では、X線侵入深さ内が平面応力状態であること、X線侵入深さ内に応力こう配がないことが仮定されている。よって圧延などの強加工、有向性加工を施し、これらの仮定がもはや妥当とはいえない場合では、 $\theta_{\phi,\psi}$ と $\sin^2\psi$ 線形関係が成り立たなくなり[35]-[37]、大きな誤差を生じる可能性がある[38]。また、測定域を代表する残留応力値を得るためには、測定ゲージ体積内に回折条件を満たす粒が十分多数存在する必要がある、ゲージ体積内に1000個程度の結晶粒が存在していなければならないとされる[39]。

実際の測定においては、回折角を求めるため、X線回折強度曲線(X線強度-検出器走査角度線図)を測定する。測定時における、検出器を走査する面の取り方により、並傾法、側傾法の2種類に分類できる(Fig. 2-3)。得られた回折強度曲線より、回折強度のピークとなる角度を求め、回折角を決定する。回折ピークの計算手法には、半値幅法、重心法など、多くの手法が用いられている。

$$\lambda = 2d\sin\theta \quad (2.4)$$

λ : 波長

d : 結晶面間隔

θ : 視斜角

$$\Delta\theta = -\tan\theta \frac{\Delta d}{d} \quad (2.5)$$

$$\varepsilon_{\varphi,\psi} = \frac{d_{\varphi,\psi} - d_0}{d_0} \approx -\cot\theta_0(\theta_{\varphi,\psi} - \theta_0) \quad (2.6)$$

$d_{\varphi,\psi}$: 試料回折面間隔

d_0 : 無ひずみ状態での試料回折面間隔

$\theta_{\varphi,\psi}, \theta_0$: $d_{\varphi,\psi}, d_0$ に対応する回折角

$$\theta_{\varphi,\psi} = \frac{-(1+\nu)}{E} \sigma_{xx} \tan\theta_0 \times \sin^2\psi + \frac{\nu}{E} \tan\theta_0 (\sigma_{11} + \sigma_{22}) + \theta_0 \quad (2.7)$$

$$d_{\varphi,\psi} = d_0 \left(\frac{1+\nu}{E} \sigma_{xx} \times \sin^2\psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \right) + d_0 \quad (2.8)$$

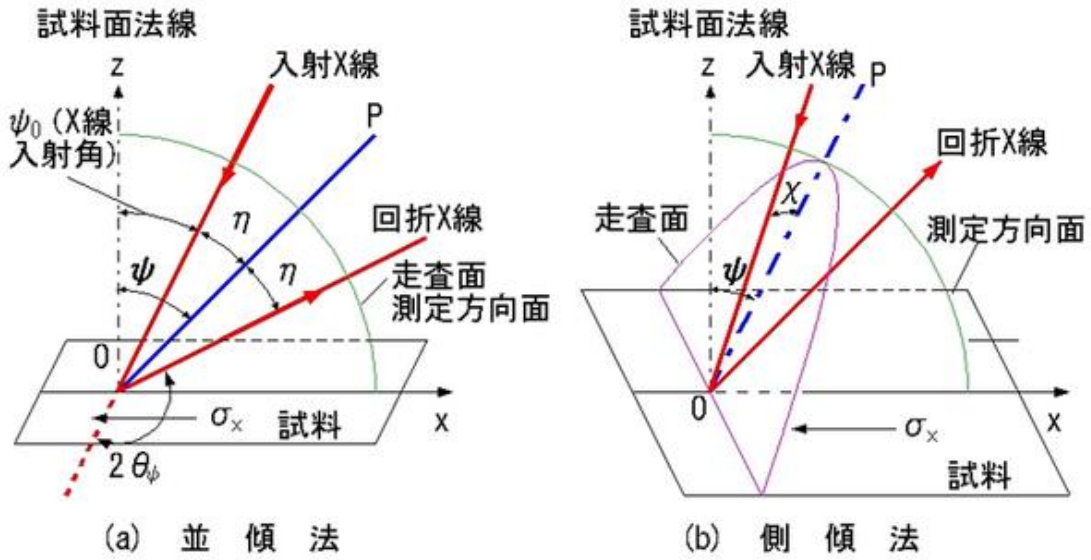


Fig. 2-3 Schematic illustration of ISO-inclination method and side inclination method

(<http://www.rist.or.jp/atomica/data/pict/08/08040216/04.gif> より引用)

2.2.3.2 X線応力測定条件

測定装置は Stresstech 社製 X3000+G2 ゴニオメーターを使用した．測定は株式会社 IHI 検査計測に依頼し，軸方向応力のみに対して実施した．測定条件を Table 2-5 に，測定位置を Fig. 2-4 に示す．

Table 2-5 Conditions of X-ray residual stress analysis

菅球	Mn - K α
測定方法	側傾法
回折面	311
照射領域	$\Phi 0.8\text{mm}$
光学系	集中法
回折ピーク計算法	Cross-Correlation 法
弾性定数	220GPa
ポアソン比	0.29

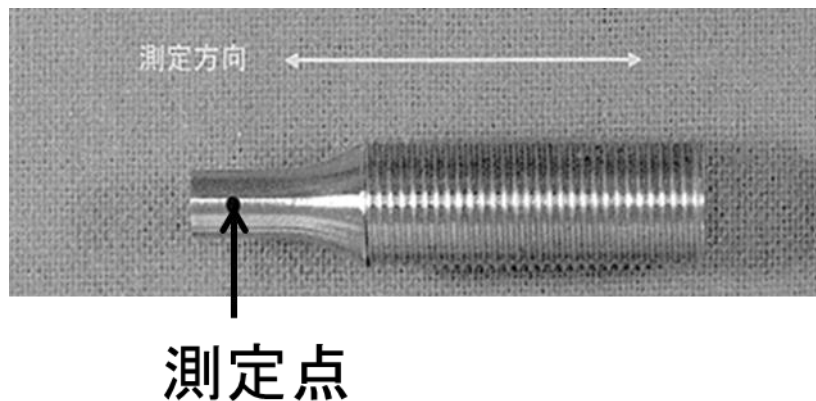


Fig. 2-4 Measurement position of X-ray diffraction analysis

2.2.4 疲労試験手法

低サイクル疲労試験は，JIS Z2279 に則り実施した．試験機には電気油圧式サーボ疲労試験機を用い，ひずみ制御の下，ひずみ振幅一定，室温大気中，ひずみ速度 0.4%/s，波形は三角波，ひずみ比 $R = -1$ の完全両振りで試験を行った．ひずみ範囲 ($\Delta\epsilon$) 0.8%と 1.4% の 2 種類で行った．また，破損繰返し数は，引張側ピーク応力が，値がほぼ一定となる疲労寿命中期における値の 75%に低下した時点，または試験片の破断時とした．

2.3 Wilkinson 法概説

本研究では相対残留応力・ひずみ分布の計算に Wilkinson 法を用いた。また, Wilkinson 法の適用のためには EBSD 法より得ることのできる菊池パターンが不可欠である。そこで, 本節では EBSD 法, 菊池パターン, Wilkinson 法計算手順に関し, 説明を行う。

2.3.1 EBSD 法

SEM 試料室内にて約 70° 傾斜させ設置された試料に対し電子線を照射すると, 試料表面における結晶面にて電子線後方散乱回折が生じる。この回折模様を蛍光スクリーンに投影し, CCD カメラにより取り込むことで菊池パターンと呼ばれる電子線の回折模様が得られる。こうして得られた菊池パターンをもとに指数付けを行い, 測定点の結晶方位測定を行う。以上のような結晶方位解析手法が EBSD 法である。菊池パターンの一例を Fig. 2-5 に示す。菊池パターンのバンドは試料の結晶面と対応関係にあり, Hough 変換を用いこれらのバンドを検出することを通じ, 誤差 1° 以内と高精度で結晶方位を決定することができる。また, EBSD 法は電子線の角度走査が不要であるため従来技術と比べ高速で測定が可能である。また, EBSD 法は空間分解能に優れ, 結晶方位のマッピングデータを通じ, 局所的な試料組織の状態を解析することが可能である[18]。

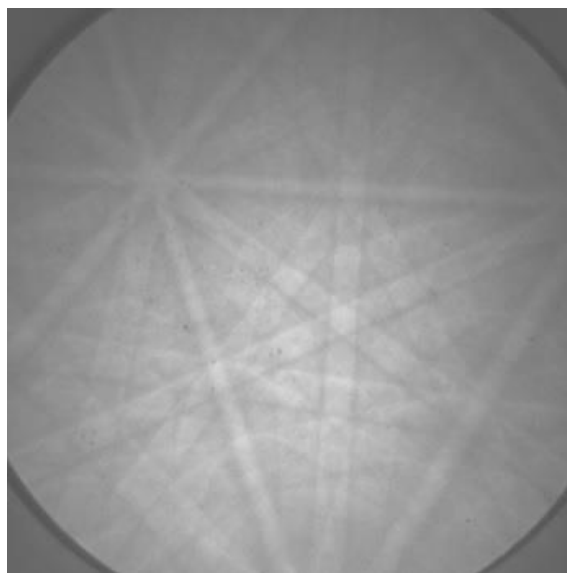


Fig. 2-5 Example of Kikuchi pattern

本研究で用いる EBSD 法に関する用語として, IQ(Image Quality)値, 代表的な LMP に関し説明する。

IQ 値は, CCD カメラにより観察されたバンドを Hough 変換した後, Hough 空間上における各ピーク値の強度(Fig. 2-6)の総和をとることで計算される。菊池パターン発生領域の

2.研究手法

結晶性が良いほどバンドが鮮明になるため、IQ 値は定性的に結晶性の良好さを示す。ただし、測定試料の原子番号の大きさ、測定点の結晶方位、コンタミネーションや酸化被膜、試料表面の研磨傷なども IQ 値に影響を及ぼす[18][40]。また、結晶粒界の近傍における菊池パターンは、隣接する結晶粒の菊池パターンの重ね合わせのようになることが多々観察され、IQ 値が低くなる傾向にある。Fig. 2-7 に IQ の高い菊池パターンと IQ の低い菊池パターンの例を示す。

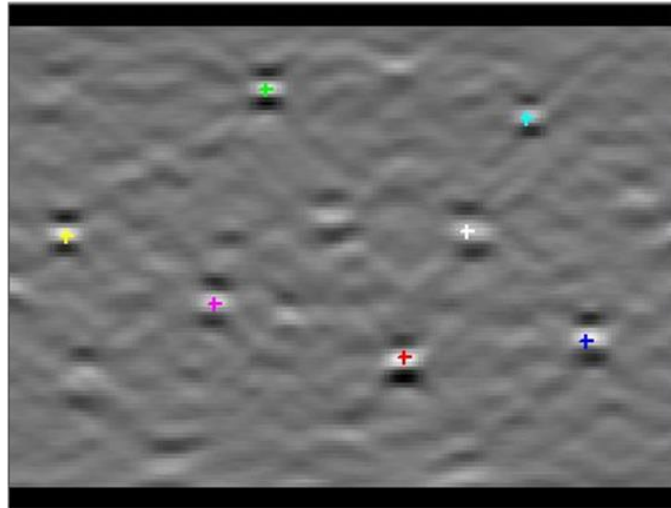


Fig. 2-6 Detected peaks in Hough space

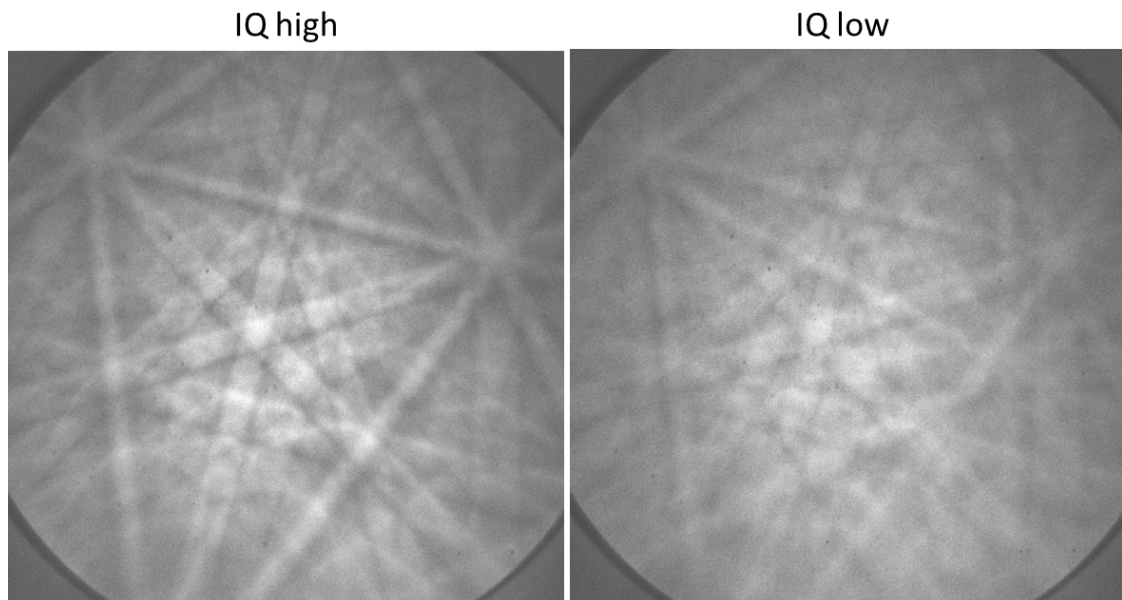


Fig. 2-7 Examples of high and low IQ Kikuchi pattern

試料に転位が導入されると、原子配列の乱れにより局所的な結晶方位差が生じる[41]が、EBSD では、LMP を利用することにより、局所的な結晶方位差を評価することが可能であ

る．代表的な LMP は以下の 4 種である．

- Grain Average Misorientation(GAM)
- Grain Orientation Spread(GOS),
- Kernel Average Misorientation(KAM)
- Grain Reference Orientation Deviation(GROD)

各 LMP の定義および特徴を Fig. 2-8, Fig. 2-9,式(2.9)~(2.12)に示す．

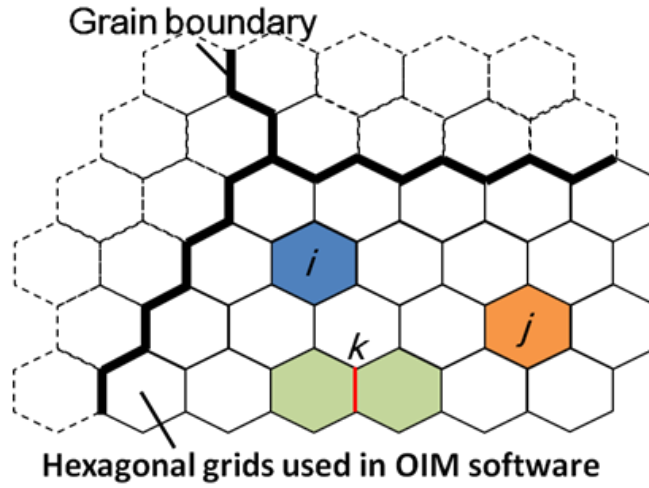


Fig. 2-8 Schematic illustration of LMPs which are same value in each grain

$$GAM = \frac{\sum_{k=1}^{n_B} \alpha_k}{n_B} \quad (2.9)$$

α_k : 隣接測定点との間の結晶方位差

n_B : 同一結晶粒内測定点のなす境界の数

$$GOS = \frac{\sum_{i,j=1}^{n_E} \alpha_{ij(i \neq j)}}{n_E(n_E - 1)} \quad (2.10)$$

α_{ij} : i 番目の要素と j 番目の要素の間の結晶方位差

n_B : 同一結晶粒内の測定点数

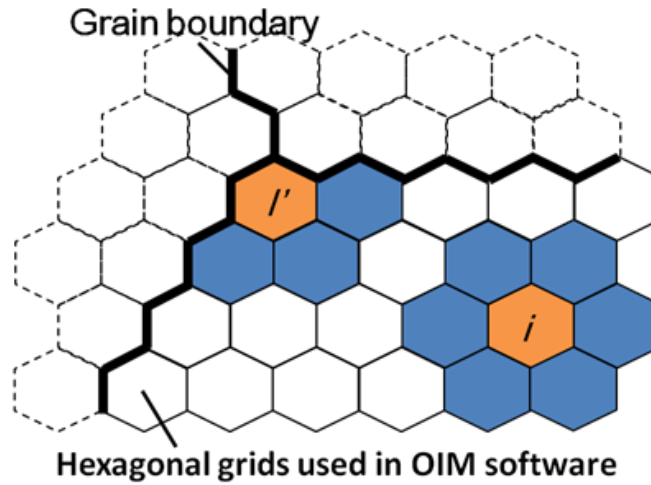


Fig. 2-9 Schematic illustration of LMPs that each elements has different value in each grain

$$\text{GROD} = \alpha_{i,ave} \quad (2.11)$$

$\alpha_{i,ave}$: 粒内の結晶方位平均値との間の方位差

$$\text{KAM} = \frac{\sum_{i=1}^{n_B} \alpha_i}{n_B} \quad (2.12)$$

α_k : 隣接測定点との間の結晶方位差

n_B : 隣接する測定点の数(但し同一結晶粒に限る)

GOS や GAM はある結晶粒全体の方位差, 変形量を反映したパラメータである. 一方で, KAM ,GROD は個々の測定点における方位差を反映したパラメータである. 但し, GROD は結晶方位の基準値との間の方位差であり, 通常, 基準値の選定には結晶粒全体の結晶方位の情報が必要となるため, 結晶粒レベルの情報も含まれている.

Child らはショットピーニングを施した Ni 基合金の試料表面に対して, GOS により定義した塑性変形領域の深さの測定を実施し, ピーニング強度, 高 GOS 領域の深さ, および白色光干渉法で測定した表面粗さに正の相関があることを示した[42].

Kamaya らは GROD と対応関係にある MCD という局所方位差パラメータを定義し, MCD パラメータの値と塑性変形量との間に良い相関があることを示した[43]. このように, LMP は塑性変形や損傷度合いの指標として用いられている.

Wilkinson 法は粒内での結晶方位回転により誤差を生じるため, これらの局所方位差パラメータは, Wilkinson 法の計算誤差と密接に関係することが予測される.

2.3.2 菊池パターンの発生原理

菊池パターンの形成原理は以下の通りである。試料に入射した電子線が試料原子に衝突すると、非弾性散乱により、試料原子が新たな光源であるかのように振る舞い、あらゆる方向に電子線が進む。散乱された電子線の強度は、散乱前の電子線の進行方向に近い方向ほど強くなるという特徴を持つ。Fig. 2-10 に示すように、試料内で散乱された電子線のうち、電子線波長、結晶面に対する電子線の入射角、結晶面間隔との間でブラッグの法則(式 2.4)が満たされた場合に Bragg 回折が生じ、あたかも結晶面で入射電子線が結晶面で反射したかのような方向に回折線が進む。ブラッグの回折条件を満たす角度は、ブラッグ角(θ_B)と呼ばれる。回折線は回折結晶面の法線方向を中心に角度 $90 - \theta_B^\circ$ の半角を有する円錐形に広がり、EBSD スクリーン上で明線、暗線として現れる。電子線回折では θ_B が小さいため、近似的に直線として観察される。以上のような原理によって菊池パターンのバンドが形成され、回折に寄与する各結晶面の影響の重ね合わせの結果、多数のバンド構造を持つ菊池パターンが形成される[18]。このように、菊池パターンのバンドは結晶面と対応関係にあり、菊池パターンは試料測定点の結晶格子に関する情報を有している。よって結晶格子にひずみが生じると、菊池パターンはひずみ量に応じて微小に移動する。

また、菊池パターンを形成する非弾性散乱電子は非弾性散乱電子の内エネルギー損失の極めて少ないものに限られる。電子線は試料原子との相互作用が強いため、EBSD パターンの形成に寄与しているのは試料表面より 30~50nm 程度であり、EBSD パターンの解析により得られるのは、試料のごく表層の情報であるといえる[18]。

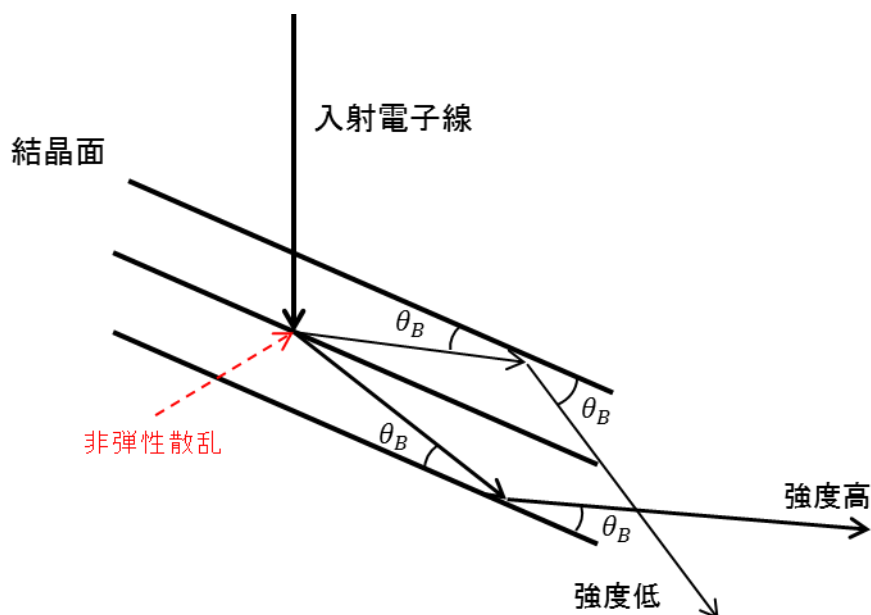


Fig. 2-10 Schematic illustration of electron beam diffraction

2.3.3 Wilkinson 法計算手順

以下では Wilkinson 法による残留ひずみ相対値の計算の手順を説明する．Wilkinson 法のフローチャートを Fig. 2-11 に示す．

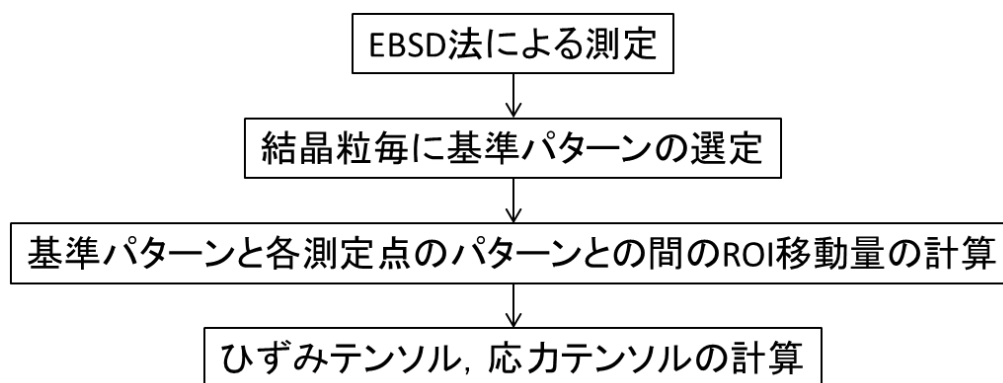


Fig. 2-11 Flowchart of Wilkinson method

2.3.3.1 EBSD 法による測定

Wilkinson 法の適用に際し，まずは試料を EBSD 法により測定し各測定点の結晶方位分布，菊池パターン像を得る．先行研究[19][44]より，菊池パターンの取得条件は後の計算の精度に大きく影響を及ぼすことが確認されており，菊池パターン取得条件には十分留意する必要がある．

2.3.3.2 基準パターンの選定

まずは，結晶粒毎に基準とする菊池パターンを決定する．Wilkinson 法により得られる残留ひずみ，残留応力は，ここで決定した基準パターンの取得箇所に対する相対値となる．よって基本的に基準パターンは，変形域から遠く離れた箇所等の無ひずみと予測される領域の菊池パターンが選ばれる[45][46]．しかし，ひずみ量が既知の場所より基準パターンを得られない場合は，一般的にひずみ量が小さいと予想される，粒内で IQ 値が最大となる点や KAM 値が最小となる点より得た菊池パターンを基準パターンとする[47][48]．

2.3.3.3 基準パターンと各測定点のパターン間の ROI 移動量計算

次に，基準パターンと各測定点より得た菊池パターンより ROI(Region of Interest)と呼ばれる正方形領域を抽出する．ROI は基準パターンと各測定点におけるパターン(以後テストパターンと呼ぶ)の両者において，同一位置より抽出する．本研究においては，ROI の中心が，菊池パターン画像の中央を中心とする円周上になるように抽出した．抽出例を Fig. 2-12 に示す．各 ROI に対し FFT(Fast Fourier Transform)を実施するため，ROI の一辺は

2. 研究手法

2 の倍数のピクセル数である必要がある．ROI の大きさの計算精度への影響は Wilkinson らにより検討がなされており， 256×256 pixel が最も精度が良いとされる[19]．また，先行研究において，ROI の抽出数の計算結果への影響の検討がなされており，ROI は 20 程度取れば，計算値のばらつきの大きさはある値に収束する[49]．

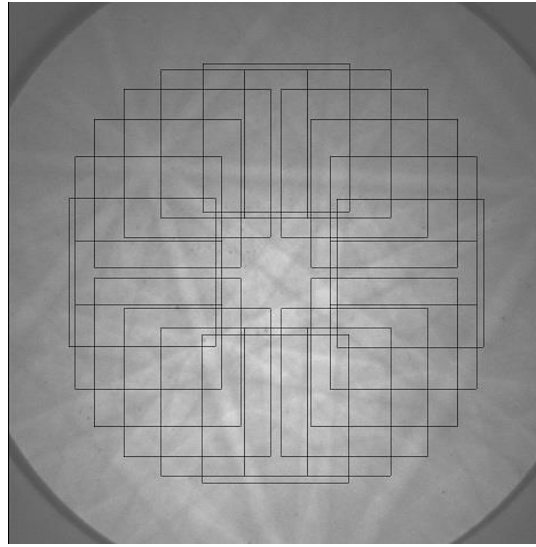


Fig. 2-12 Example of ROI extraction

抽出した両パターン各 ROI に対し FFT を実施し，周波数空間でのフィルタリングによりノイズ除去する．フィルタリング条件に関しては文献[19]において検討されており，ハイパスフィルタのカットオフ周波数は大きすぎても小さすぎても不適當であると指摘されている．そして，基準パターン ROI とテストパターン ROI との間で相関係数(式 2.13)を計算し，両画像間での ROI の移動量を計算する．相関係数は 2 つの画像の類似度を示す値であり，相関係数のピークを求めることを通じ 2 つの画像間の移動量が求まる．しかし，0.01% のひずみによる菊池パターン移動量は 0.05 ピクセル程度であることから[19]，サブピクセルレベルの移動量を精度よく求める必要がある．そのため，式(2.14),(2.15)を用いてサブピクセルレベルの移動量の計算を行う[50]．Wilkinson 法における相関係数の計算においては，パターン取得位置の変化による菊池パターンの平行移動や弾性ひずみによるバンド間隔の変化では相関係数のピーク値はあまり低下しないものの，結晶方位の回転により生じる菊池パターンの回転は相関係数のピーク値を大きく低下させる[48]．本研究では計算時間短縮のため，相関係数は両画像の ROI に FFT を施した後，両者のクロススペクトルを各々のパワースペクトルを利用し規格化することにより計算を行った．尚，一般的には規格化に際し基準パターンのパワースペクトルのみを利用することが多い[51]．

各 ROI につき計算された移動量を用い式(2.16),(2.17)で示される方程式を連立させ，重回帰分析を通じ各偏微分項を求める．但し，これらの式は基準パターンとテストパターンが

2. 研究手法

同一位置より取得されたものであるという前提で立てられたものである．よって ROI 移動量から，基準パターンとテストパターンの取得位置の違いに由来するパターンの平行移動や拡大縮小の影響を差し引いておく必要がある(式(2.18),(2.19))[23]．式(2.6)～(2.10)は，EBSD 測定装置のジオメトリの測定誤差の影響を受けるが，その影響は文献[46]において検討されている．式(2.16),(2.17)の方程式のみではすべての偏微分項の値を求めることは不可能であるが，試料表面において自由表面垂直方向応力は 0 であるため，自由表面における応力境界条件(式 2.20)を加えることで，各偏微分項とひずみテンソルとの関係式(2.21)を通じ，全偏微分項が計算可能となる．そして，式(2.13)によりひずみテンソルを求め，さらに式(2.23)により応力を計算することが可能である．また，式(2.12)により回転テンソルを求めることが可能である．文献[19]において Wilkinson らは，電子線入射位置を変化させた際の菊池パターンを用い，本手法に基づく ROI 移動量計算の精度を調査したところ，ROI サイズ $256 \times 256 \text{pixel}$ に対し $\pm 0.05 \text{pixel}$ の誤差であることを確認した．そして，この誤差により，計算されるひずみに $\pm 0.01\%$ の誤差が見込まれると述べている．

$$\text{相関係数} = \frac{\sum_{x,y} (I_R(x,y) - I_{Ravg}) \sum_{x,y} (I_T(x,y) - I_{Tavg})}{\sqrt{\sum_{x,y} (I_R(x,y) - I_{Ravg}) (I_T(x,y) - I_{Tavg})}} \quad (2.13)$$

$I_R(x,y)$: 位置 (x,y) における基準パターン ROI の輝度

$I_T(x,y)$: 位置 (x,y) における各測定点パターン ROI の輝度

$$P_{sub,x} = \frac{\ln(R(\xi - 1, \eta)/R(\xi + 1, \eta))}{2 \ln(R(\xi + 1, \eta)R(\xi - 1, \eta)/2R(\xi, \eta))} \quad (2.14)$$

$$P_{sub,y} = \frac{\ln(R(\xi, \eta - 1)/R(\xi, \eta + 1))}{2 \ln(R(\xi, \eta + 1)R(\xi, \eta - 1)/2R(\xi, \eta))} \quad (2.15)$$

$P_{sub,x}$: x 方向サブピクセル移動補正量

$P_{sub,y}$: y 方向サブピクセル移動補正量

$R(x,y)$: ROI 抽出位置を (x,y) だけ移動した際の相関係数

ξ : 相関係数がピークとなる時の ROI の x 方向移動量

η : 相関係数がピークとなる時の ROI の y 方向移動量

2. 研究手法

$$r_x \left(\frac{\partial u_x}{\partial x} - \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + r_y \frac{\partial u_x}{\partial y} + r_z \frac{\partial u_x}{\partial z} - \frac{r_x^2}{r_z} \frac{\partial u_z}{\partial x} - \frac{r_y r_x}{r_z} \frac{\partial u_z}{\partial y} = Q_x \quad (2.16)$$

$$r_y \left(\frac{\partial u_y}{\partial y} - \frac{\partial u_z}{\partial z} \right) + r_x \frac{\partial u_y}{\partial x} + r_z \frac{\partial u_y}{\partial z} - \frac{r_y r_x}{r_z} \frac{\partial u_z}{\partial x} - \frac{r_y^2}{r_z} \frac{\partial u_z}{\partial y} = Q_y \quad (2.17)$$

※式(2.6),(2.7)において、z方向は EBSD 測定装置スクリーン垂直方向とする
各偏微分項：基準パターン取得位置とテストパターン取得位置の間の変形勾配テンソル

Q_x, Q_y ：ROI 移動量の各方向成分

r_x, r_y, r_z ：EBSD 測定において基準パターン測定点を起点とし、スクリーン上における ROI 中心位置を終点とするベクトルの各成分

$$Q'_x = Q_x - \frac{1}{\beta} \left\{ -P_x + \frac{(X - R_x)P_y \cos(70^\circ + \alpha_{elevation})}{Z} \right\} \quad (2.18)$$

$$Q'_y = Q_y - \frac{P_y}{\beta} \left\{ \sin(70^\circ) - \frac{(Y - R_y) \cos(70^\circ + \alpha_{elevation})}{Z} \right\} \quad (2.19)$$

Q'_x, Q'_y ：補正後の ROI 移動量の各方向成分

β ：菊池パターン画像 1pixel あたりの実空間における長さ

P_x, P_y ：基準パターン取得位置からテストパターン取得位置の距離

X, Y, Z ：基準パターンにおけるパターンセンター

R_x, R_y ：ROI 中心位置

$\alpha_{elevation}$ ：EBSD 測定装置スクリーンの傾き

$$0 = \sigma_{33} = e_{22}C_{13} + e_{22}C_{23} + e_{33}C_{33} + 2e_{23}C_{34} + 2e_{31}C_{35} + 2e_{12}C_{36} \quad (2.20)$$

※ σ_{33} は試料自由表面垂直方向応力とする

e_{ij} ：ひずみテンソル

C_{ij} ：弾性係数テンソル

$$e_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (2.21)$$

$$w_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} - \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) \quad (2.22)$$

w_{ij} ：回転テンソル

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} e_{kl} \quad (2.23)$$

C_{ijkl} ：4 階の弾性係数テンソル

2.4 開発 Wilkinson 法プログラムの検証実験

Wilkinson 法解析は，Wilkinson 法解析ソフトウェア CrossCourt3 を用い行うことができる．しかし，CrossCourt3 は基準点とする菊池パターンを選択方法が限られており，基準点の選択法の検討(2.5 項で説明)に用いるにあたり，不都合が生じる．よって，本研究では開発の Wilkinson 法のプログラムの開発を行った．本項では，開発プログラムの検証実験に関し説明する．

2.4.1 三点曲げ試験の Wilkinson 法による解析

開発プログラムの検証のため，三点曲げ試験を行い，曲げ試験片の板厚方向の曲げひずみを Wilkinson 法により計算した．装置は労働安全衛生研究所の SEM-EBSD 装置(エリオニクス製 ERA-8900FE, TSL 社製 EBSD system)を用いた．

2.4.1.1 測定試料

共試材として，SUS304 を用いた．但し，1050℃で 5 時間保持し，結晶粒の粗大化及び残留応力の除去処理を施している．試験片寸法は，15×30×1mm である．EBSD 法による測定のため，表面，板厚面に対して，コロイダルシリカを用い鏡面研磨処理を施した．また，曲げひずみ測定のため，Fig. 2-13 のようにひずみゲージを試験片中央部下側の板厚面近傍に貼り付けた．本実験で用いた試験片の材料調整は株式会社 IHI 高梨様のご協力により行われ，試験片の加工は株式会社神戸工業試験場のご協力のもと行われた．

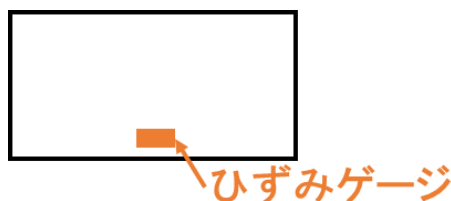


Fig. 2-13 Schematic illustration of strain gauge on the specimen

2.4.1.2 測定手法

曲げひずみの付与には Fig. 2-14 に示す三点曲げ試験機を用いた．曲げ試験機により試験片に所定のひずみ量を付与し，そのまま 70° 傾斜させた EBSD 法観察用ステージにセットした．そして，Fig. 2-15 で示すように，三点曲げの負荷位置近傍に関し EBSD 測定を行い，Wilkinson 法により曲げひずみを計算した．EBSD 測定及び Wilkinson 法の計算は，試験片に貼り付けたひずみゲージの出力値が 50 $\mu\epsilon$ となるように負荷を与えた場合と，1000 $\mu\epsilon$ となるように負荷を与えた場合の 2 通りで行った．また，50 $\mu\epsilon$ 付与時と，1000 $\mu\epsilon$ 付与時とで，

2.研究手法

両者の観察域がほぼ同一となるように EBSD 測定を実施した。そして、両者の観察域のずれを補正した後に、各測定点で両者の曲げひずみの計算値の差分をとり、曲げひずみの差分の板厚方向の分布に関し検討を行う。

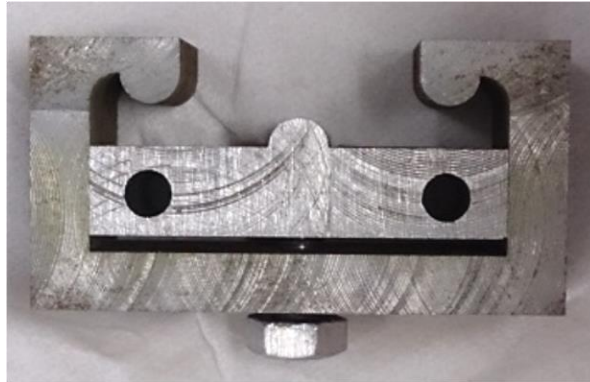


Fig. 2-14 Picture of three-point bending tester

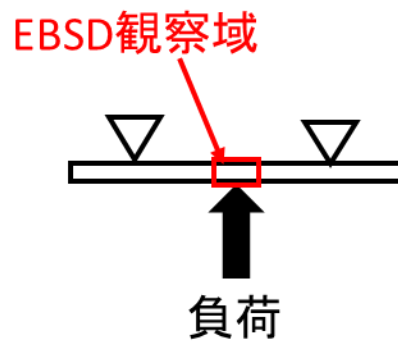


Fig. 2-15 Schematic illustration of EBSD observation area-1

2.4.1.3 測定条件

Table 2-6 に EBSD 観察, Wilkinson 法計算条件を示す. 条件設定に際し, 文献 [19][44][49][52]を参考とした. また, EBSD 観察時には, EBSD 観察域の中心が観察視野の原点付近となるように設定した. 保存される菊池パターン画像は 936×936 pixel である.

Table 2-6 Conditions of SEM-EBSD observation and Wilkinson method -1

WD	19 mm
Binning	1 x 1
Grid shape	square
Observation area	200 x 900 μm
Step size	10 μm
Bit depth of Kikuchi pattern	8bit
Number of ROI	20
ROI size	256×256 pixel
Fourier filter	high frequency cut off 30
Pattern center at origin	(X, Y, Z)=(48.45, 72.84, 65.47)
Length per pixel ($\mu\text{m}/\text{pixel}$)	31.3
Elevation angle	2.27°
Elastic Coefficient(GPa)	$C_{11} = 209, C_{12} = 133, C_{44} = 121$

2.4.2 CrossCourt3 と開発プログラムの比較実験

開発プログラムのさらなる検証のため, 同一の EBSD 観察結果に対し, CrossCourt3 と開発プログラムそれぞれで Wilkinson 法解析を実施し, 結果の比較を行った. SEM-EBSD 装置及び CrossCourt3 は株式会社原子力安全システム研究所釜谷様のご厚意により, 同社の所有する装置を使用させて頂いた.

2.4.2.1 測定試料

測定には, 前項で使用した曲げ試験片を用いた. 試料調製条件, 寸法などは, 2.4.1.1 に示している.

2.4.2.2 測定手法

曲げひずみの付与には Fig. 2-14 に示す三点曲げ試験機を用いた. 曲げ試験機により試験片に所定のひずみ量を付与し, そのまま 70° 傾斜させた EBSD 法観察用ステージにセット

2.研究手法

した. そして, Fig. 2-15 で示すように, 三点曲げの負荷位置近傍を EBSD 法により観察後, Wilkinson 法により曲げひずみを計算した. 曲げひずみはひずみゲージの出力が $1000\mu\epsilon$ となるように付与した.

2.4.2.3 測定条件

Table 2-7 に CrossCourt3 と開発プログラムの比較実験における EBSD 観察, Wilkinson 法計算条件を示す. CrossCourt3 と開発プログラムの比較の際, CrossCourt3 では 12bit で取得した菊池パターン画像をそのまま解析に用いたが, 開発プログラムによる計算時には画像を 8bit に変換し計算を行った.

Table 2-7 Conditions of SEM-EBSD observation and Wilkinson method-2

WD	19 mm
Binning	1 x 1
Grid shape	square
Observation area	400 x 750 μm
Step size	10 μm
Bit depth of Kikuchi pattern	12bit
Number of ROI	CrossCourt:13 self-making program:20
ROI size	256 $\times$ 256pixel
Fourier filter	CrossCourt3 low frequency cut off : 3 low frequency cut off width: 7 high frequency cut off : 30 high frequency cut off width: 44 self-making program high frequency cut off 30
Pattern center at origin (WD=19)	(X, Y, Z)=(50.27, 56.68, 55.14)
Length per pixel ($\mu\text{m}/\text{pixel}$)	40.6
Elevation angle	6.3°
Elastic Coefficient(GPa)	$C_{11} = 209, C_{12} = 133, C_{44} = 121$

2.5 残留応力の絶対値分布の推定

本研究においては、Wilkinson 法により計算された残留応力相対値は最終的に X 線回折測定に合わせ込むことにより、基準点ひずみが 0 近いかな否かは意味をなさない。そこで、従来の、基準点のひずみが 0 に近いと予想される点という観点ではなく、粒内の結晶方位の回転等により生じる応力・ひずみ相対値の誤差を抑制するという観点からの基準パターンの最良の取得法の検討を行う。そして、基準点検討結果に基づき基準点を設定し、各試験片の表層観察結果に対し Wilkinson 法により残留応力の相対値分布の計算を行い、得た残留応力の相対値分布を残留応力絶対値推定モデルに適用する。本項では、以上のような絶対値分布推定モデルの適用のための、一連の手順に関し説明する。

2.5.1 Wilkinson 法における基準点選定法の検討

Wilkinson 法の計算において、粒内での結晶方位の回転は誤差の生じる主要な要因として指摘されている[23][24]。そのため、最適な基準パターンの選択法の調査は、粒内で様々な大きさの結晶方位回転が生じたケースに対し行うべきである。よって、まずは試験片表層の EBSD 測定を通じ、LMP を用いて各試験片の表層における粒内での結晶方位回転量を調査した上で、基準点選定法の検討に用いる試料を決定する。

基準パターン ROI と各測定点の菊池パターン ROI の移動量の計算の妥当性を示す指標として、全 ROI に関する相関係数ピーク値の幾何平均(以後この値をマッチング指数と呼ぶものとする)が用いられている[48]。そこで、全測定点におけるマッチング指数の平均値が高いほど誤差が抑制されるのではないかと考え、マッチング指数の平均値を最大化する基準パターンの選択法の調査を実施する。この際、GOS を利用し結晶粒を粒内での回転量の大きさに応じて分類した。

2.5.1.1 測定試料

3 章に記す残留応力測定結果、疲労試験結果を考慮し、測定試料として、R2 材,EP1 材,EP3 材を採用した。R1 材に関しては、先行研究において R2 材と疲労寿命に有意差が生じておらず、X 線回折装置により得られた残留応力値もほぼ差が生じていないことから測定を実施しなかった。また、EP2 材に関しても、EP3 材との間で残留応力値にほとんど差が生じていないことから測定対象としなかった。測定試料は、切削により試験片平行部を 4mm 程度切り出した後に樹脂埋めし、試験片が半円柱となるまで Si-C 研磨紙(#320)により削った後、精研磨、ダイヤモンド琢磨、コロイダルシリカによる酸化物琢磨を施し鏡面に仕上げた(Fig. 2-16)。



Fig. 2-16 Schematic illustration of polishing of specimens

2.5.1.2 測定手法

EBSD 法による観察は, Fig. 2-17 に示したように, 試験片の表層に対し実施した. また, 切り出した試験片端部より離れた, 中央部付近を測定領域とした.

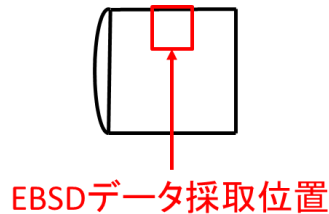


Fig. 2-17 Schematic illustration of EBSD observation area-2

2.5.1.3 測定条件

測定に使用した装置は, 曲げ試験片の観察と同様である. Table 2-8 に EBSD 観察条件, Wilkinson 法計算条件を示す. 観察領域の縦方向長さは, X 線回折装置による残留応力測定結果を元に, 各試験片に関し残留応力がほぼ入っていないと予測される深さまで測定域に含まれるように設定した. また, EBSD 観察時には, EBSD 観察域の中心が観察視野の原点となるように設定した. 弾性定数の値は文献[53]の値を用いた. ただし, この弾性定数の値は Inconel 600 の値であり, Inconel 718 の弾性定数とは若干異なるものと予想される.

Table 2-8 Conditions of SEM-EBSD observation and Wilkinson method -3

WD(SEM)	19 mm
Binning	1 x 1
Grid shape	square
Observation area	R2: 100 x 100 μm EP1: 100 x 70 μm EP3: 100 x 30 μm
Step size	1 μm
Bit depth of Kikuchi pattern	8bit
Number of ROI	20
ROI size	256×256pixel
Fourier filter	high frequency cut off 30
Pattern center at origin	(X, Y, Z)=(48.45, 72.84, 65.47)
Length per pixel ($\mu\text{m}/\text{pixel}$)	31.3
Elevation angle	2.27°
Elastic Coefficient(GPa)	$C_{11} = 234.6, C_{12} = 145.4, C_{44} = 126.2$

2.5.2 疲労試験片表層の相対応力の計算

残留応力の絶対値分布の推定モデルへの適用に向け、前節で行った検討結果に基づき基準点を設定し、各試験片の表層観察結果に対し Wilkinson 法により残留応力の相対値分布の計算を行った。計算に用いた EBSD データ、Wilkinson 法計算条件は、前節と同様である。

また、本研究で用いた試験片では介在物が確認され、EP1, EP3 試験片表層の介在物周りの相対残留応力分布の測定を実施した。観察域, Step size 以外の EBSD 測定条件, Wilkinson 法計算条件は、Table 2-8 と同様である。EP1 表層の介在物周りの測定に関し、EBSD 観察域は $100 \times 25 \mu\text{m}$, Step size は $0.5 \mu\text{m}$ とした。EP3 表層における介在物に対しては、EBSD 観察域は $25 \times 40 \mu\text{m}$, Step size は $0.5 \mu\text{m}$ とした。

2.5.3 本研究で提案する残留応力の絶対値分布の推定手法

本節では、本研究で提案する、X 線回折による残留応力測定結果と、Wilkinson 法による残留応力の相対値分布より、残留応力の絶対値分布を推定する手法に関し説明する。また、提案モデル用いられる X 線回折における重みつき平均解析法に関しても説明を行う。

2.5.3.1 X線回折測定における重み付き平均解析概要

X線の回折は試料表面より数十 μm 程度で生じる。これは、測定される X 線回折強度分布は X 線侵入深さ内における応力分布の情報が含まれていることを示す。X 線侵入深さ内における応力勾配を考慮した場合、X 線回折応力測定により測定される応力は式(2.24)のような X 線回折強度により重み付き平均した値により表現できる[33][37][54][55]。この値は重心法により X 線回折強度ピークを計算した場合に相当し、他のピーク計算法との間の誤差は文献[37]で検討されている。

試料内での X 線の減衰は式(2.25)のように表され、化合物、混合物の質量吸収係数は(2.26)式のように表される[32]。質量吸収係数は X 線波長に応じて変化し、本研究の測定で利用したマンガンの $\text{K}\alpha$ 線の波長は $2.10306 \text{ \AA}$ である[32]。各元素の質量吸収係数の値は、NIST(National Institute of Standards and Technology)の公開しているデータベース[56]を参照し決定した。

$$\langle \sigma \rangle = \frac{\int (I_{dv} \times \sigma) dv}{\int (I_{dv}) dv} \quad (2.24)$$

I_{dv} :微小体積 dv で生じる X 線回折強度

$$I = I_0 e^{-\left(\frac{\mu}{\rho}\right) \rho x} \quad (2.25)$$

ρ :密度

μ :線吸収係数

$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)$:質量吸収係数

$$\frac{\mu}{\rho} = \sum w_i \frac{\mu_i}{\rho_i} \quad (2.26)$$

w_i :元素 i の重量比

$\frac{\mu_i}{\rho_i}$:元素 i の質量吸収係数

2.5.3.2 X線回折強度の計算

本研究では、側傾法による軸方向応力の測定を実施した。測定における X 線回折面の略図を Fig. 2-18 に示す。回折面上において、試料は短軸が試料半径 r 、長軸 $r/\cos\psi$ の楕円形状となる。並傾法により円柱形状試料を測定した場合の回折強度の計算は先行研究[57][58]において行われており、本研究の測定条件における回折強度を計算の参考とした。

$x = r \cos\alpha, y' = r \sin\alpha / \cos\psi$ とすると、微小体積 dv で生じる X 線回折強度は式(2.27)で表

2. 研究手法

される． L, ω はそれぞれ式(2.28),(2.29)で表される．これらをゲージ体積で積分すると，式(2.30)のようになる．式(2.30)では， α の積分範囲を $\frac{\pi}{2} - \xi(z)$ から $\frac{\pi}{2} + \xi(z)$ としているが，厳密には積分範囲が $\frac{\pi}{2} - \xi(z)$ から $\frac{\pi}{2} + \xi(z)$ となるのは試料表面のみで，試料内部での回折を考える際は X 線の入射角と微小体積の抽出位置に応じた積分範囲の変化を考慮する必要がある．しかし，積分深さ δ が r_0 に対し十分小さければ，誤差はほとんど生じず，無視してよい．

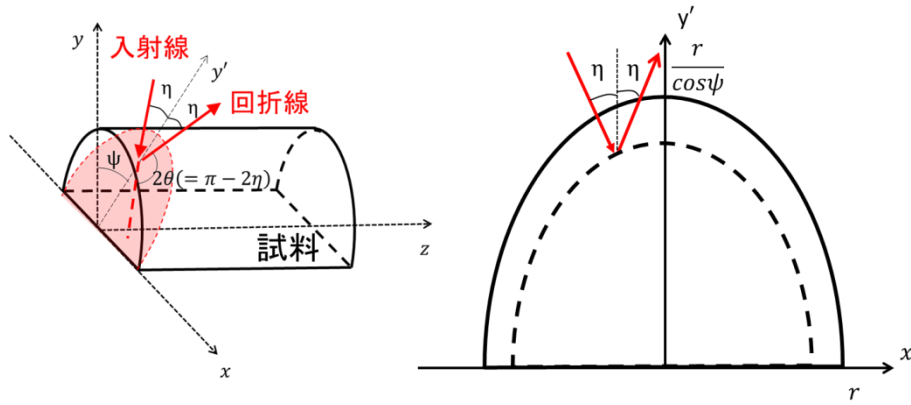


Fig. 2-18 Schematic illustration of X-ray residual stress measurement

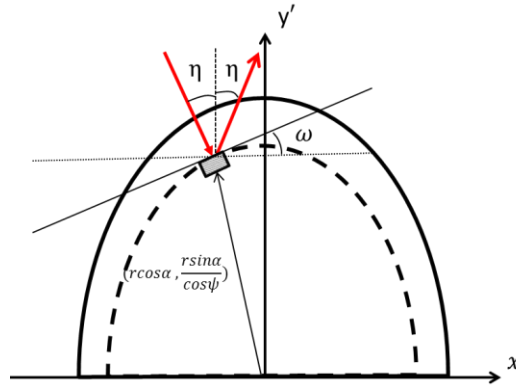


Fig. 2-19 Schematic illustration of X-ray diffraction in the specimen

$$dI_{dV} = I_0 \cos(\omega - \eta) \exp(-L\mu) \frac{r}{\cos\psi} d\alpha dz dr \quad (2.27)$$

I_0 : 単位面積当たりの入射 X 線強度

L : 透過距離

ω : dV 外縁部に対する接線と x 軸のなす角

$$L = \frac{\beta(-\alpha) - \beta(\alpha) + \sqrt{\beta(\alpha)^2 - \alpha\gamma(-\alpha)} + \sqrt{\beta(-\alpha)^2 - \alpha\gamma(-\alpha)}}{A \sin \eta}$$

$$\text{但し, } A = \left(1 + \frac{\cos \psi^2}{\tan \eta^2}\right), \beta(\alpha) = \frac{\cos \psi^2}{\tan \eta} \left(\frac{r \cos \alpha}{\tan \eta} - \frac{r \sin \alpha}{\cos \psi}\right),$$

$$\gamma(\alpha) = \left(\frac{r \cos \alpha}{\tan \eta} + \frac{r \sin \alpha}{\cos \psi}\right)^2 \cos \psi^2 - r_0^2$$

r_0 : 試験片半径

$$\omega = \arctan\left(-\frac{1}{\cos \psi \tan \alpha}\right) \quad (2.29)$$

$$\int (I_{dV}) dV = \int_{r_0-\delta}^{r_0} \int_{-\frac{\Phi}{2}}^{\frac{\Phi}{2}} \int_{\frac{\pi}{2}-\xi(z)}^{\frac{\pi}{2}+\xi(z)} I_0 \cos(\omega - \eta) \exp(-L\mu) \frac{r}{\cos \psi} da dz dr$$

$$\text{ただし } \xi(z) = \arcsin\left(\frac{\sqrt{\left(\frac{\Phi}{2}\right)^2 - z^2}}{\rho}\right) \quad (2.30)$$

Φ : X 線照射領域直径

δ : 積分深さ

2.5.3.3 提案モデル

Wilkinson 法では結晶粒内の応力・ひずみの相対的な分布を得ることができる一方、結晶粒の平均応力を計算することができない。そこで本研究では、結晶粒の平均応力の分布を仮定し、X 線による残留応力測定、Wilkinson 法による相対応力分布を元に各結晶粒の平均応力を決定することにより、残留応力の絶対値分布を推定するモデルを提案する。

試料表面からの深さに対する残留応力分布を $f(d)$ としたとき、各結晶粒の平均応力 $\sigma_{grainave}$ が、各結晶粒の重心位置の試料表面からの距離 d_G を用い、 $f(d_G)$ と表されるものと仮定する(式 2.31)。

$$\sigma_{grainave} = f(d_G) \quad (2.31)$$

提案モデルではまず、 $f(d_G)$ の関数形を仮定し、係数の初期値を設定する。そして、各結晶粒の平均応力が式(2.31)より計算される値となるように、結晶粒毎に各測定点の応力値を補正する。次に、式(2.32)より、試料表面から深さ d における各測定点に関し、計算値の信頼性高いと考えられる値のみを抽出し、深さ d における平均応力を計算する。

2. 研究手法

$$\sigma_{ave}(d) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \sigma(x_i, d)$$

$\sigma(x_i, d)$: 深さ d , x 座標が x_i である測定点の, 式(2.31)による補正後の応力 (2.32)

N : 深さ d における測定点のうち, 信頼性が高いと判定された点の個数

x_i : 計算値の信頼性が高いと判定された測定点の内, i 番目の点の x 座標

そして, $f(d)$ と $\sigma_{ave}(d)$ との間で, $0 \leq d \leq \delta$ の範囲で最小 2 乗法を適用し, 残差が最小となる関数 $f_2'(d)$ を計算する. さらに, $f_2'(d)$ を式(2.24)の σ に代入し, X線回折測定値 σ_{X-ray} との乖離を補正した $f_2(d)$ を求める(式(2.33)).

$$f_2(d) = f_2'(d) + \sigma_{X-ray} - \langle \sigma_d \rangle$$
$$\langle \sigma_d \rangle = \frac{\int (I_{dV} \times f_2'(d)) dV}{\int (I_{dV}) dV} \quad (2.33)$$

そして, $f_2(d)$ を用いて各結晶粒の平均応力を設定し, 同様のサイクルを繰り返し, $f(d)$ を収束させる. 収束した際の $f(d)$ に従い, 結晶粒の平均応力を補正した応力分布を, 絶対値の推定値分布とする.

本来, EBSD 観察のための試料調製時に, 接線方向応力が解放されることの影響を考慮するべきであるが, 本研究では Table 3-1 で示した EP1 材の X線回折による残留応力測定値をそのまま σ_{X-ray} として用いた. 先行研究[59]において, x, z 方向に残留応力を付与した板材を z 方向に切断した際の応力解放シミュレーションが行われており, z 方向残留応力の解放は 2, 3 割程度という結果を得ていることから, 応力解放により試験片の軸方向の巨視的な応力は, 劇的には変化しないものと考えられる.

3. 疲劳試驗結果

3.1 諸言

本章では，EP1 材，EP3 材に対し実施した低サイクル疲労試験の結果を，先行研究[13]における疲労試験結果とあわせて記載する．

3.2 疲労試験片の残留応力の測定結果

Table 3-1 に X 線回折装置による残留応力測定結果を記す．R1 と R2, EP2 と EP3 はほぼ同じ値であり，残留応力の値から試験片を(R1,R2), EP1, (EP2, EP3)の 3 グループに分けることができる．また，R1,R2 の残留応力値にほとんど差が生じていないことから，旋削時の切込み深さは残留応力にほとんど影響しないものと考えられる．先行研究[60]-[62]においても，旋削時の切込み深さは残留応力の分布にあまり影響しないと指摘されている．このことから，旋削(切り込み深さ $\Phi 0.5\text{mm}$)後に電解研磨を施した EP1, EP2, EP3 の残留応力は，R1, R2 材の表面からの深さ方向の分布と対応関係にあると思われる．

Table 3-1 Results of X-ray diffraction analysis

	R1	R2	EP1	EP2	EP3
軸方向残留 応力(MPa)	-321.8	-326.8	-267.4	-27.7	-28.1

3.2 疲労試験結果

Fig. 3-1, Table 3-2 に疲労試験結果を示す．これらは本研究にて実施した疲労試験結果と，先行研究[13]における結果をあわせたものである．Table 3-2 にて，青色で示したものが本研究で実施した試験結果である．本研究で実施した試験により，中央部より破断した EP1 材を得ることができた．中央部より破断した試験片と，中央部より離れた位置で破断した試験片との間で寿命に大きな差は生じていないため，Fig. 3-1 ではすべての試験片に関する試験結果を載せている．当研究室蓮沼が実施した破面観察より，き裂は試料表面部より発生していることが確認された．疲労試験結果に対し，有意水準 5%のもと t 検定を行ったところ，全ひずみ範囲 1.4%では，どの試験片に関しても有意差は生じていなかったが，全ひずみ範囲 0.8%では，EP1 材と EP3 材，EP1 材と R1,R2 材との間で寿命に有意差が生じているという結果を得た．Table 3-1 で示した X 線回折装置による残留応力測定結果においても，EP1 材と EP3 材，EP1 材と R1,R2 材との間で測定値に明瞭に差が生じていることから，全ひずみ範囲 0.8%においては圧縮残留応力が疲労寿命の長寿命化に寄与するが，全ひずみ範囲 1.4%では残留応力は疲労寿命にほとんど影響しなくなるものと考えられる．以上

3.疲労試験結果

の結果より、先行研究共試材における、残留応力の疲労寿命への影響を確認することができた。以後の残留応力分布の解析は、疲労寿命、X 線残留応力測定値に有意な差の生じた R2 材, EP1 材,EP3 材を対象とする。

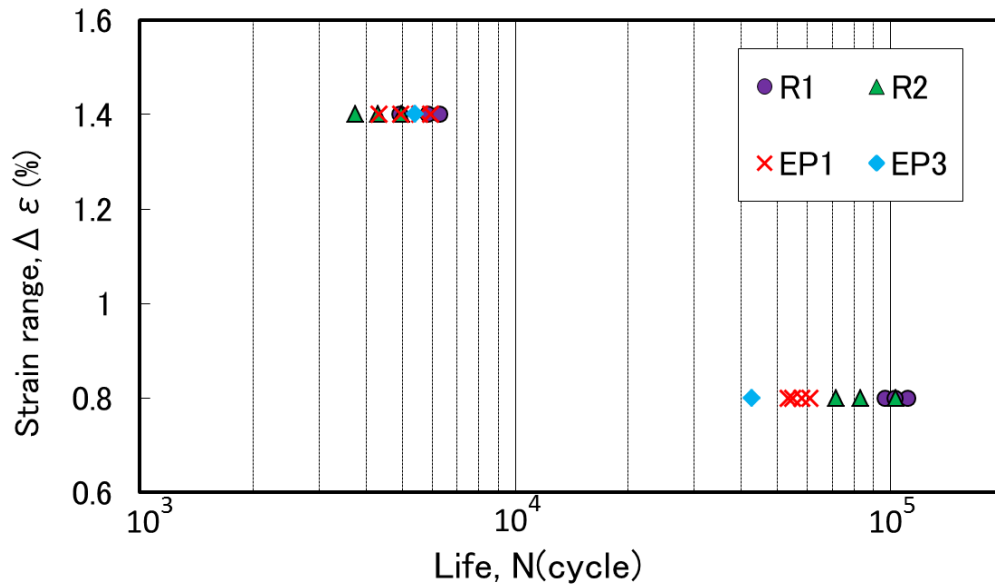


Fig. 3-1 Results of fatigue tests(graph)

Table 3-2 Results of fatigue tests (table)

	$\Delta \varepsilon = 1.4$	破断位置	$\Delta \varepsilon = 0.8$	破断位置
R1	5844	B	110920	C
	4930	B	96391	A
	6282	A	102613	C
R2	3745	A	83275	C
	4312	A	103449	B
	4983	B	71433	A
EP1	4951	B	60812	B
	4343	B	57803	C
	5570	B	53321	A
	5950	A	54863	A
EP3	5401	B	42691	B

※破断位置は標点間距離(12mm)を 4 等分し、中央 2 区間より破断した場合 A,A の外側 1 区間で破断したものを B,標点外で破断した場合 C とした。

3.3 ヒステリシスループ

Fig. 3-2, Fig. 3-3 に EP1 材の 1 サイクル目と疲労寿命の概ね半分の時点でのヒステリシスループを示す。他の試験片のヒステリシスループにおいても、ER1 材と大きな差は観測されなかった。Fig. 3-2, Fig. 3-3 より、全ひずみ範囲 1.4%においては大きく塑性変形しているが、全ひずみ範囲 0.8%において塑性変形量は小さいことがわかる。また、全ひずみ範囲 1.4%においては、サイクル数が増えるとピーク応力が引張側、圧縮側共に小さくなっていることから、試験片が軟化していることがわかる。一方、全ひずみ範囲 0.8%においては、全ひずみ範囲 1.4%と比べ、サイクル数が増えることによる試験片の軟化は顕著に観測されなかった。付与される塑性ひずみが大きい場合、残留応力は疲労試験のごく初期で解放されあまり意味をなさなくなることは文献[14]において指摘されており、本研究の場合も全ひずみ範囲 1.4%では塑性ひずみにより残留応力が早期に解放され、疲労寿命にあまり影響を及ぼさなかったと考えられる。一方、全ひずみ範囲 0.8%では塑性ひずみが小さいため、残留応力が長期に渡り解放されず、き裂の発生、進展を抑制した結果、疲労寿命に影響したものと考えられる。

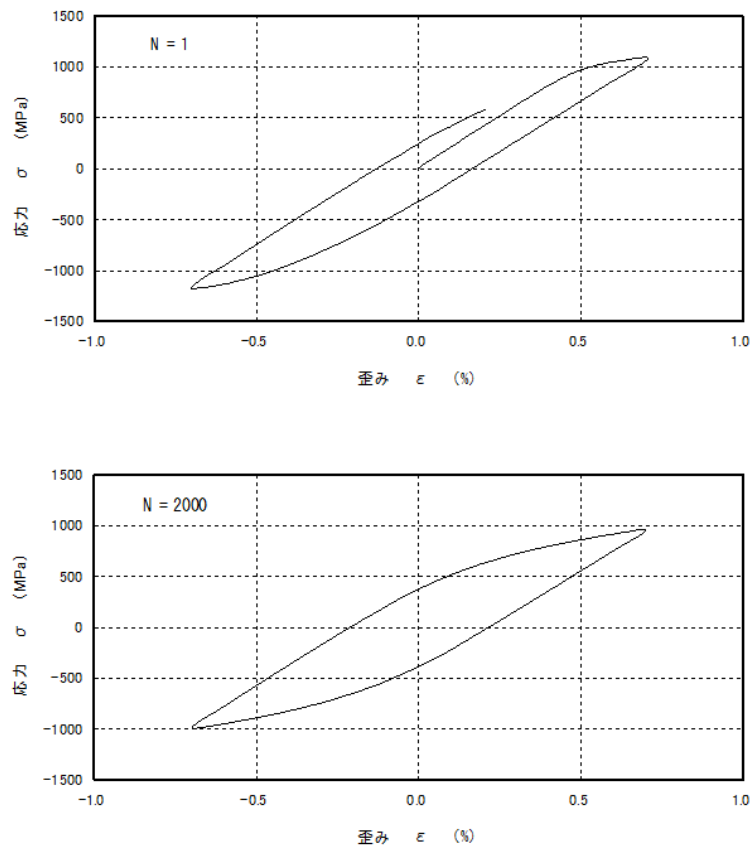


Fig. 3-2 Hysteresis loop of EP1 ($\Delta\epsilon = 1.4\%$)

3.疲労試験結果

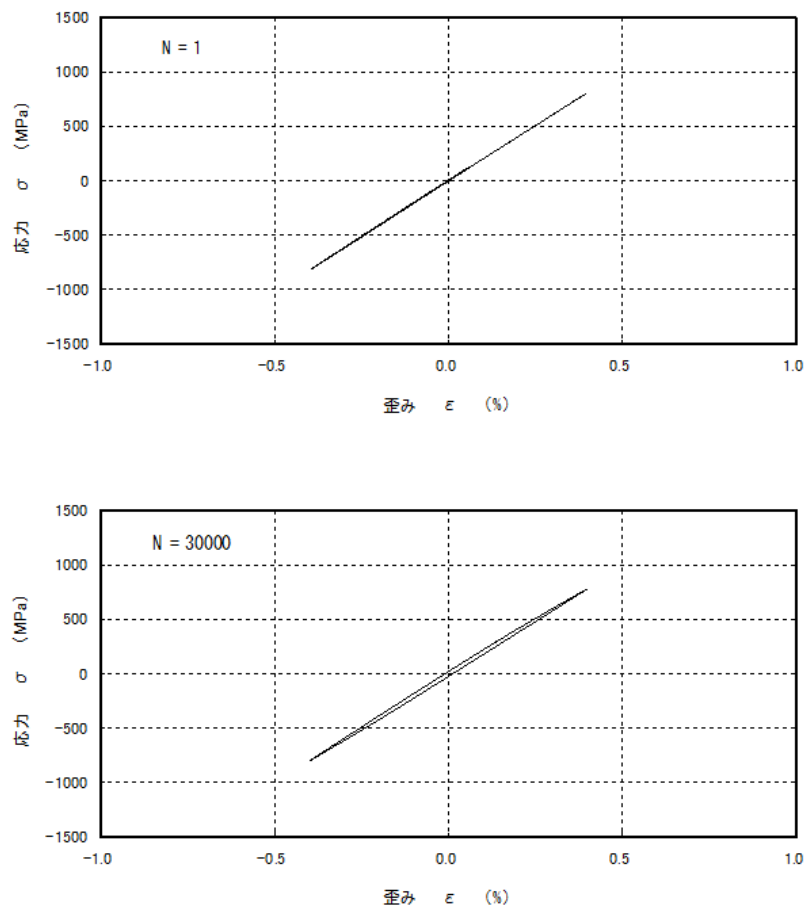


Fig. 3-3 Hysteresis loop of EP1 ($\Delta\epsilon = 0.8\%$)

4. 開発 Wilkinson 法プログラムの検証実験結果

4.1 諸言

本節では，開発 Wilkinson 法プログラムの検証のために実施した，三点曲げ試験の Wilkinson 法による解析結果，CrossCourt3 と開発プログラムの比較実験の結果を示す．本章においては，座標系は Fig. 4-1 のように設定した．

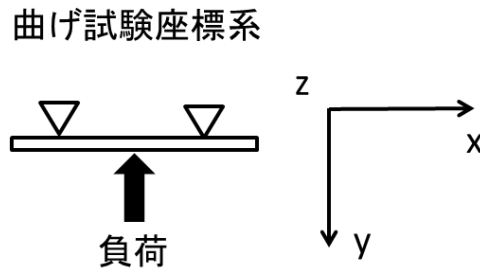


Fig. 4-1 Coordinate system-1

4.2 曲げ試験片バルク組織観察

曲げ試験片のバルク組織の EBSD 観察により得た逆極点図 (Inverse Pole Fig.; IPF) MAP , GROD MAP を Fig. 4-2 に示す．観察領域は， $800 \times 2000 \mu\text{m}$ である．Fig. 4-2 より結晶粒径は概ね $100 \sim 500 \mu\text{m}$ 程度であるといえる．また，Fig. 4-2 より，GROD は一部 1° 以上となる領域があるものの，概ね 1° 未満であるといえる．一般的に結晶方位回転が 1° 未満であれば，問題なく Wilkinson 法を適用できるとされる[22]．

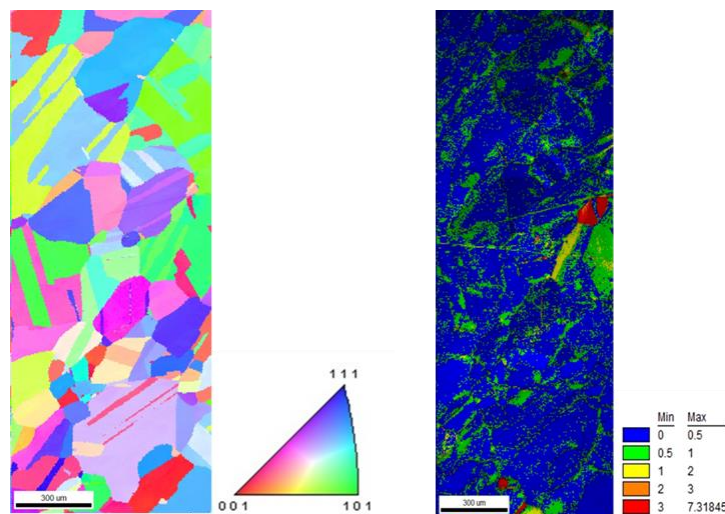


Fig. 4-2 Inverse pole Fig. (left) and GROD (right) map of SUS304 bulk matrix

4.3 三点曲げ試験の Wilkinson 法による解析

50 $\mu\text{ε}$, 1000 $\mu\text{ε}$ 付与した曲げ試験片の板厚方向 IPF MAP, GROD MAP を Fig. 4-3 に示す. 画像の上側が引っ張り側, 下側が圧縮側となっている. また, Fig. 4-3 の IPF MAP に示したように, 観察域最上部の位置を $y=0\mu\text{m}$, 最低部の位置を $y=900\mu\text{m}$ と定義する. Fig. 4-3 より, 50 $\mu\text{ε}$ 付与した場合と, 1000 $\mu\text{ε}$ 付与した場合とではほぼ同一の箇所を観察することができているといえる. GROD も両者ではほぼ同様の傾向が現れている. ひずみによる菊池パターンバンド間の角度変化は, 例えば $\langle 1\ 1\ 2 \rangle$ 晶帯軸の垂直方向に 0.1% ひずみが付与された場合で $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ 晶帯軸と $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ 晶帯軸との間で 0.03° 程度[22]とごく小さいため, 両者の GROD の差異は主に EBSD による結晶方位の測定誤差によるものと考えられる. Table 2-6 で示した条件における Wilkinson 法解析による, 曲げひずみの相対値分布を Fig. 4-4 に示す. 但し, Fig. 4-4 では, IQ 値とマッチング指数から異常値と思われる測定値を省いた後, 粒内のひずみ成分の平均値が 0 となるように補正をした後の分布を示している. Fig. 4-3 に示した Grain1~3 に含まれる各測定点に関し, 1000 $\mu\text{ε}$ 付与時と 50 $\mu\text{ε}$ 付与時の測定領域のずれを補正した後, 同一箇所の曲げひずみ相対値の差分 $d\epsilon_{xx}$ の計算を行った. 測定点の y 座標の値と, ひずみの差分 $d\epsilon_{xx}$ による散布図を Fig. 4-5~Fig. 4-7 に示す. Fig. 4-5 は Grain1, Fig. 4-6 は Grain2, Fig. 4-7 は Grain3 に対応している. 曲げ試験片のひずみゲージを貼り付けていない側の面では, 1000 $\mu\text{ε}$ 付与時, 50 $\mu\text{ε}$ 付与時でそれぞれ -1000 $\mu\text{ε}$, -50 $\mu\text{ε}$ の曲げひずみが付与されているものと考えられる. よって, 試験片ひずみ差分の板厚方向の勾配は, 平均的には $-1.9\text{E-}6[1/\mu\text{m}]$ であると予測できる. Fig. 4-7 の左側の図において, $y < 400$ の領域で分布が右肩上がりとなり, 平均的なひずみ差分の板厚方向の勾配との間の乖離が大きくなっている. Fig. 4-3 の IPF MAP を見ると, Grain 3 の上部の領域では, 結晶粒界からの距離が近く, 他の結晶粒との間の弾性異方性や, 結晶粒界における拘束による影響を受けたのではないかと推察される. そこで, こうした多結晶性の影響をあまり受けていないと思われる, $y \geq 400$ の領域に限定した散布図 (Fig. 4-7 右)を作成したところ散布図の回帰直線の傾きが $-3.01\text{E-}6$ となった. また, Grain 1, Grain2 の散布図の回帰直線の傾きがそれぞれ $-1.25\text{E-}6$, $-1.52\text{E-}6$ であり, これらの値と勾配の平均値として推察される $-1.9\text{E-}6[1/\mu\text{m}]$ との間で著しい乖離は見られない. よって, 本実験による Wilkinson 計算結果は妥当性を有しているといえる.

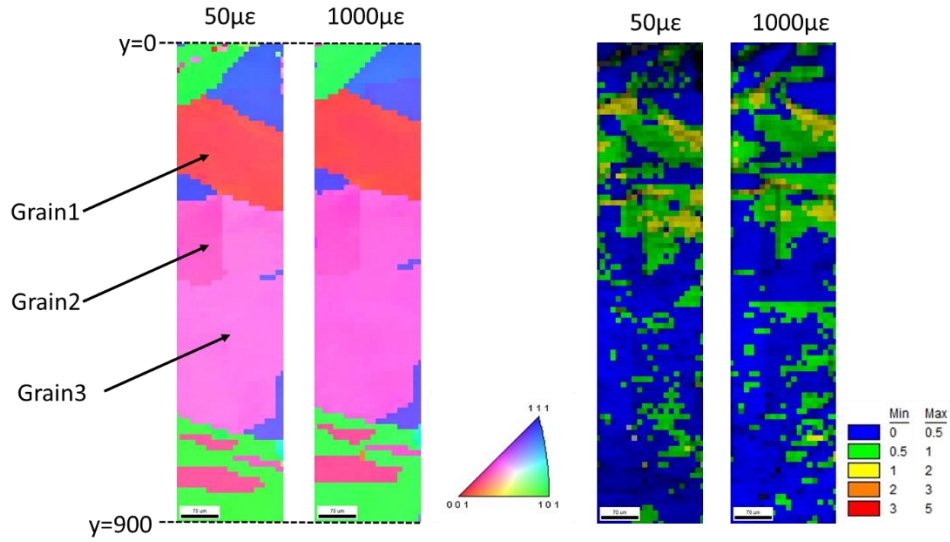


Fig. 4-3 IPF (left) and GROD (right) map of 3 point bending test-2

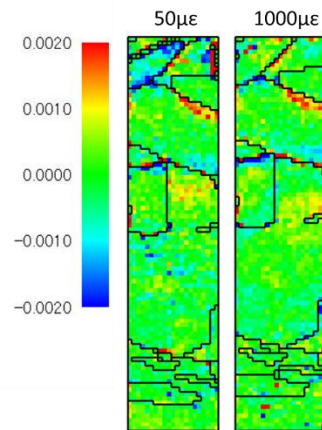


Fig. 4-4 Relative Bending strain map of 3 point bending test

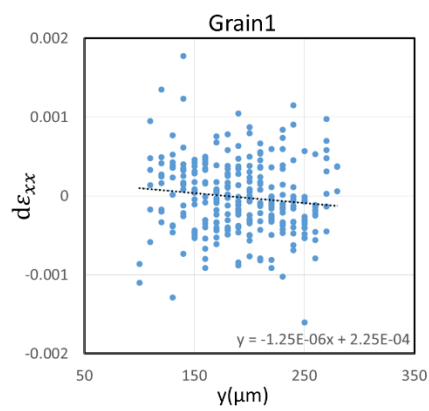


Fig. 4-5 Scatter diagram of grain1: difference of bending strains and distance from the top

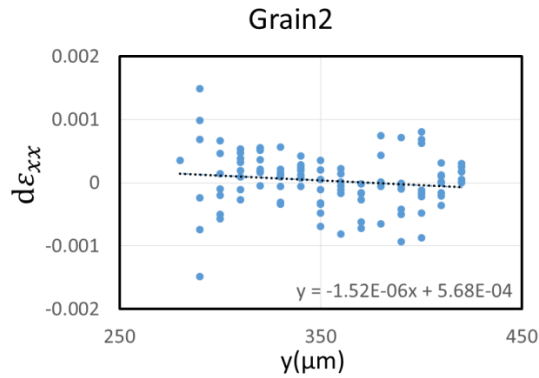


Fig. 4-6 Scatter diagram of grain2 : difference of bending strain and distance from the top

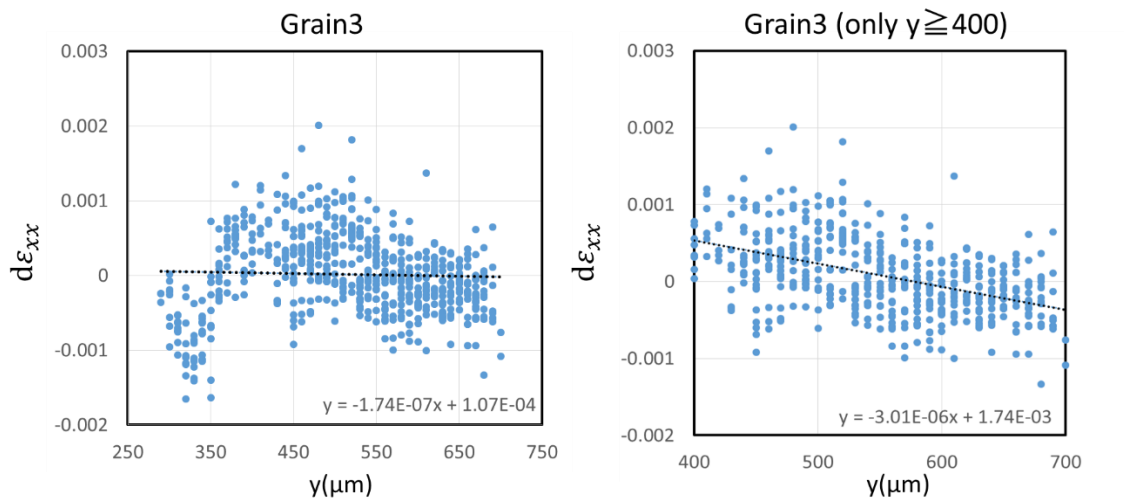


Fig. 4-7 Scatter diagram of grain3 : difference of bending strain and distance from the top (all data : left, only $y \geq 400$ data : right)

4.4 CrossCourt3 と開発プログラム計算結果比較

検証に使用した撮影域の IPF MAP, GROD MAP を Fig. 4-8 に示す. 画像の上側が引っ張り側, 下側が圧縮側となっている. バルク組織同様, 観察域内での粒内での結晶方位回転は概ね 1° 以下であると言える. CrossCourt3, 開発プログラムそれぞれによる曲げ試験片の相対残留ひずみ分布計算結果を Fig. 4-9, Fig. 4-10 に示す. 基準パターンは, 各結晶粒に関し IQ 値の最も高い測定点とした. また, Fig. 4-9, Fig. 4-10 では, 各ひずみ成分に対し, IQ 値とマッチング指数のピーク値を利用することで異常値と考えられる値を省いた後, 結

4.開発 Wilkinson 法プログラムの検証実験結果

晶粒毎の平均値が 0 となるように補正をしている．全体的に開発プログラムの方がやや値の絶対値は大きくなる傾向が見られるが，両者のひずみ分布の傾向はよく一致している．また，各結晶粒について，画像上側程曲げによる引張ひずみが強くなる傾向が現れている．よって，開発プログラムは妥当性のある計算ができていると言える．尚，開発プログラムによる Wilkinson 法の計算において，Table 2-7 の条件にハイパスフィルタを加えた場合の結果を付章に記載した．ハイパスフィルタを導入することによる計算結果の変化はごく小さく，以降の解析でハイパスフィルタは使用しなかった．

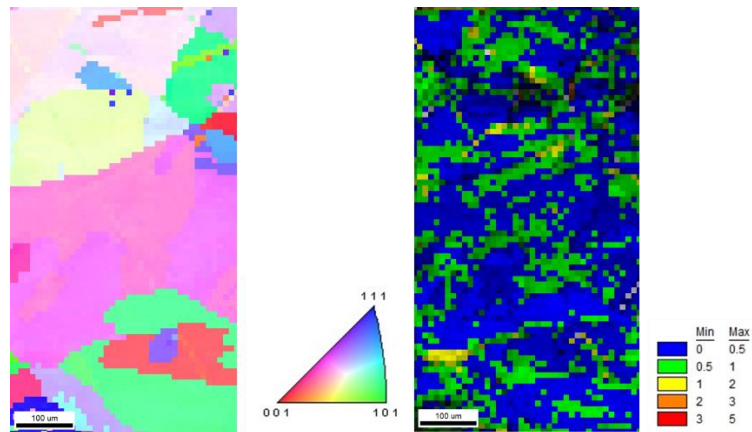


Fig. 4-8 IPF (left) and GROD (right) map of 3 point bending test-1

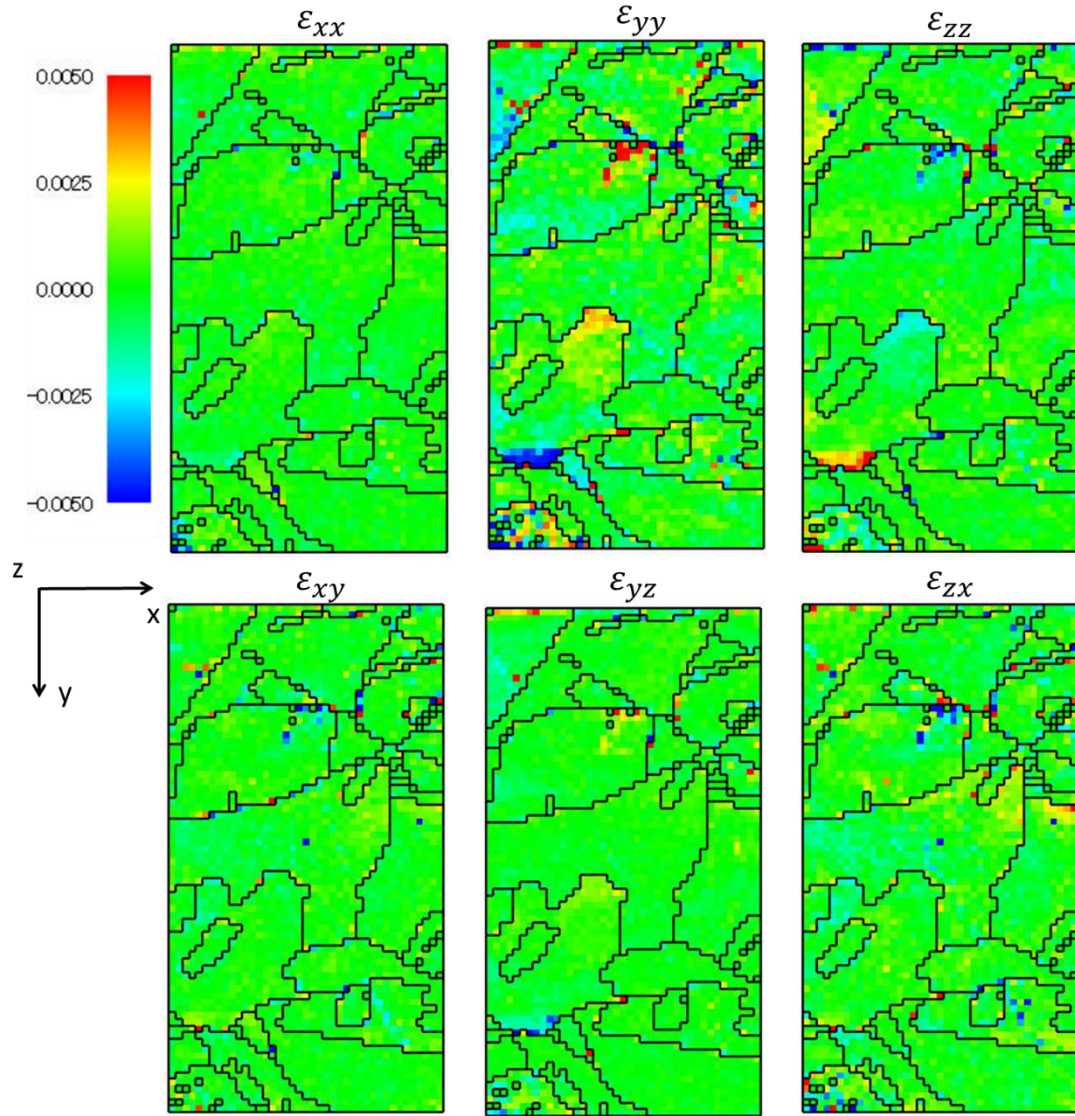


Fig. 4-9 Relative strain distribution calculated by CrossCourt3

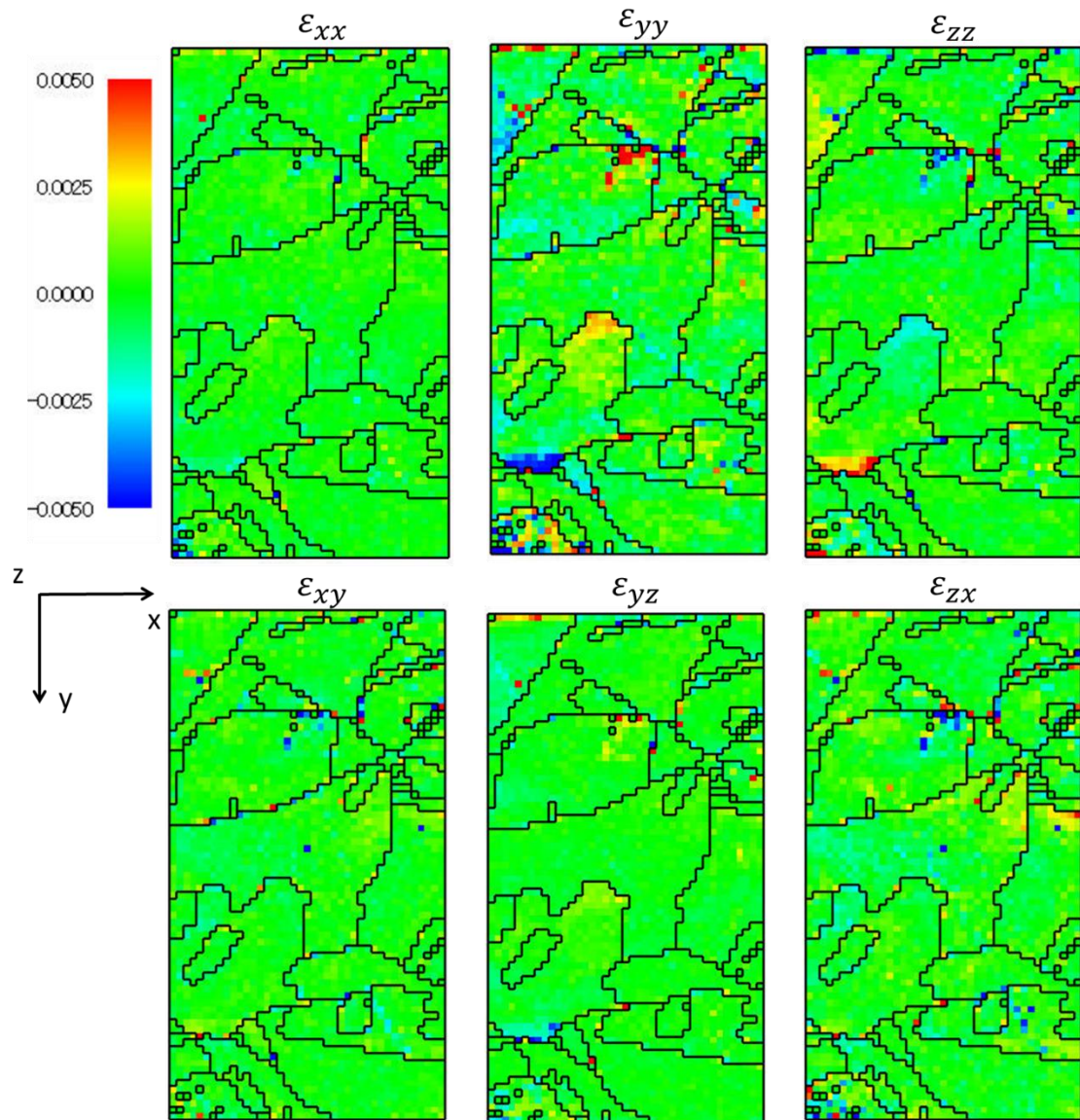


Fig. 4-10 Relative strain distribution calculated by self-making program

5. 残留応力の絶対値分布の推定

5.1 緒言

本章では、まず、残留応力の絶対値分布の推定手法の提案に向け実施した、誤差抑制の観点からの基準点の選択法の調査結果、疲労試験片表層に対する、Wilkinson 法による軸方向相対応力の計算結果を示す。そして、得られた結果を 2 章で提案した残留応力の絶対値分布の推定モデルに適用した結果を示し、モデルの妥当性の検証、考察を行う。また、本章では座標系を Fig. 5-1 のように設定した。

疲労試験片観察における座標系

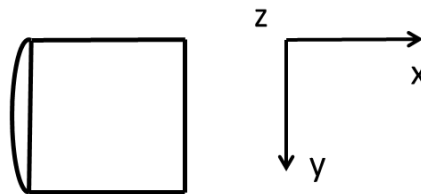


Fig. 5-1 Coordinate system-2

5.2 疲労試験片バルク組織の観察及び応力相対値の計算結果

まず、疲労試験片表層から十分離れた、応力がほぼ 0 であると予想されるバルク組織の EBSD 観察を行った。観察領域は、 $60 \times 60 \mu\text{m}$ であり、それ以外の観察条件は Table 2-8 と同様である。Fig. 5-2 にバルク組織の IPF MAP, GROD MAP を示す。観察域内における平均結晶粒径は $5.80 \pm 3.46 \mu\text{m}$ であり、曲げ試験片材料と比べ極めて小さい。GROD の値は全体的に 1° 以下の領域が多い一方、一部 GROD が 1° より大きい領域が存在している。これは本研究における OIM Analysis の設定では高 GROD 域に存在する小傾角粒界を粒界として認識できなかったことに起因すると考えられる。バルク組織に対し開発プログラムによる Wilkinson 法を適用し、応力相対値を計算した結果を Fig. 5-3 に示す。基準パターンは IQ 値が粒内で最大となる点とし、IQ 値とマッチング指数を用い異常値と思われる値を除外した後、各粒に対し応力各成分の平均値が 0 となるよう補正を行った。尚、Wilkinson 法においては、式(2.20)によって、 σ_{zz} は必ず 0 となる。自由表面における境界条件を考慮すると、 σ_{xz} , σ_{yz} に関しても本来 0 となるはずであるが、これらの値は計算誤差により、値は 0 にはならない。

Fig. 5-4 に、各測定点の IQ 値とマッチング指数の分布を示す。これより、結晶粒界近傍点では IQ 値とマッチング指数値の両方が低くなっていることがわかる。実際に粒界近傍の菊池パターンを確認したところ、粒界に接する測定点の多くで、隣接する結晶粒の菊池パ

5. 残留応力の絶対値分布の推定

ターンが写りこんでいることが確認された。粒界から 2 点以上離れている場合、隣接した粒の菊池パターンとの映り込みはほとんど観察されなかったが、稀に映り込みが見られる場合もあった。こうしたことから、Fig. 5-3 にて見受けられる粒界近傍の応力が極めて大きくなる点では、得られる菊池パターンが不鮮明であり、移動量を適切に計算できず異常値となったと考えられる。粒界で応力が異常に高くなる現象は、先行研究[63]でも指摘されている。応力値が低い粒界隣接点においても、隣接する結晶粒の菊池パターンの写り込みが確認されることがあり、粒界と接している測定点の応力値の信頼性は低いと言える。Fig. 5-5 に、粒界に隣接した点とそれ以外の点における IQ 値の相対度数分布を示す。粒界に隣接した点以外の測定点での IQ 値は概ね 2500 以上であることから、IQ2500 以上の点における計算結果は信頼性が高いと考えられる。

また、先に指摘した高 GROD 領域の中でも、Fig. 5-2 で黄色の領域全域では周囲と比べマッチング指数が明らかに低く、大きな圧縮応力が生じているように表示されているが、これは実際に発生しているわけではない。これは、基準パターンが Fig. 5-2 赤色の領域より取得されたことで、黄色の領域では基準点との間の結晶方位差が大きくなり、菊池パターンが基準点における菊池パターンと比べ大きく回転したことにより、ROI 移動量の妥当な計算ができず、大きな誤差が生じたものと考えられる。

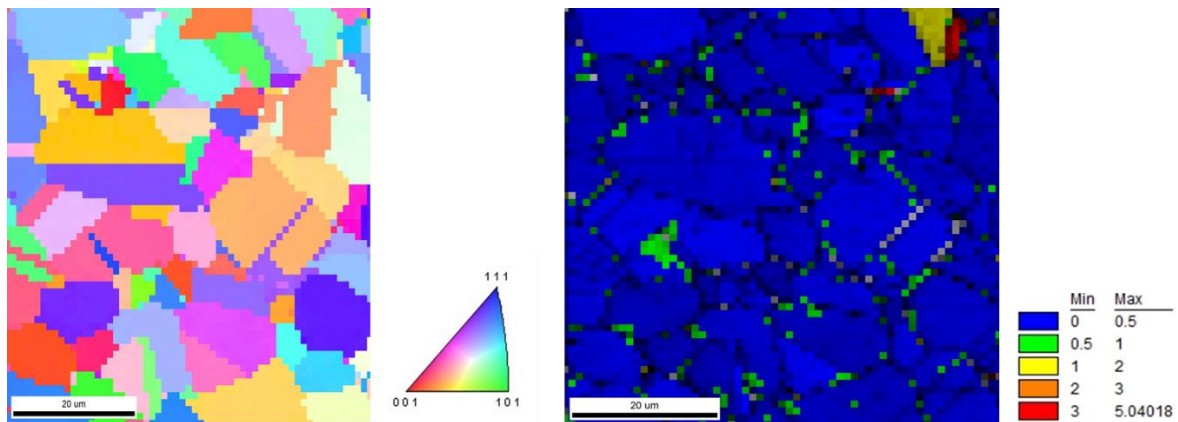


Fig. 5-2 IPF map of Inconel 718 bulk matrix

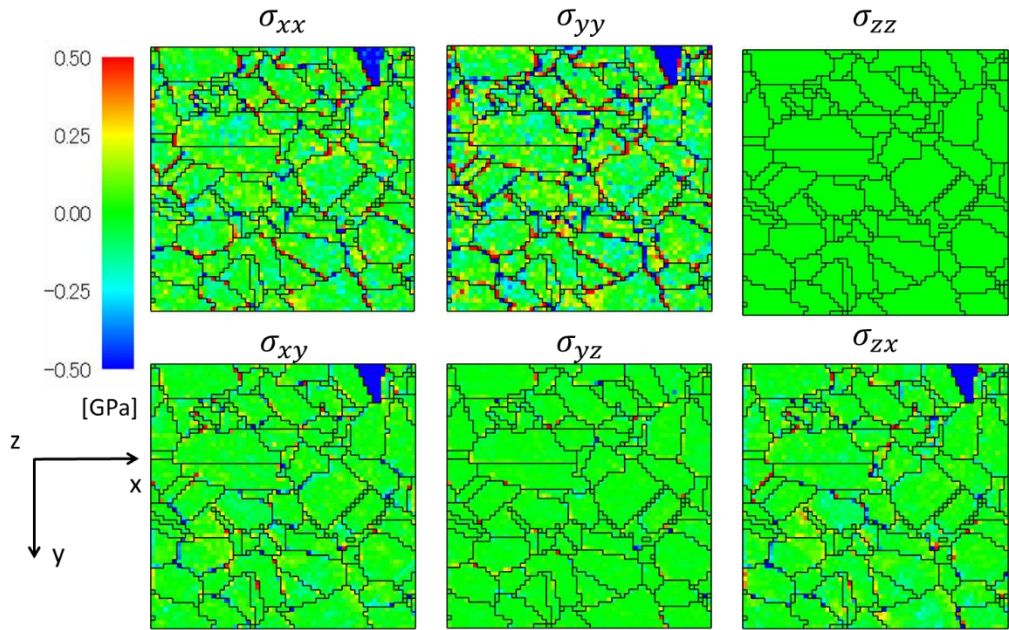


Fig. 5-3 Relative stress of Inconel 718 bulk matrix

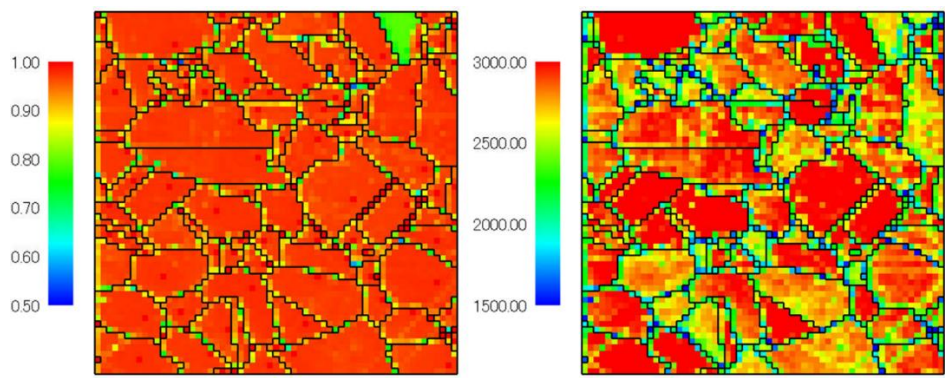


Fig. 5-4 Matching index map (left) and IQ map (right) of Inconel 718 bulk matrix

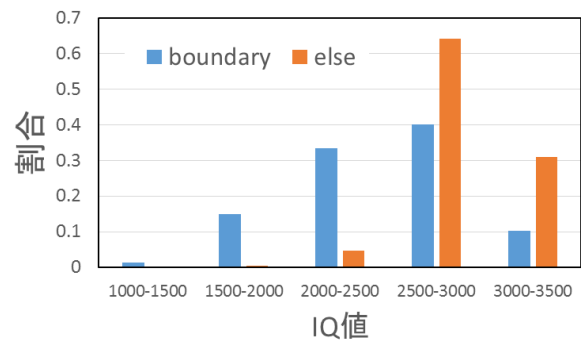


Fig. 5-5 IQ distribution of bulk matrix

5.3 疲労試験片表層の EBSD 観察結果

EBSD 観察を通じ得た R2 材, EP1 材, EP3 材の試験片表層における IPF MAP を Fig. 5-6 に, IQ+GOS MAP を Fig. 5-7 に, GROD MAP を Fig. 5-8 に示す.

Fig. 5-7, Fig. 5-8 より, R2 材は表層で粒内の結晶方位の回転量が非常に大きくなっており, 表面から離れるにつれ粒内での結晶方位の回転量が小さくなっていることがわかる. 一方, EP1 材と EP3 材とでは, GOS, GROD MAP に明瞭な差異は見られず, どちらも結晶方位の回転量は概ね 1° 以下と小さい. 以上より, 様々な GOS 値の結晶粒を有している R2 材の EBSD 観察結果が, 基準点の選択法の検討を行う上で適当と考えられる. よって, 次節で行う基準点の選択法の検討には, R2 材の表層観察結果を用いることとする.

また, 各種試験片に関し, 表面から離れたところで GOS, GROD が高くなっている領域が存在するが, これは本研究における OIM Analysis の設定では小傾角粒界を粒界として認識できなかったことに起因すると考えられる.

5. 残留応力の絶対値分布の推定

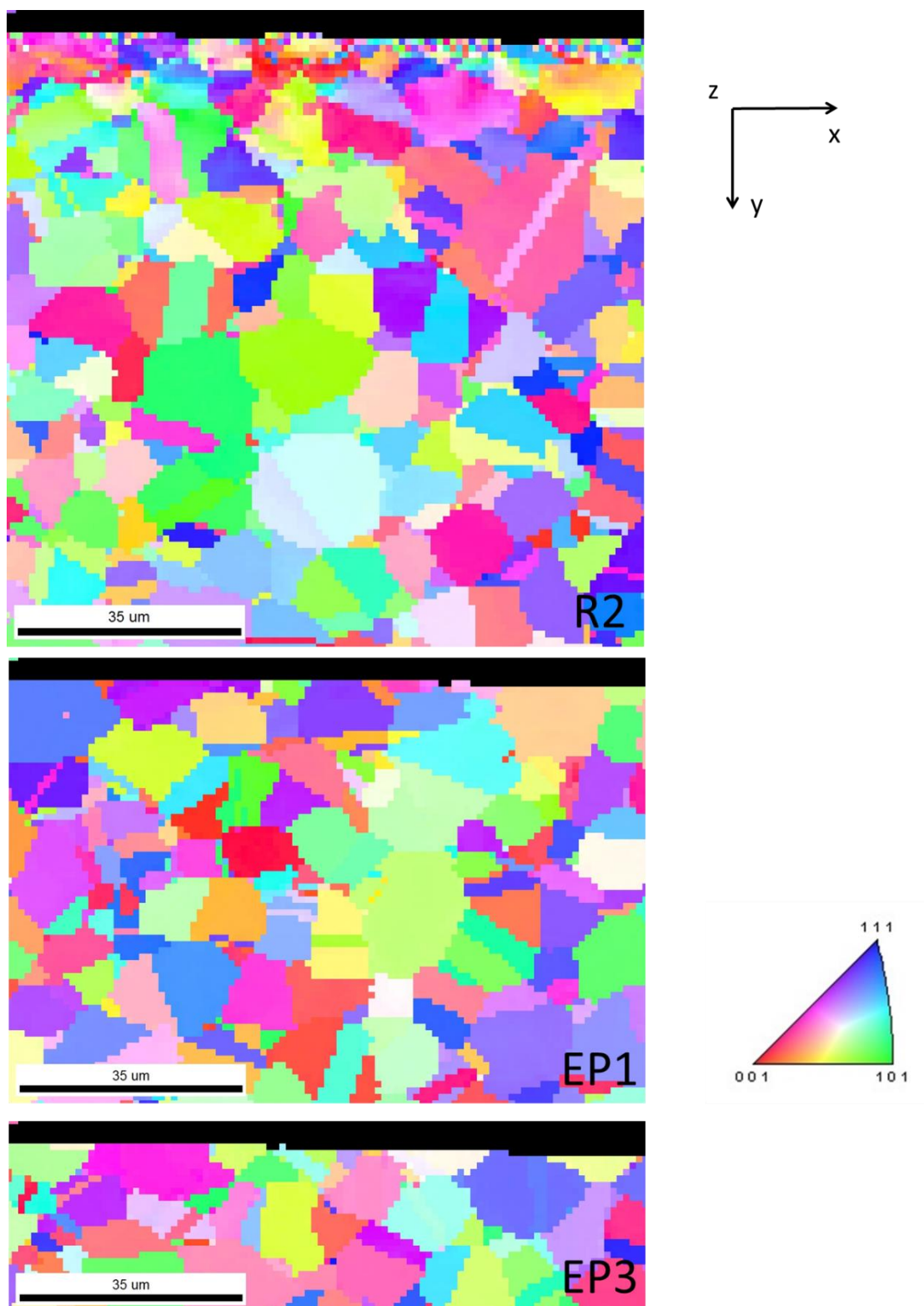


Fig. 5-6 IPF map of R2, EP1 and EP3 surface layer

5. 残留応力の絶対値分布の推定

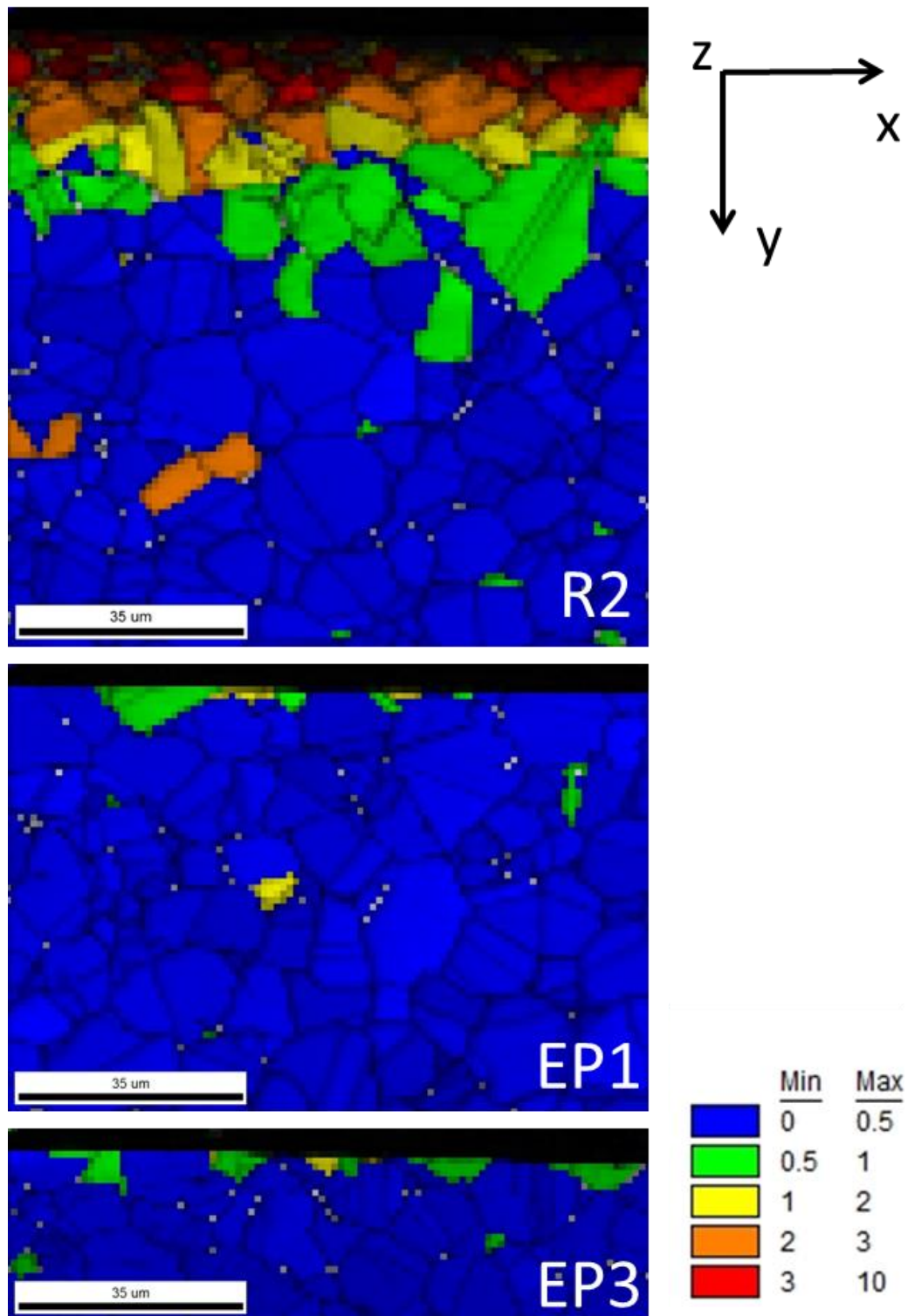


Fig. 5-7 GOS map of R2, EP1 and EP3 surface layer

5. 残留応力の絶対値分布の推定

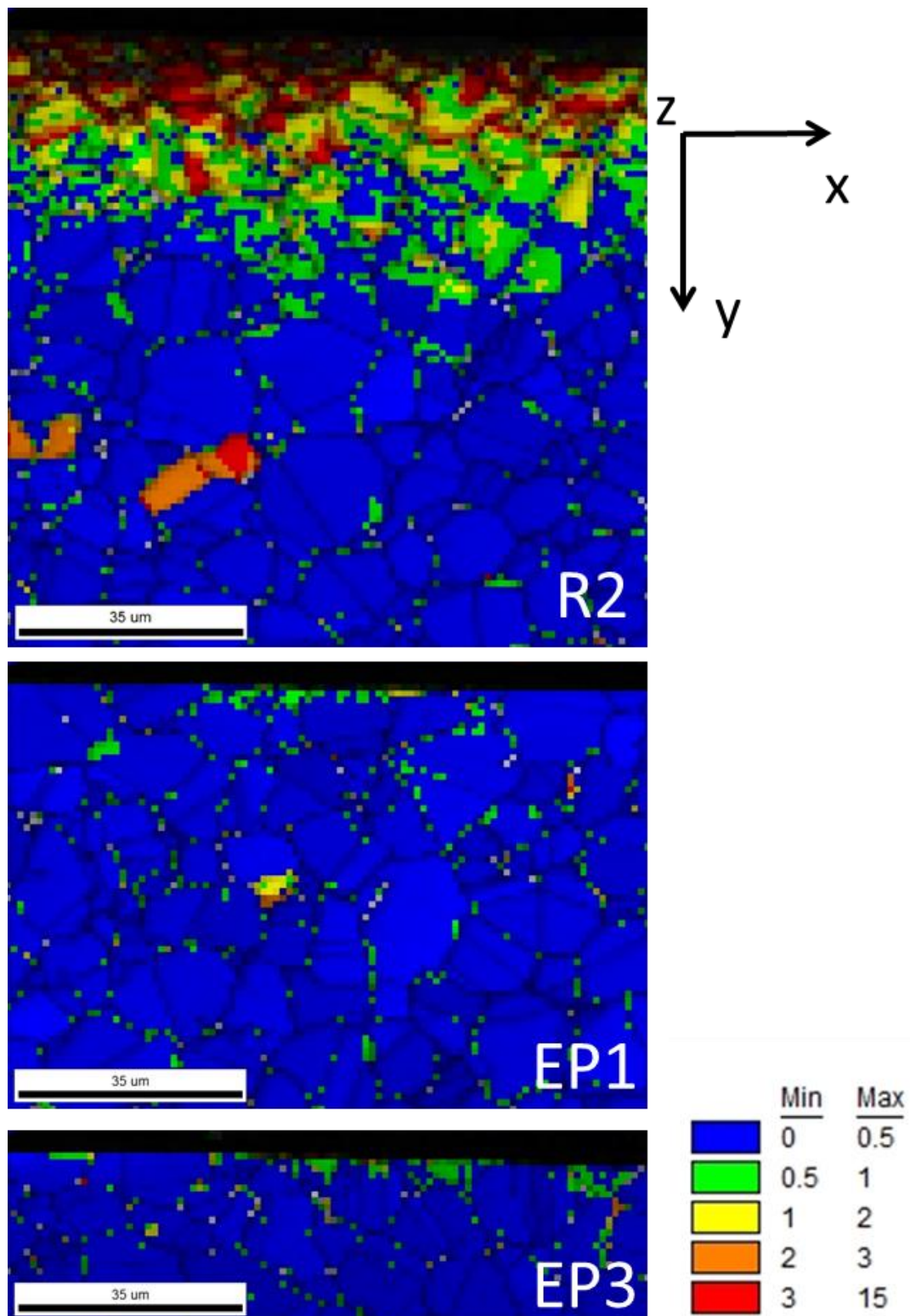


Fig. 5-8 GROD map of R2, EP1 and EP3 surface layer

5.3 Wilkinson 法における基準点選択法の検討結果

まずは，結晶方位回転による誤差を抑制するためには，粒内での結晶方位の平均値と近い結晶方位をもつ菊池パターンを用いればよいと考え，GROD 最小点を基準パターン取得位置として Wilkinson 法を適用した．先行研究にて基準点として利用されている IQ 最大点[64][65]や KAM 最小点[48]を基準とした場合の結果とあわせて，各基準点の選択法に対する，マッチング指数の分布を Fig. 5-9 に，特定の GOS 値域に属する全結晶粒に関する，マッチング指数の平均を Table 5-1 に示す．

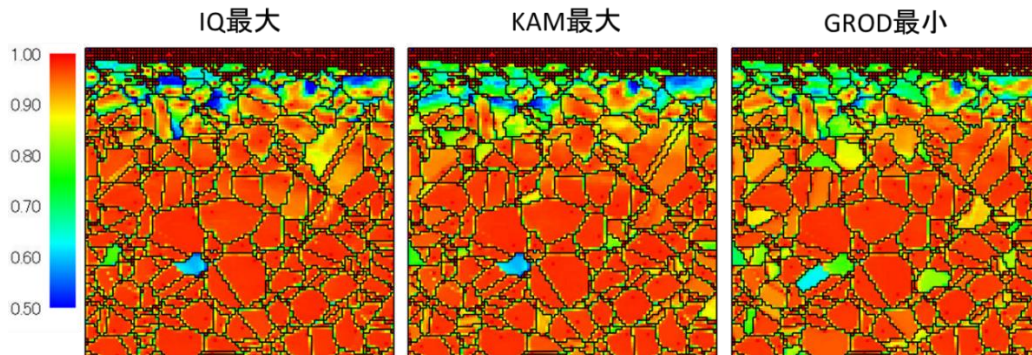


Fig. 5-9 Distribution of matching index-1

Table 5-1 Average matching index categorized by GOS-1

GOS 選択法	0.0~0.5	0.5~1.0	1.0~2.0	2.0~3.0	3.0~
GROD 最小	0.932±0.0608	0.918±0.0608	0.870±0.0918	0.794±0.112	0.754±0.0967
IQ 最大	0.939±0.0602	0.912±0.0641	0.871±0.101	0.787±0.145	0.720±0.131
KAM 最小	0.937±0.0596	0.912±0.0652	0.867±0.0977	0.775±0.139	0.729±0.106

Table 5-1 において，GOS 値が 0.5° 以下では IQ 最大値による選出が最もマッチング指数の平均が高くなっているのに対し，GOS が 0.5° 以上の場合に注目すると，GROD 最小点による選出法はマッチング指数の平均が高くなっている．また，KAM 最小点による基準点の選出は，いずれの GOS 値域に関しても，マッチング指数の平均値を最大化することはできていない．よって，IQ 値と GROD 値の両者に基づき基準点選出すれば，マッチング指数の平均値を高くすることができると予想される．

以上の結果を踏まえ，IQ 値がある値以上の測定点の中で GROD 値が最小となる点を基準点とした場合のマッチング指数の平均値の計算を実施した．IQ 値の閾値としては，各結晶粒に関し粒界に接する点を除いた全測定点の IQ 値の平均及び標準偏差を用いた．粒界に接する点を除いたのは，これらの点では隣接結晶粒の影響により IQ 値が大きく下がる傾向に

5. 残留応力の絶対値分布の推定

あり，平均値と標準偏差に大きく影響するためである．マッチング指数の平均値の計算結果を Table 5-2 に示す．一般的に問題なく Wilkinson 法が適用できるとされる結晶方位回転量が 1° とされていること[22]を考慮し GOS の低い場合に特に着目すると，IQ 値の閾値を -1σ 以上とした場合が最もマッチング指数を安定的に高くできるといえる．また，Table 5-1 における IQ 最高値を基準とした場合と比較すると，全ての GOS 値域に対してマッチング指数の平均値が上昇しており，特に GOS が 0.5 度以上の場合大きく上昇している．両者のマッチング指数の分布に関しては Fig. 5-10 に示している．以上のことから，マッチング指数の平均値を高めるためには，GROD 値, IQ 値の両者が重要であり，特に結晶回転量が大きい場合は GROD 値が重要であると考えられる．

以上の検討結果より，以降の Wilkinson 法解析においては，IQ が粒内平均値 -1σ 以上の点の中で，GROD 最小となる測定点を基準点とする．

Table 5-2 Average matching index categorized by GOS-2

GOS 選択法	0.0~0.5	0.5~1.0	1.0~2.0	2.0~3.0	3.0~
IQ+ 1σ 以上, GROD 最小	0.940±0.0601	0.925±0.0639	0.873±0.0990	0.797±0.139	0.739±0.122
IQ 平均以上, GROD 最小	0.941±0.0591	0.926±0.0630	0.880±0.0930	0.817±0.127	0.747±0.111
IQ- 1σ 以上, GROD 最小	0.941±0.0581	0.926±0.0605	0.880±0.0885	0.819±0.136	0.752±0.108
IQ- 2σ 以上, GROD 最小	0.940±0.0579	0.924±0.0604	0.876±0.0882	0.819±0.122	0.751±0.0990
IQ- 3σ 以上, GROD 最小	0.939±0.0575	0.924±0.0604	0.870±0.0922	0.805±0.122	0.754±0.0978

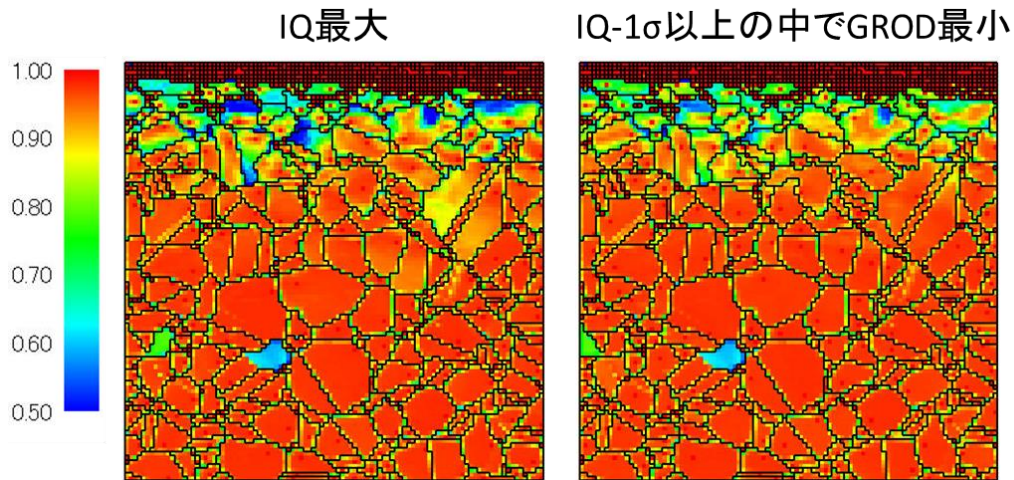


Fig. 5-10 Distribution of matching index-2

5.4 疲労試験片の表層の相対応力の計算結果

疲労試験片の表層の Wilkinson 法による軸方向応力の相対値分布の計算結果を Fig. 5-11 に示す。各観察結果において、観察域最上部は試料を埋め込んだ樹脂部を示しており、最上部の黒線で細かく仕切られている領域は樹脂部に相当する。樹脂部において、応力が計算されている部位が存在しているが、これは、樹脂部の不鮮明な菊池パターンから機械的に結晶方位を計算した結果、偶然隣接測定点との結晶方位差が規定値以下となり、同一結晶粒と認識されたためである。各試験片の軸方向応力の標準偏差を縦軸に、y 方向の結晶粒重心位置と横軸にとった散布図を Fig. 5-12 に示す。但し、40 点以上の測定点から構成される結晶粒のみを計算対象とし、IQ2500 以上の測定点のみを標準偏差の計算に含めた。また、撮影域の最上部を $y=0$ とする。R2 に関しては結晶粒重心位置の y 座標が小さくなるにつれ、明らかに軸方向の相対応力の粒内でのばらつきが大きくなっていることが確認される。EP1 に関しても、回帰分析[66]から軸方向応力の標準偏差と結晶粒重心位置の間に有意な相関が確認され、重相関 R 値は-0.365 であった。EP3 に関しては、結晶粒重心位置と撮影域最上部からの距離が $20\mu\text{m}$ 以下の領域で軸方向相対応力の標準偏差がばらつく傾向が見受けられるものの、両者の間に有意な相関は見られなかった。以上から、R2、EP1 では試料表面に近づくほど粒内の軸方向応力のばらつきが大きくなる傾向を有しているといえる。付章に示した $d - \sin^2\psi$ 線図の EP2 と EP3 の比較より、EP3 の表層ではバルク組織と比べ応力がばらついていることが予測されるものの、今回実施した測定では、EP3 表層で応力のばらつきが大きくなる傾向を確認できなかった。

R2 表面近傍では、5GPa ほどの応力が計算値として出力される領域が存在した。これは、引っ張り強度と比してはるかに大きい値であり、X 線回折による応力測定結果とも乖離して

5. 残留応力の絶対値分布の推定

いる。よって、表面近傍の領域では大きな誤差が発生していると思われる。その原因としては、加工ダメージにより菊池パターンが不明瞭となったこと、そして結晶方位の粒内での回転量が大きく、基準点と各測定点との間の菊池パターンの回転量が大きくなったことにより、ROIの移動量を適切に計算できなかったためであると考えられる。また、R2表面近傍の微細粒部においては、応力の相対値を計算することはできなかった。

EP1, EP3の試料最表面における測定点において、非常に大きな引張または圧縮が計算される傾向が確認できる。これは、樹脂部と試料の境目の領域では、観察される菊池パターンが淡く、ROI移動量計算時に異常値が生じたためと考えられる。実際に、これらの領域ではマッチング指数は低い値となっていた。EP1最表層においては、多くの結晶粒で表面に向かうにつれ圧縮応力が強まる傾向が確認された。しかし、表層の一部の結晶粒では表層に向かうにつれ圧縮応力が弱まっている。これは、周囲の結晶粒との間の拘束及び弾性異方性により生じたものと考えられる。また、EP1表層の結晶粒において、中央部近傍で相対的に引張応力が高くなっているものが散見される。こうした結晶粒では、粒界近傍と比べ粒界から離れた箇所では圧縮応力が大きく低下しているものと考えられる。よって、結晶粒の平均残留応力が高い場合でも、周囲の結晶粒との間の拘束及び弾性異方性の影響が粒界近傍に限定され、結晶粒の中央部ではあまり残留応力が導入されていない場合があることを示唆している。EP3では、表面に近づくにつれて応力分布に偏りが生じるような傾向は、明瞭には確認できなかった。

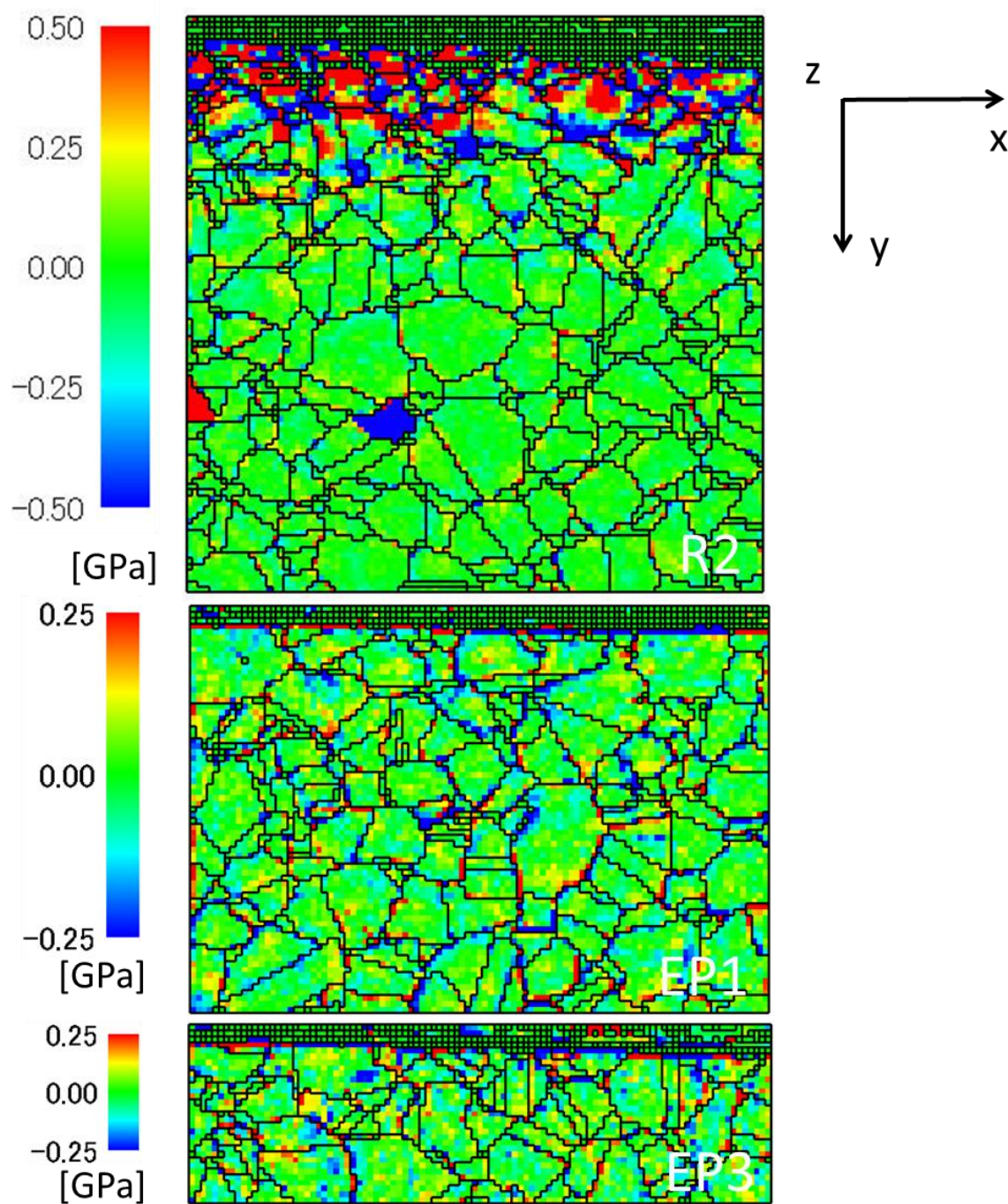


Fig. 5-11 Relative axial stress distribution of specimens

5. 残留応力の絶対値分布の推定

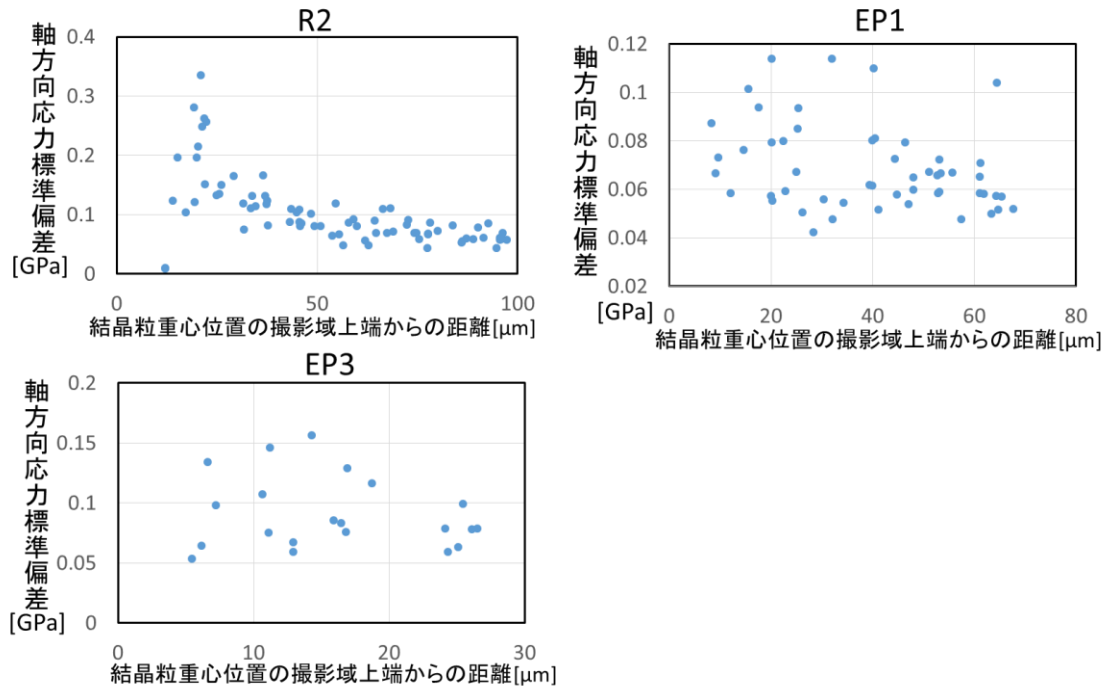


Fig. 5-12 Relative axial stress deviation – centroids of crystals diagram

5.5 介在物周りの相対応力の計算結果

本研究で使用した Inconel 718 において、介在物が観察された。介在物まわりの組織に関して、EDX (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)により面分析を実施した結果を Fig. 5-13 に示す。観察より、介在物において、Ti と Nb、特に Ti が顕著に偏在していることが確認された。EBSD 観察時に phase を fcc 構造である Ni に設定したところ、母相のみならず介在物も問題なく指数付け可能であったことより、介在物は fcc 構造であると推察される。

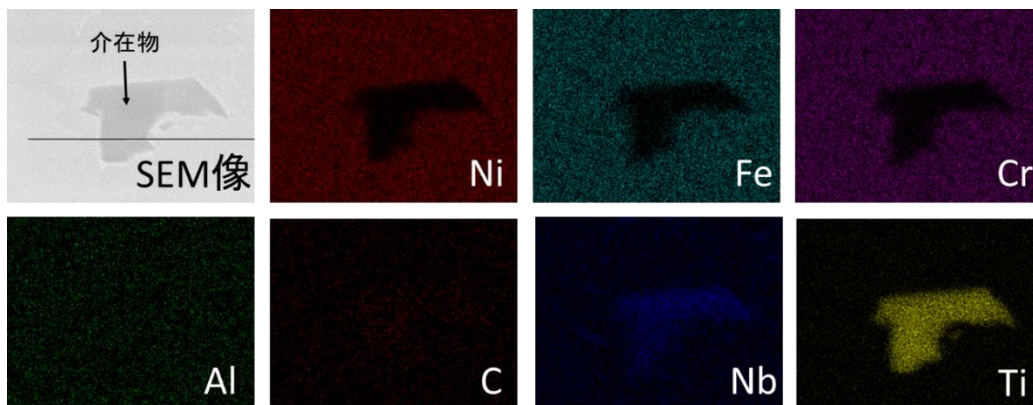


Fig. 5-13 Results of area analysis by EDX

5. 残留応力の絶対値分布の推定

EP1 表層における介在物まわりの組織に関し Wilkinson 法を適用した結果を, Fig. 5-14 に, EP3 表層における介在物まわりの組織に関し, Wilkinson 法を適用した結果を Fig. 5-15 に示す. これより, EP1 表層における介在物およびその周囲で軸方向応力の応力集中が生じていること, そして, 介在物周囲でせん断応力場が発生している一方, EP3 表層における介在物では応力集中がさほど確認されないことがわかる. X 線回折による残留応力測定結果より, EP1 材の表層では, 軸方向の圧縮残留応力が導入されていると推察され, 介在物は強い圧縮応力を受けているものと推察される. また, 観察域の GROD MAP(Fig. 5-16)において高 GROD 領域が母相に集中していることが確認され, 転位が母相に集中していると考えられる. Fig. 5-14 より, 介在物周りの軸方向応力に関し, 介在物の左右では圧縮応力が強まる傾向が見られる一方で, 介在物の上下では引張応力が強まる傾向が見られる. これは, 先行研究[67][68]における介在物周りの応力集中に関するシミュレーション結果と同様の傾向を示している.

以上のように, 本研究では, Wilkinson 法により多結晶材料における介在物周りの応力集中を捉えることができた. これは, Wilkinson 法が粒界介在物周りの応力評価への有効な手法となる可能性を示しているといえる. 本研究における介在物周りの応力の発生原因を追究するためには, 介在物の硬さ試験の実施や, 介在物の特定を進めることが有効な手段となると思われる.

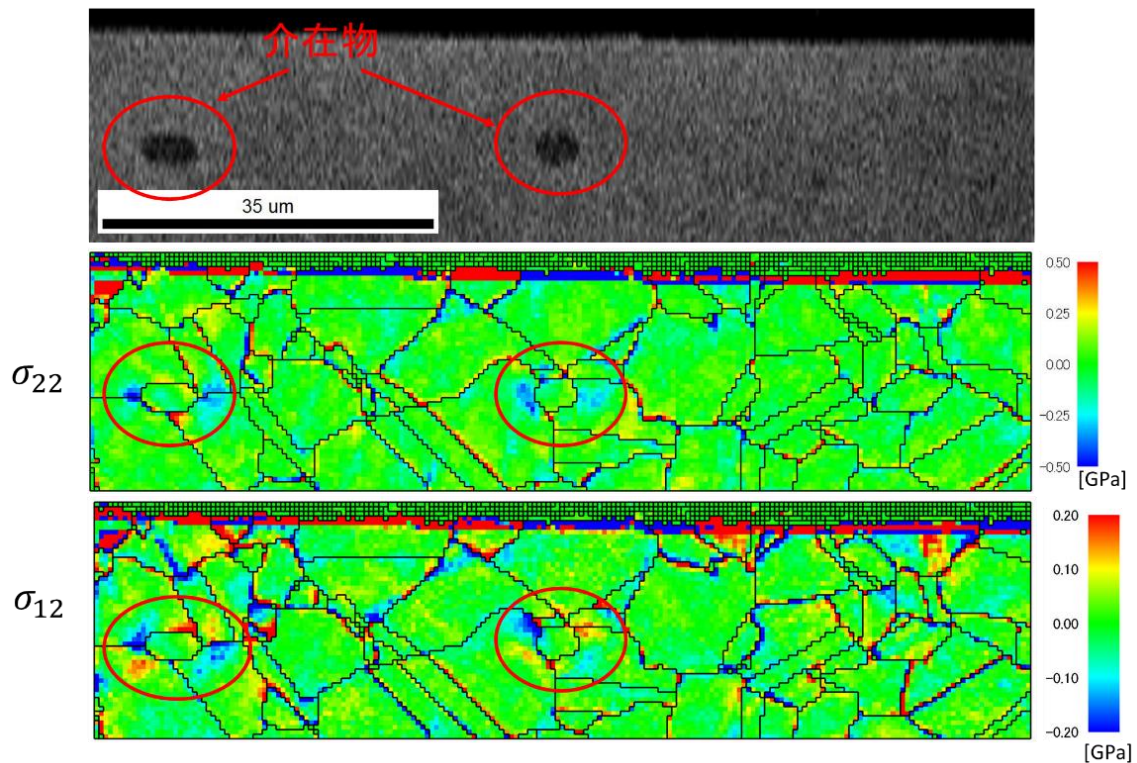


Fig. 5-14 SEM image and relative stress around inclusions of EP1 surface layer

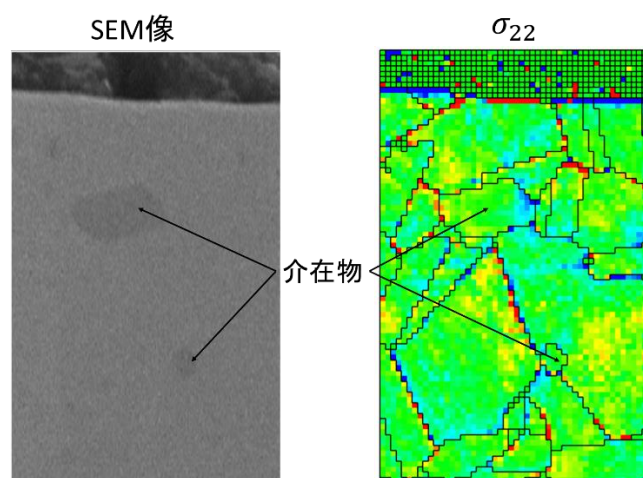


Fig. 5-15 SEM image and axial relative stress around inclusions of EP3 surface layer

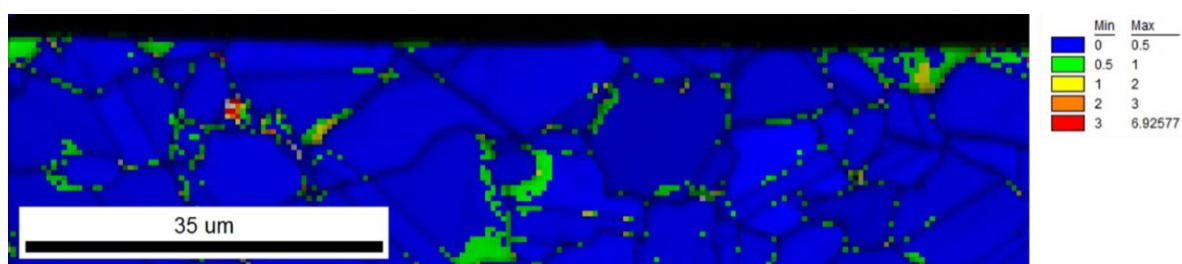


Fig. 5-16 GROD map around inclusions of EP1 surface layer

5.6 提案モデルの適用と考察

本項では，本研究で提案する残留応力の絶対値分布の推定手法を疲労試験片表層に対し適用した結果及び考察を記す．R2 では Wilkinson 法が妥当に適用できず，EP3 では残留応力自体がほとんど導入されていないことから，EP1 表層に対しモデルの適用を行う．

5.6.1 X 線回折強度の計算

本研究においては，式(2.30)で用いるパラメータは Table 5-3 のようになる．積分深さの検討を行うため， $\delta = 10, 20, 30, 100\mu\text{m}$ においてガウス・ルジャンドル積分[69]を用い式(2.30)を計算し， $\delta = 100\mu\text{m}$ の値を用い規格化した結果を Fig. 5-17 に示す．付章に示した $d - \sin^2\psi$ 線図より読み取れるように，本研究における X 線による残留応力測定は $\sin^2\psi = 0 \sim 0.42$ で実施されたことを考慮し， $\sin^2\psi = 0, 0.25, 0.42$ となる ψ に対し，計算を実施した．Fig. 5-17 より，どの ψ に関しても，積分深さ $\delta = 20\mu\text{m}$ とした場合 $\delta = 100\mu\text{m}$ に対する強度の 98% 以上を表現できていることが分かる．また，式(2.27)より，微小体積からの回折強度は δ の値に対し指数関数的に減少してゆくことから， $\delta > 100\mu\text{m}$ からの回折強度は極めて小さいと考えられる．よって，以後積分深さ $\delta = 20\mu\text{m}$ として計算を行う．この δ の値は，試験片の径と比較して非常に小さいため， α の積分範囲を $\frac{\pi}{2} - \xi(z)$ から $\frac{\pi}{2} + \xi(z)$ とした近似は，妥当であったといえる．

Table 5-3 Values of parameters for equation (2.30)

μ	r_0	Φ
$0.00959 \mu\text{m}^{-1}$	$2000\mu\text{m}$	$800\mu\text{m}$

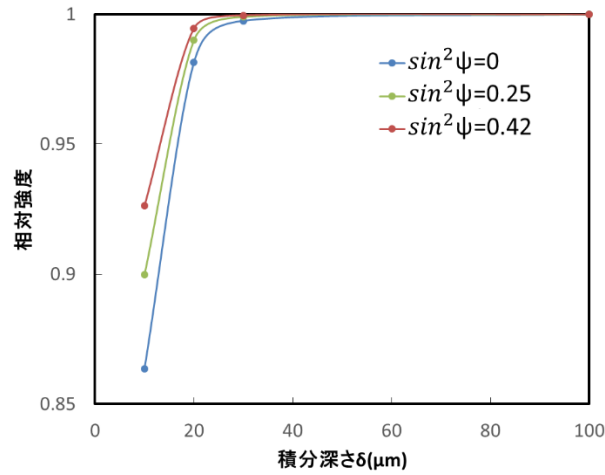


Fig. 5-17 Relative intensity of X-ray

5.6.2 提案モデルの適用

旋削による表層の残留応力は、表面から少し深い位置でピークとなる場合と、表面でピーク値を取る場合の2パターンに大別できる[60][70][71]。この2つのパターンのどちらの場合にも対応できるよう、 $f(d)$ の関数形は2次関数を仮定した。本研究における積分深さは $\delta = 20\mu m$ とごく表層のみを考慮しているため、 $d \rightarrow \infty$ とした場合でも、 $f(d)$ が0に収束するような関数形に設定する必要はないものと考えた。また、IQが2500以下またはマッチング指数が0.85を下回った点に関し、Wilkinson法による計算の信頼性が低いもの判断し、モデル適用時の繰り返し計算より除外した。

提案モデルを本研究におけるEP1表層の軸方向の相対応力計算結果に適用した結果をFig. 5-18に示す。

$\psi = 0$ とした場合、収束時における深さ方向の応力分布関数 $f(d)$ は、 $f(d) = 0.335d^2 + 5.96d - 303[\text{MPa}]$ であった。収束時の $f(d)$ と $\sigma_{ave}(d)$ のグラフをFig. 5-19に示す。

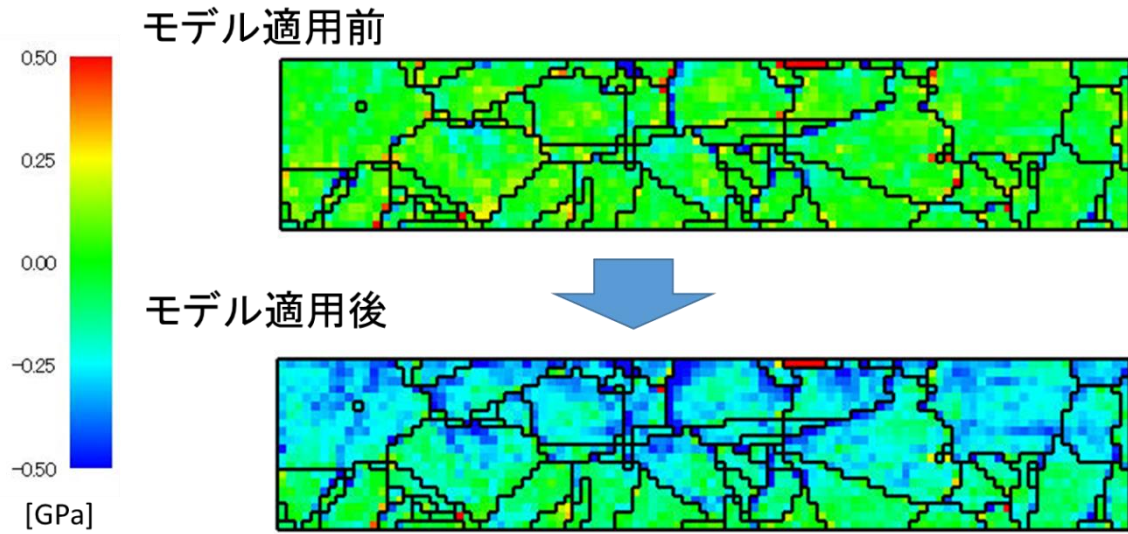


Fig. 5-18 Relative axial residual stress distribution (top) and estimated absolute axial stress distribution (bottom) of EP1 surface layer

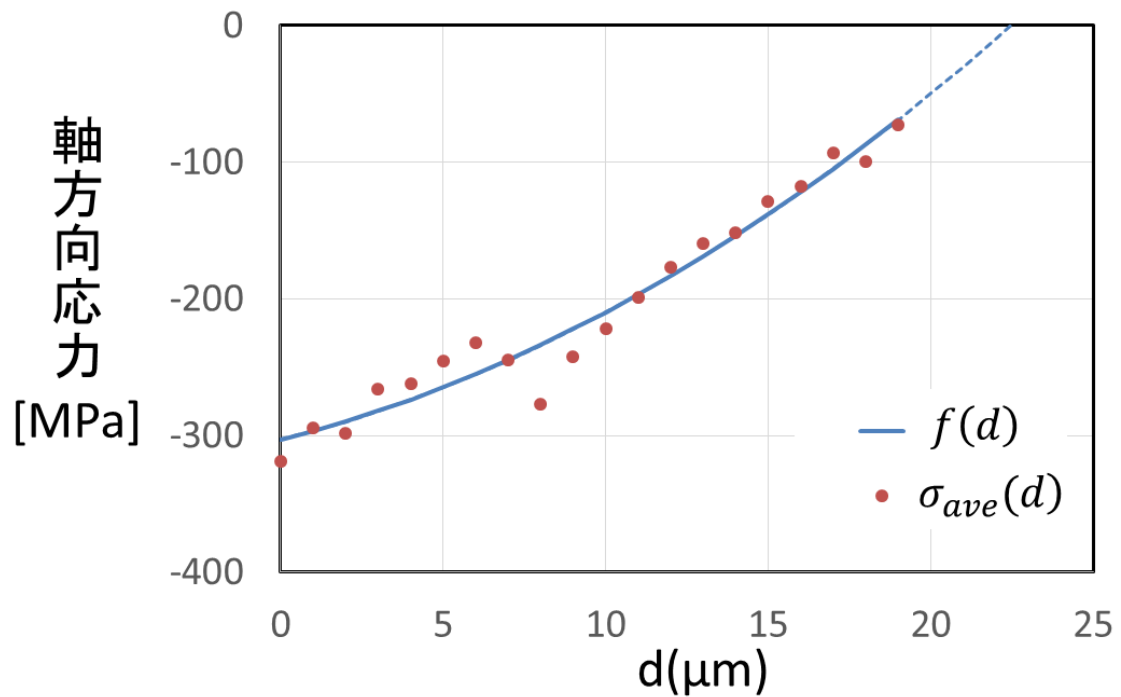


Fig. 5-19 Converged $f(d)$ and $\sigma_{ave}(d)$ at $\phi=0$

5.6.3 提案モデルの妥当性考察

EP1 と EP3 の研磨量の差は $30\mu\text{m}$ 程度であり、EP1 の表面からの深さ $30\mu\text{m}$ の位置における X 線による残留応力測定結果は、EP3 表面の X 線残留応力結果と対応するものと考えられる。Table 3-1 より、EP3 の表面における残留応力はほぼ 0 であるから、EP1 では表面からの深さ d が $30\mu\text{m}$ に達するまでに残留応力がほぼ 0 となっていると考えられる。EP1 における収束値時の応力関数 $f(d)$ は、 $d = 22.5\mu\text{m}$ において $f(d) = 0$ となり、 $d < 30\mu\text{m}$ の範囲で残留応力が 0 となっていることから、妥当性を有しているといえる。

よりミクロな応力に関し、考察を行う。Kanjara らは文献[72]において、中性子回折に寄与する結晶粒に関し、それらの粒の平均応力のばらつきよりも、結晶粒内の応力のばらつきの方が、はるかに中性子回折における回折強度曲線のピーク幅の増大に寄与していると述べている。また、Neil らもまた単軸引張を付与した銅、ステンレスのひずみを中性子回折により測定している。そして、中性子回折における回折強度曲線のピーク幅の増大には、結晶粒の平均応力のばらつきよりも、装置の誤差と粒内での応力のばらつきが寄与すると述べている[73]。以上のように、先行研究から、特定の方位を持つ結晶粒に関する応力のばらつきより、結晶粒内における応力のばらつきの方がはるかに大きいことが示唆されている。そのため、同一の結晶方位を持つ粒に関しては、結晶粒の平均応力は一定としても大きな誤差は生じないものと考えられる。

また、本研究では、結晶粒の重心位置のみで結晶粒の平均応力を考慮しており、結晶粒の異方性を考慮していない。以下では、異方性の影響に関しても考察を行う。Kanjara らは、単軸引張を付与した SUS317L に関し、中性子回折による応力・ひずみ測定し、さらに FFT に基づく結晶塑性シミュレーションを実施した[72]。そして、軸方向に 300MPa 応力を付与した場合、回折面が $\{1\ 1\ 1\}$ の負荷に対し硬質な結晶粒では 340MPa 程度、回折面が $\{1\ 0\ 0\}$ の負荷に対し軟質な結晶粒では 260MPa 程度の応力が平均的に付与されるという結果を得ている。Kanjara による研究で用いられた SUS317L のゼナー率[74]は 3.77 であり、本研究で用いた Inconel 718 における弾性定数より計算したゼナー率 2.83 と比べ大きい。よって、本研究で用いた Inconel 718 は、Kanjara による研究で使用された SUS317L と比べ等方性に近い性質を有しており、結晶の平均応力値のばらつきはより生じにくいと考えられる。

6. 結論

6.1 結論

本研究では、Wilkinson 法と X 線回折による残留応力の測定結果を元に、残留応力の絶対値による分布の推定手法を提案した。詳細は以下の通りである。

- 誤差抑制の観点から Wilkinson 法における基準点の選択法の調査を実施した。基準点における菊地パターンの鮮明さと、基準点における結晶方位と結晶粒の平均方位との差の両者を考慮した選択法により、従来手法よりマッチング指数が全体で高くなることを示した。
- 結晶粒の平均応力を結晶粒の重心位置による関数で近似的に表現し、Wilkinson 法と X 線回折による残留応力測定結果を合わせこむことによる、残留応力の絶対値分布の推定手法を提案した。
- 粒界介在物周りの応力集中を Wilkinson 法により観察したことにより、本手法が粒界介在物周りの応力評価への有効な手法となる可能性を示した。

6.2 今後の展望

以下が今後の展望である.

- 結晶異方性を考慮し, 結晶方位に応じて応力平均値の補正を行うことにより, 絶対値分布の推定モデルが改善すると考えられる.
- 逆解析により, EBSD 試料調製時の接線方向の応力解放の影響を評価することが望まれる.
- 疲労試験片の破面の成分分析, 破断後の試験片の介在物周りの応力の測定より, 介在物がき裂発生, 進展へ与える影響を調査することが望まれる.

7. 参考文献

-
- [1] 機械構造物の設計・維持への荷重・耐力係数法の適用に関する研究分科会, “信頼性設計基本ガイドライン”, 日本機械学会, pp. 1.2, 2010.
 - [2] Criteria of the ASME boiler and pressure vessel code for design by analysis in sections III and VIII, division 2”, American Society of Mechanical Engineering, New York, 1969.
 - [3] M. Takanashi, M. Higuchi, J. Maeda, S. Sakai, “Fatigue design margin evaluation for carbon and low alloy steels by reliability-based load and resistance factor method”, *Proceedings of the ASME 2011 PVP Conference*, 2011.
 - [4] Harvey, J. E., “Pressure component construction”, Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1980.
 - [5] 江田弘, “材料加工層”, 養賢堂, 2007.
 - [6] 浅見克敏, 橋内良雄, “疲労に及ぼす影響因子 I”, 材料, 第 35 巻, 392 号, pp.550-556, 1986.
 - [7] T.Yuri, Y.Ono, T.Ogata “Effect of surface roughness and notch on fatigue properties for Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy at cryogenic temperatures”, *Science and Technology of Advanced Materials*, vol.4, no.4, pp.291-299, 2003.
 - [8] 竹内勝治, “非鉄合金旋削仕上げ試験片の疲労強度について”, 材料, 第 16 巻, 162 号, pp.144-149, 1967.
 - [9] 森田辰郎, 清水真佐男, 川寄一博, “窒化した純チタンの疲労強度に及ぼす表面硬化層の影響”, 日本機械学会論文集, vol.59, no.563, pp.1650-1655, 1993.
 - [10] 米倉大輔, 野田淳二, 小茂島潤, 清水真佐男, 清水博美, “WPC 処理を施したフェライト・パーライト鋼の疲労破壊特性”, 日本機械学会論文集, vol.67, no.659, pp.1155-1161, 2001.
 - [11] H.Nakamura, M.Takanashi, Y.Itabashi, “Shot peening effect on low cycle fatigue properties of Ti-6Al-4V and Inconel 718”, *Proceedings of ASME Turbo Expo*, pp.791-797, 2011.
 - [12] 村上敬宣, 高橋宏治, 山下晃生, “疲労強度に及ぼす表面粗さの影響の定量的評価”, 日本機械学会論文集, vol.63, no.612, pp.1612-1619, 1997.
 - [13] 桐谷聡一, “表面仕上げが金属の低サイクル疲労寿命に与える影響の確率的取扱い”, 東京大学大学院工学系研究科機械工学専攻修士論文, 2013.
 - [14] 西島敏, “金属疲労とは何か”, ばね論文集, vol.50, pp.91-108, 2005.
 - [15] P.J.Withers, H.K.D.H.Bhadeshia, “Residual stress part1-Measurement techniques”, *Materials Science and Technology*, vol.17, pp.355-365, 2001.
 - [16] W.Yang et al. “Differential-aperture X-ray structural microscopy : a submicron-resolution three-dimensional probe of local microstructure and strain”, *Micron*, vol.35, pp.431-439, 2004.
-

-
- [17] J.D.Budai et al. “Polychromatic X-ray micro- and nanodiffraction for spatially-resolved structural studies”, *Thin Solid Films*, vol.516, pp.8013-8021, 2008.
 - [18] 鈴木清一, “EBSD 読本”, TSL ソリューションズ.
 - [19] A.J.Wilkinson, G.Meaden, D.J.Dingley, “High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns”, *Ultramicroscopy*, vol.106, pp.307-313, 2006.
 - [20] R.R.Keller, A.Roshko, R.H.Geiss, L.A.Bertness, T.P.Quinn, “EBSD measurement of strains in GaAs due to oxidation of buried AlGaAs layers”, *Microelectronic Engineering*, vol.75, pp.96-102, 2004.
 - [21] A.J.Wilkinson, “Methods for determining elastic strains from electron backscatter diffraction and electron channeling patterns”, *Materials Science and Technology*, vol.13, pp.79-84, 1997.
 - [22] “CrossCourt ワークショップ資料”, TSL ソリューションズ, 2014.
 - [23] T.B.Britton, A.J.Wilkinson, “Measurement of residual elastic strain and lattice rotations with high resolution electron backscatter diffraction”, *Ultramicroscopy*, vol.111, pp.1395-1404, 2011.
 - [24] T.B.Britton, A.J.Wilkinson, “High resolution electron backscatter diffraction measurements of elastic strain variations in the presence of larger lattice rotations”, *Ultramicroscopy*, vol.114, pp.82-95, 2012.
 - [25] A.J.Wilkinson, T.B.Britton, J.Jiang, P.S.Karamched, “A review of advances and challenges in EBSD strain mapping”, *Materials Science and Engineering*, vol.55, 2014.
 - [26] A.Winkelmann, C.Trager-Cowan, F.Sweeney, A.P.Day, P.Parbrook, “Many-beam dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns”, *Ultramicroscopy*, vol.107, pp.414-421, 2007.
 - [27] A.Winkelmann, “Dynamical effect of anisotropic inelastic scattering in electron backscatter diffraction”, *Ultramicroscopy*, vol.108, pp.1546-1550, 2008.
 - [28] A.Winkelmann, “Principles of depth-resolved Kikuchi pattern simulation for electron backscatter diffraction”, *Journal of Microscopy*, vol.239, pp.32-45, 2009.
 - [29] T.B.Britton et al. “Factors affecting the accuracy of high resolution electron backscatter diffraction when using simulated pattern”, *Ultramicroscopy*, vol.110, pp.1443-1453, 2010.
 - [30] 松本俊作, “表面仕上げの不確定性を考慮した低サイクル疲労に対する信頼性設計手法の開発”, 東京大学大学院工学系研究科機械工学専攻修士論文, 2012.
 - [31] B.D.Kallity, “X 線回折要論”, アグネ承風社, 1980.
-

-
- [32] 日本材料学会, “X 線応力測定法”, 養賢堂, 1966.
- [33] 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明, 菖蒲敬久, “放射光による応力とひずみの評価”, 養賢堂, 2009.
- [34] 後藤徹, 大谷眞一, “X 線応力測定法の基礎と最近の発展:1.X 線応力測定法の基礎”, 材料, vol.47, pp.1188-1194, 1998.
- [35] H.Dolle, “The influence of multiaxial stress states, stress gradients and elastic anisotropy on the evaluation of (residual) stresses by X-rays”, *Journal of Applied Crystallography*, vol.12, pp.489-501, 1979.
- [36] I.C.Noyan, “Effect of gradients in multi-axial stress states on residual stress measurements with X-rays”, *Metallurgical Transactions A*, vol.14, pp.249-258, 1983.
- [37] 英崇夫, 藤原晴央, 西岡一水, “急激な応力こう配のあるときの X 線の残留応力解析における重み付き平均解析法の理論”, 材料, vol.30, pp.247-253, 1981.
- [38] 中村栄浩, 鷹合徹也, 木村真一, “5083Al 合金の冷間圧延と表面残留応力”, 日本金属学会誌, vol.55, pp.1307-1314, 1991.
- [39] 友田陽, 菖蒲敬久, S.Harjo, 鈴木裕士, “量子ビームによる溶接部の残留応力測定”, 溶接学会誌, vol.80, pp.159-165, 2011.
- [40] S.I.Wright, M.M.Nowell, “EBSD image quality mapping”, *Microscopy and Microanalysis*, vol.12, pp.72-84, 2006.
- [41] M.Kamaya, “Measurement of local plastic strain distribution of stainless steel by electron backscatter diffraction”, *Materials Characterization*, vol.60, pp.125-132, 2009.
- [42] D.J. Child, G.D. West, and R.C. Thomson, “Assessment of surface hardening effects from shot peening on a Ni-based alloy using electron backscatter diffraction technique”, *Acta Materialia*, vol. 59, pp.4825-4834, 2011.
- [43] M.Kamaya, A.J.Wilkinson, J.M.Titchmarsh, “Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy”, *Acta Materialia*, vol.54, pp.539-548, 2006.
- [44] T.B.Britton et al. “Assessing the precision of strain measurements using electron backscatter diffraction –part1: Detector Assessment”, *Ultramicroscopy*, vol.135, pp.126-135, 2013.
- [45] P.S.Karamched, A.J.Wilkinson, “High resolution electron back-scatter diffraction analysis of thermally and mechanically induced strains near carbide inclusions in a superalloy”, *Acta Materialia*, vol.59, pp.263-272, 2011.
- [46] S.Villert, C.Maurice, C.Wyon, R.Fortunier, “Accuracy assessment of elastic strain measurement by EBSD”, *Journal of Microscopy*, vol.233, pp.290-301, 2009.
- [47] J.Jiang, T.B.Britton, A.J.Wilkinson, “Mapping type III intragranular residual
-

-
- stress distributions in deformed copper polycrystals”, *Acta Materialia*, vol.61, pp.5895-5904, 2013.
- [48] D.J.Dingley, “EBSD Tutorials2-Polycrystal” http://www.ebsd.org.uk/tutorial_2.html, 2014 年 12 月 27 日アクセス.
- [49] A.J.Wilkinson, G.Meaden, D.J.Dingley, “High resolution mapping of strains and rotations using electron backscatter diffraction”, *Journal of Electron Microscopy*, vol.59, pp.155-163, 2006.
- [50] “サブピクセル補間”, http://www.kz.tsukuba.ac.jp/~sakakiba/piv_subpixel.html, 2014 年 12 月 25 日アクセス.
- [51] T.Riedl, H.Wendrock, “Reliability of high-resolution electron backscatter diffraction determination of strain and rotation variations using phase-only and cross correlation”, *Crystal Research & Technology*, vol.49, pp.195-203, 2014.
- [52] H.M.Ledbetter, “Predicted monocrystal elastic constant of 304-type stainless steel”, *Physica B+C*, vol.128, pp.1-4, 1985.
- [53] T.M.Holden, R.A.Holt, C.N.Tome, “Intergranular strains in Inconel-600”, *Materials Science and Engineering:A*, vol.282, pp.131-136, 2000.
- [54] 鈴木賢治, 田中啓介, 坂井田喜久, “表面近傍の残留応力勾配解析における X 線侵入深さ”, *材料*, vol.45, pp.759-765, 1996.
- [55] 英崇夫, 藤原晴夫, 西岡一水, “X 線の残留応力解析における重み付き平均解析法の実験的検討”*材料*, vol.30, pp.254-260, 1981.
- [56] “X-ray form factor, attenuation, and scattering tables”, <http://physics.nist.gov/PhysRefData/FFast/html/form.html>, 2015 年 1 月 18 日アクセス
- [57] 小栗泰造, 村田一夫, 水谷勝己, “湾曲部の X 線応力測定-円柱形状の場合-“, *材料*, vol.49, pp.645-650, 2000.
- [58] 小栗泰造, “狭隘部の X 線残留応力測定技術”, 大阪府立産業技術総合研究所報告, vol.23, pp.29-34, 2009.
- [59] P.Pagliaro et al., “Measuring Inaccessible residual stresses using multiple methods and superposition”, *Experimental Mechanics*, pp.1123-1134, 2011.
- [60] 土田幸滋, 川田雄一, 児玉昭太郎, “旋削による残留応力の分布形に関する研究”, 日本機械学会論文集, vol.40, pp.1563-1575, 1974.
- [61] E.Capello, “Residual stresses in turning Part1: Influence of process parameters”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol.160, pp.221-228, 2005.
- [62] P.Dahlman, F.Gunnberg, M.Jacobson, “The influence of rake angle, cutting feed and cutting depth on residual stresses in hard turning”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol.147, pp.181-184, 2004.
- [63] D.J.Dingley, A.J.Wilkinson, G.Meaden, P.S.Karamched, “Elastic strain tensor
-

-
- measurement using electron backscatter diffraction in the SEM”, *Journal of Electron Microscopy*, vol.59, pp.155-163, 2010.
- [64] M.Ojima, Y.Adachi, S.Suzuki, Y.Tomota, “Stress partitioning behavior in an fcc alloy evaluated by the in situ/ex situ EBSD-Wilkinson method”, *Acta Materialia*, vol.59, pp.4177-4185, 2011.
- [65] S.R.Niezgoda, R.J.McCabe, C.N.Tome, “Quantification of strain and orientation measurement error in cross-correlation EBSD in hexagonal close-packed materials”, *Scripta Materialia*, vol.67, pp.818-821, 2012.
- [66] 東京大学教養学部統計学教室編, “基礎統計学 I 統計学入門”, 東京大学出版会, 1991.
- [67] 山中晃徳, 高木知弘, 富田佳宏, “弾塑性 Phase-Field モデルによる相変態シミュレーション”, 日本機会学会第 21 回計算力学講演会 CD-ROM 論文集, pp.402-403, 2008.
- [68] 大橋鉄也, 浅川和久, “球状介在物の近傍に蓄積する転位群の立体構造”, 日本機会学会論文集 A 編, vol.68, pp.1513-1519, 2002.
- [69] 森口繁一, 伊理正夫, 武市正人, “C による算法通論”, 東京大学出版会, 2004.
- [70] A.R.C.Sharman, J.I.Hughes, K.Ridgway, “An analysis of the residual stresses generated in Inconel 718 when turning”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol.173, pp.359-367, 2006.
- [71] T.Ozel, D.Ulutun, “Prediction of machining induced residual stresses in turning of titanium and nickel based alloys with experiments and finite element simulations”, *Manufacturing Technology*, vol.61, pp.547-550, 2012.
- [72] A.K.Kanjarla, R.A.Rebensohn, L.Balogh, C.N.Tome, “Study of internal lattice strain distributions in stainless steel using a full-field elasto-viscoplastic formulation based on fast Fourier transforms”, *Acta Materialia*, vol.60, pp.3094-3106, 2012.
- [73] C.J.Neil et al., “Modeling lattice strain evolution at finite strains and experimental verification for copper and stainless steel using in situ neutron diffraction”, *International Journal of Plasticity*, vol.26, pp.1772-1791, 2010.
- [74] D.Raabe, 酒井信介, 泉聡志 共訳, “コンピューター材料科学”, 森北出版株式会社, 2004.
-

謝辭

謝辭

謝辞

本研究は、著者が強度・信頼性工学研究室在籍中に、酒井信介教授・泉聡志教授のご指導の下実施したものです。

3年間に渡り研究に関するご指導いただいた事、研究のための環境を整えていただいたことに感謝申し上げます。

株式会社神戸工業試験場の皆様には、試験片の加工から疲労試験の実施に至るまで、大変お世話になりました。神戸工業試験場の皆様に、心より感謝申し上げます。

株式会社 IHI の高梨正祐様には、試験片材料の準備に際し、大変お世話になりました。突然の要望にも関わらずご対応下さり、心より感謝申し上げます。

原子力安全システム研究所の釜谷様には、ソフトウェアを使用させていただいたことや、研究に関しご意見を頂戴したこと等、大変お世話になりました。突然の要望にも関わらずご対応下さり、心より感謝申し上げます。

労働安全衛生研究所の山際様には、貴重な実験機器を使用させていただけただけでなく、研究内容について議論させていただくなど、大変お世話になりました。心より感謝申し上げます。

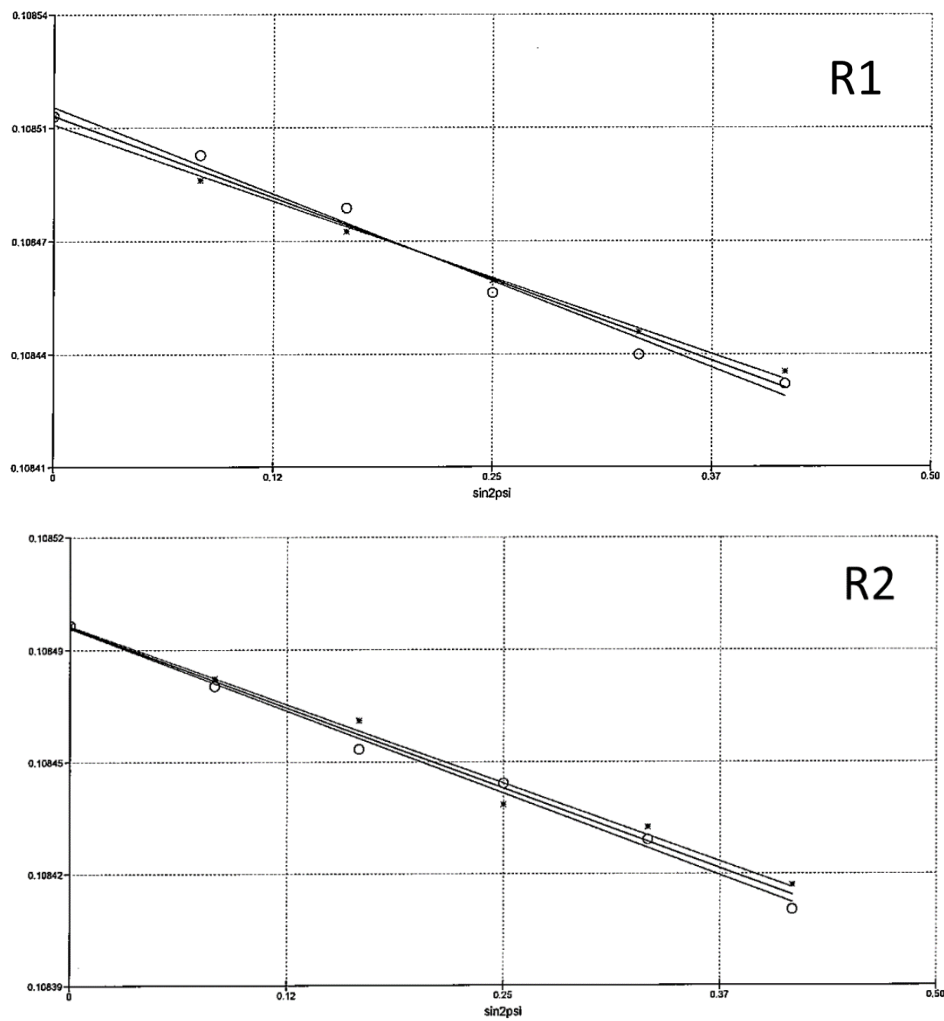
本研究を進めるにあたり、多くの方々にお世話になりました。ここに重ねて厚く謝意を表し、謝辞とさせていただきます

8. 付章

8.1 X 線残留応力測定における各試験片の $d - \sin^2\psi$

線図

X 線残留応力測定における各種試験片の $d - \sin^2\psi$ 線図を示す。プロット点の形状は○と*の2種類あるが、それぞれ ψ の正側、負側を示している。



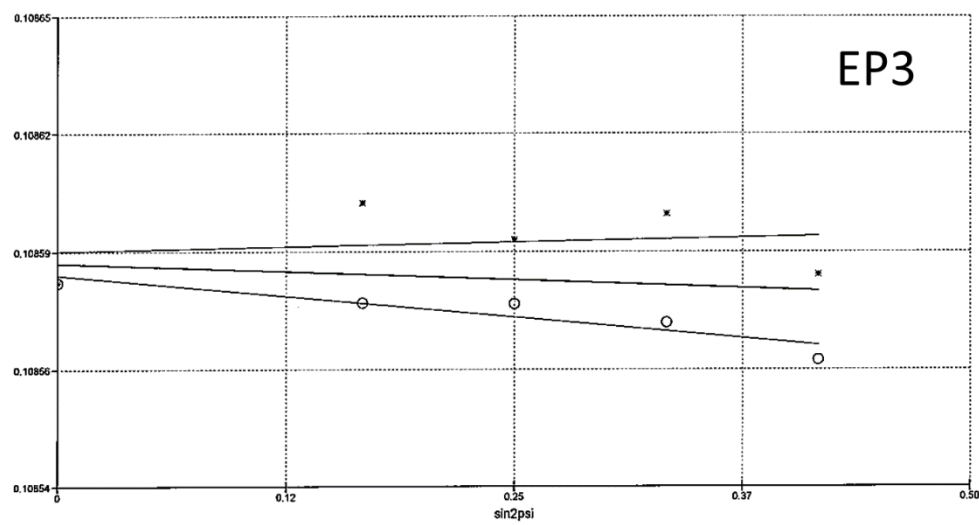
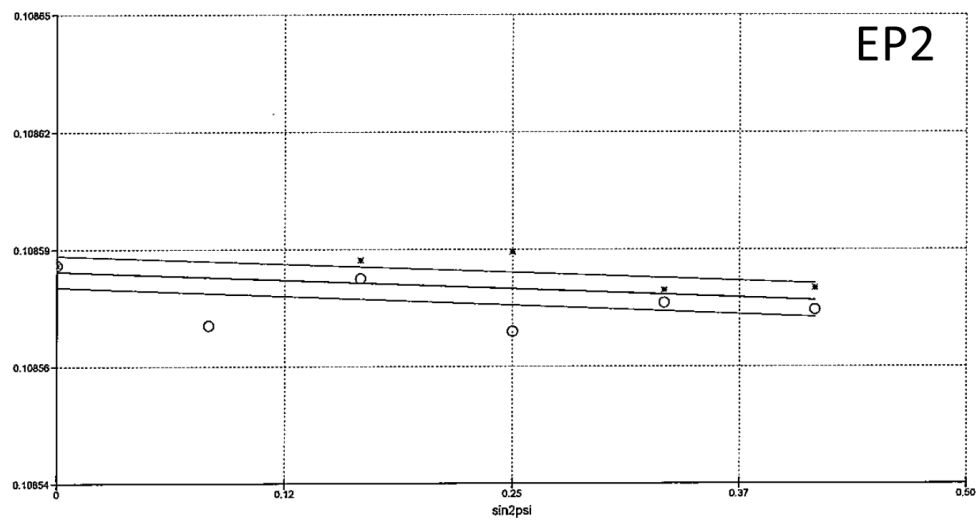
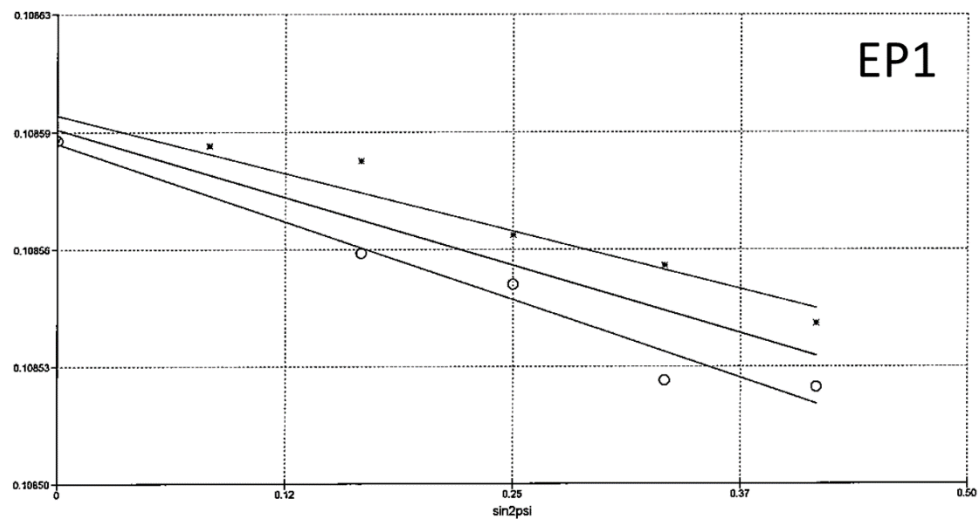


Fig. 8-1 d – $\sin^2 \psi$ diagrams of specimens

8.2 ハイパスフィルタを導入した場合の計算結果

Table 2-7 で示した開発プログラムの計算条件にハイパスフィルタを加えた場合の計算結果を Fig. 8-2 に示す. ハイパスフィルタのカットオフ波数は 3 とした. Fig. 4-10 と比較すると, 両者の差はほとんどないといえる.

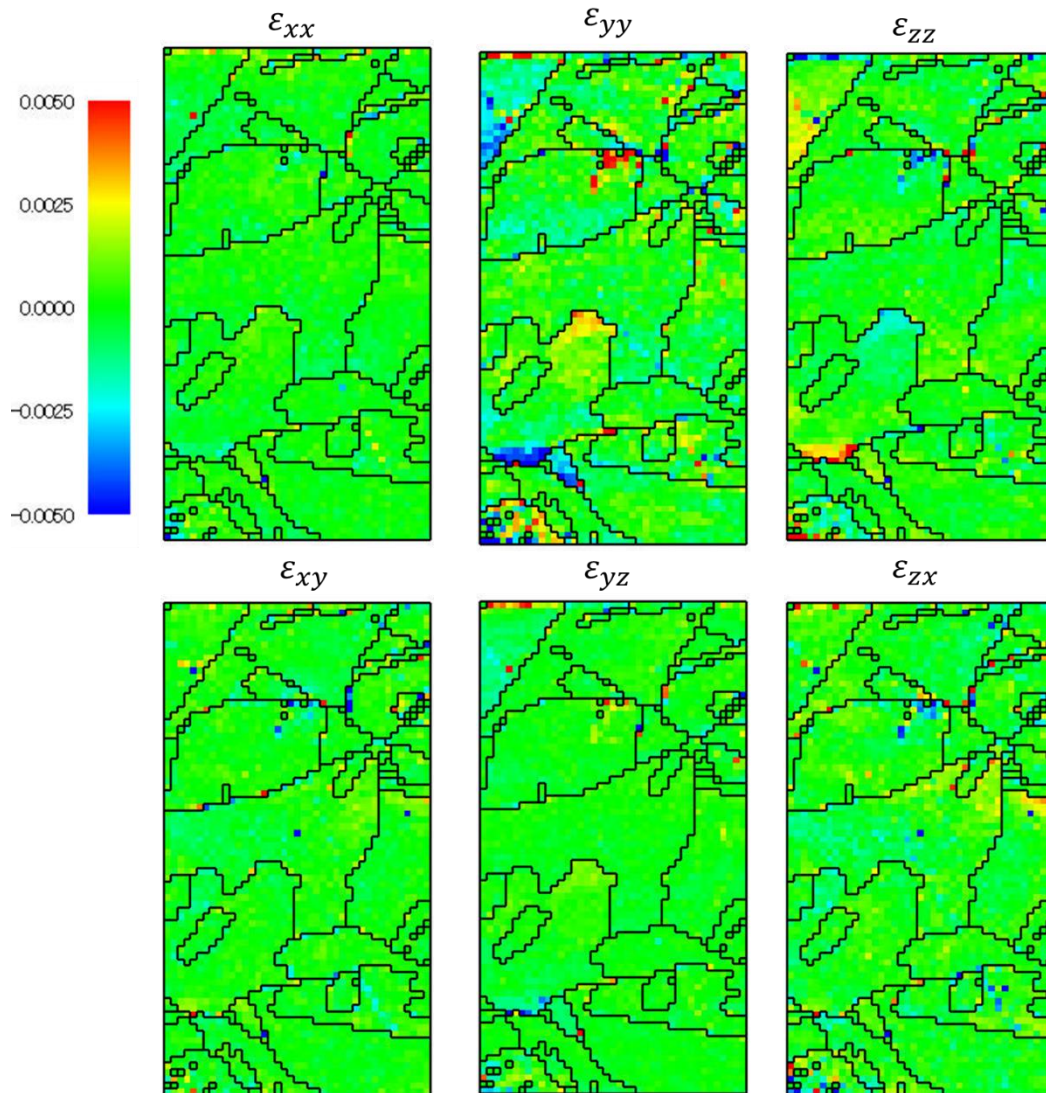


Fig. 8-2 Relative strain distribution calculated by self-making program with HPF