

# 中性子回折による高周波焼入棒鋼の残留応力測定

徳田 玄聖\*・友田 陽\*<sup>2</sup>・鈴木 徹也\*<sup>3</sup>、川寄 一博\*<sup>4</sup>  
盛合 敦\*<sup>5</sup>・皆川 宣明\*<sup>5</sup>・森井 幸生\*<sup>5</sup>

Residual Stress Measurement by Neutron Diffraction inside a Steel Bar Quenched after Induction Heating

Harukiyo TOKUDA, Yo TOMOTA, Tetsuya SUZUKI, Kazuhiro KAWASAKI, Atsushi MORI,  
Nobuaki MINAKAWA and Yukio MORII

**Synopsis :** The residual stress of a quenched steel bar with induction heating was measured by neutron diffraction. The conventional X-ray  $\sin^2\psi$  method was also used and three dimensional stress condition was estimated from plane-stress data obtained by a progressive polishing technique. Good agreements were found between the results by the neutron and X-ray methods. Improvements of the neutron stress measurement are discussed.

**Key words:** residual stress; neutron diffraction; X-ray diffraction; stress measurement; induction heating; quenching; steel.

## 1. 緒言

鉄鋼の場合、X線は侵入深さが20 $\mu\text{m}$ 程度と浅いため内部の応力状態を非破壊的に測定することはできない。物体の表面から内部にかけての残留応力分布をX線回折応力測定法で求めるには、表面を連続的に研磨しながら平面応力場として測定を繰り返す必要がある。すなわち、平面応力場の変化を基に表面層削除による応力解放を計算により補正して3軸応力分布を推定することが行われる<sup>2)</sup>。一方、中性子は浸透深さが数10mmと深いので物体内部の三次元的な情報を直接得ることができる<sup>3,4)</sup>。無応力状態の格子面間隔が既知の場合は、非破壊測定が可能である。しかし、中性子回折を利用できる施設が限られていることやビーム強度が弱く測定に長時間を要する等、応力測定への利用は一般化していない。産業利用を重視している大強度陽子加速器施設(J-PARC:2007年完成予定)では、中性子ビーム強度が桁違いに大きくなるので応力測定に威力を発揮すると予想され、効果的な測定方法の開発・標準化が急がれている。中性子応力測定の標準化に関してはVersailles Projects on Advanced Materials and Standards—Technical Working Area 20 (VAMAS-20)<sup>5)</sup>による国際共同研究が進められ、国内では日本材料学会X線材料強度部門委員会において角度分散法の標準測定方法が検討されている<sup>6)</sup>が、まだ多くの課題が残されている。特に、表面焼入れ部品の場合は、残留応力の変化と同時にミクロ組織変化も考慮する必要がある

り、測定はきわめて困難である<sup>7,8)</sup>。本研究では、軸対称な残留応力分布を持つと考えられる高周波焼入れした丸棒を作製し、中性子角度分散法による物体内部の3軸応力測定を試みた。表面を電解研磨しながらX線回折法による平面応力場測定を繰り返して3次元残留応力分布を推算し、中性子回折法により得られた結果と比較し、中性子による測定法の改良について考察した。

## 2. 実験方法

### 2.1 測定用試料の作製

実験には市販のクロムモリブデン鋼(SCM440)を用いた。化学組成(mass%)は、0.42C, 0.20Si, 0.78Mn, 0.020P, 0.011S, 0.05Ni, 1.05Cr, 0.04Cu, 0.16Mo, 0.005Vであった。直径25mm、長さ200mmの棒鋼の端から20~120mmまで、ワンターン自己噴射型移動焼入れコイルを用いて高周波焼入れを施した。焼入れ深さは2.5mmになるように条件を調整した(10.1kHz, 出力50kW, 電圧340V, 移動速度16mm/s, コイル直径10mm, 水冷)。高周波焼入れした試料の概要をFig. 1に示す。予熱のため端から20mmの位置で0.5s停止して加熱した後、16.0mm/sの速度で移動焼入れを行った。

試料の焼入れ領域の中心を軸に対して垂直方向に切断し、SEMにより焼入部と素地部の組織観察を行った。さらに、軸に対して垂直断面を用いて、試験荷重2.942Nで

平成16年5月28日受付 平成16年8月10日受理 (Received on May 28, 2004; Accepted on Aug. 10, 2004)

\* 茨城大学大学院(現:住友金属工業(株))(Graduate Student of Ibaraki University, now Sumitomo Metals Industries, Ltd., 4-12-1 Nakanarusawa Hitachi Ibaraki 316-8511)

\* 2 茨城大学大学院理工学研究科(Graduate School of Science and Engineering, Ibaraki University)

\* 3 茨城大学工学部(Faculty of Engineering, Ibaraki University)

\* 4 高周波熱錬(株)(Netsuren Co. Ltd.)

\* 5 日本原子力研究所中性子利用研究センター(Neutron Application Research Center, JAERI)

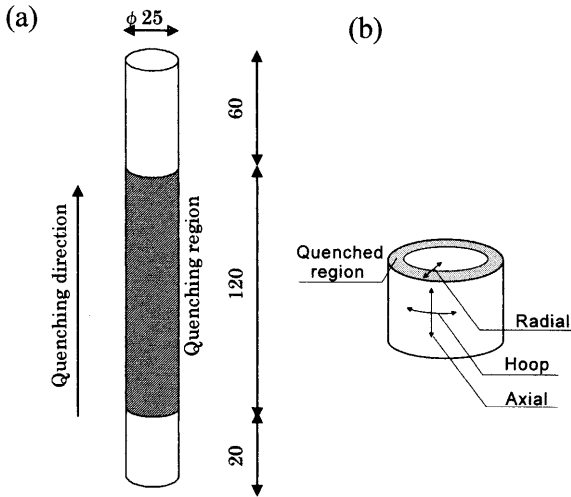


Fig. 1. Shape and dimensions (mm) of a specimen (a) and (b) definition of three stress components, i.e., hoop, axial and radial stresses.

ビッカース硬さを表面から中心に向かって0.2mmごとに測定した。ただし、表面付近と、焼入部と基材の境界と見られる深さ2mm付近では0.1mmごとに測定した。

2.2 逐次研磨法を用いたX線残留応力分布測定

焼入れ領域中心部において電解研磨を繰返して深さ方向に連続的にX線回折による残留応力測定を行った。装置には位置敏感型一次元検出器を備えた微小部X線応力測定装置 (PSPCシステム) を用いてsin<sup>2</sup>ψ法で並傾法により測定した。平面応力状態を仮定すると、x方向の応力σ<sub>x</sub>は次式により表される<sup>8)</sup>。

$$\sigma_x = \frac{E}{1+\nu} \cdot \frac{\partial(\epsilon_\psi)}{\partial(\sin^2 \psi)}$$

$$= -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot\theta_0 \cdot \frac{\partial(2\theta_\psi)}{\partial(\sin^2 \psi)} \cdot \frac{\pi}{180} \dots\dots\dots(1)$$

ここで、Eは縦弾性係数、νはポアソン比である。式(1)より、異なるψについてBragg角2θ<sub>ψ</sub>を測定し、sin<sup>2</sup>ψに対してプロットすれば、2θ<sub>ψ</sub>とsin<sup>2</sup>ψの関係は直線になる。従って、最小二乗近似し、その勾配Mを求めれば、式(1)から導かれる次式によりσ<sub>x</sub>を得ることができる。

$$\sigma_x = K \cdot M \dots\dots\dots(2)$$

ここで、K(=-E/2(1+ν)・cotθ<sub>0</sub>・π/180)は応力定数と呼ばれ、フェライト系鋼に対する-318MPa/度<sup>9)</sup>を以後の計算に用いた。測定した方向は、Fig. 1(b)に示す軸(Axial)方向と円周(Hoop)方向である。測定条件は、CrK<sub>α</sub>、Vフィルター、回折面(211)、並傾法、ψ=10, 20, 30, 35, 40度、加速電圧40kV、加速電流20mA、照射面積2mm径とし、ピーク位置は半幅幅法で決定した。

2.3 中性子回折による残留応力測定

試料の焼入れ部分を長さ30mmの円柱に切り出し、日本原子力研究所(JAERI)研究3号炉付設の残留応力測定装置

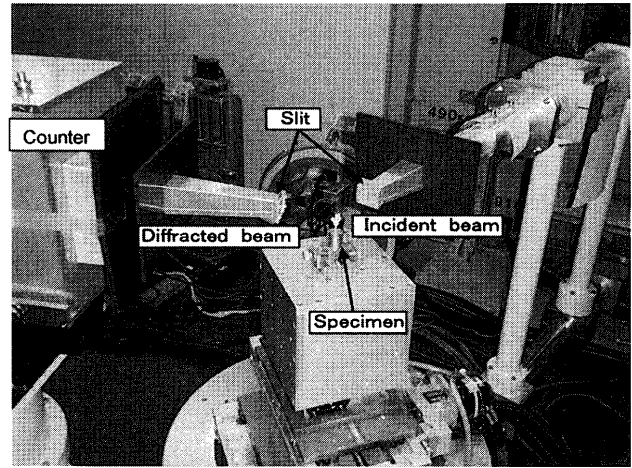


Fig. 2. A view of stress measurement using neutron diffraction at the Japan Atomic Energy Research Institute.

RESAを用いて中性子回折を行った。測定概要をFig. 2に示す。角度分散(AD)法ではモノクロメータにより波長λを一定にし、回折角θ<sub>hkl</sub>を走査することで、次のBraggの式から、面間隔d<sub>hkl</sub>を求めることができる。

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta_{hkl} \dots\dots\dots(3)$$

無応力(stress free)状態の面間隔d<sup>0</sup><sub>hkl</sub>と測定したd<sub>hkl</sub>との相対的变化から(hkl)面に垂直な格子面ひずみが次式により得られる。

$$\epsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{hkl}^0}{d_{hkl}^0} = -\cot\theta_{hkl} \cdot \Delta\theta_{hkl} \dots\dots\dots(4)$$

直交する3方向のひずみを求めることにより、次式から応力が算出できる<sup>4,9)</sup>。

$$\sigma_{11} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} [(1-\nu)\epsilon_{11} + \nu(\epsilon_{22} + \epsilon_{33})] \dots\dots\dots(5)$$

本実験では応力主軸が自明であり、3つの主軸方向である半径方向(Radial)、Hoop、Axialのひずみを1~3.5mmごとに測定した。測定面は(110)、照射体積はRadialとHoopは1×1×15mm、Axialは2×2×2mmとした。測定時間はRadialとHoopでは6.3ks、Axialでは測定体積が小さいので18.9ksとした。すべての方向で測定体積を同じにすることが望ましいが、そうすると割り当てられたマシンタイム内に測定できない状況であった。Fig. 1(b)において、Hoop応力とRadial応力の大きさはAxial方向に測定点を移動させても変化しないと考えて良い。そこで、前述のようにAxial方向に測定領域を長くして体積を増やし測定時間の短縮を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 供試料のマイクロ組織および硬さ分布

試料を研磨後、5%ナイトールで腐食してマイクロ組織を

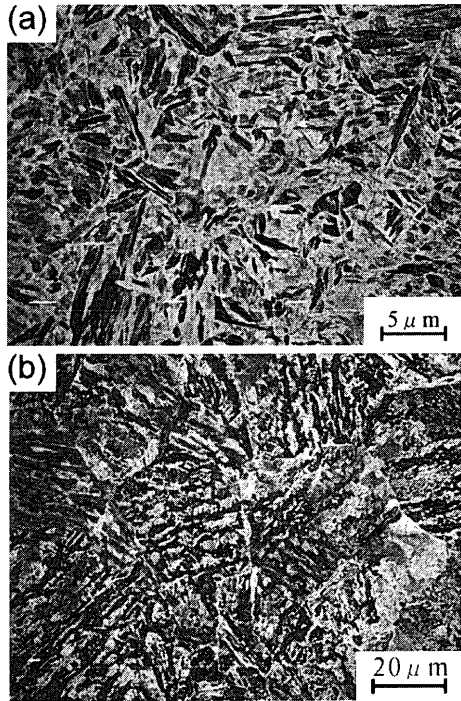


Fig. 3. SEM micrographs of the specimen: (a) with quenched region (near surface) and (b) without quenched region (inner part).

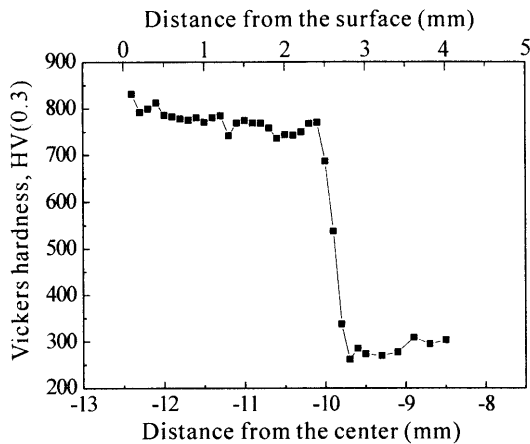


Fig. 4. Vickers hardness number as a function of distance from the surface of the quenched steel bar.

観察した。観察例を Fig. 3 に示す。また、Fig. 4 にピッカース硬さ試験結果を示す。表面から深さ約 2.5 mm まで約 800 HV の高い硬さを示した。さらに深くなると急激に硬さは低下し内部は約 300 HV で焼きが入っていない。これらの結果から、焼入部はマルテンサイト組織、内部はフェライト-パーライト組織であると思われる。

### 3.2 X線応力測定により測定した残留応力分布

Fig. 5 は表面を逐次研磨しながら X 線回折により Hoop と Axial の残留応力を求めた平面応力状態の変化である。元の表面付近では圧縮の残留応力がみられる。表面から約 0.5 mm 削除した段階までの測定結果は Hoop 応力が約 -1000 MPa、Axial 応力が約 -800 MPa であった。表面から約 2.5 mm 研磨した時点で最も大きな圧縮応力を示した後

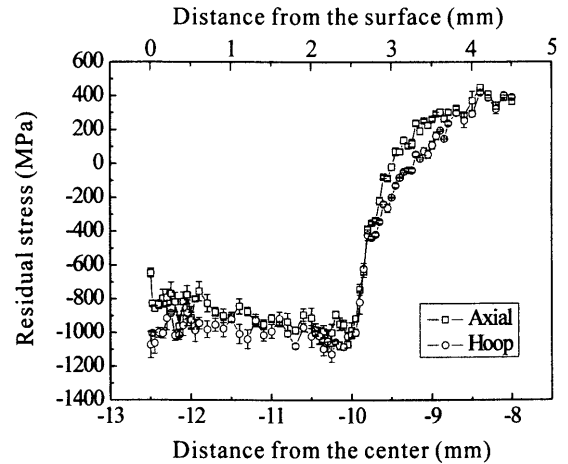


Fig. 5. Residual stresses determined by X-ray diffraction as a function of distance from the surface of the quenched steel bar.

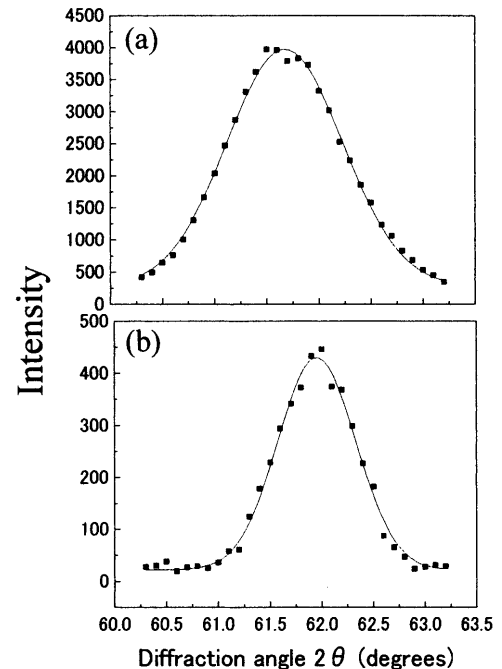


Fig. 6. Neutron diffraction (110) profiles observed for the radial direction: (a) the quenched region and (b) the central region.

に急激に減少した。さらに深い領域（表面から約 3 mm）になると、圧縮から引張応力へと変化した。大きい圧縮残留応力の存在する領域は Fig. 4 の硬さの高い領域とほぼ対応している。X 線回折を用いた  $\sin^2\psi$  法による平面応力測定には日本材料学会による標準方法がある<sup>9)</sup>。それにしたがって、本実験では前述のように 5 点 ( $\psi$  を変化) の測定点に対する最小 2 乗法近似から残留応力とその標準偏差 (エラーバーで表示) を求めた。

### 3.3 中性子回折により測定した残留応力

Radial 方向の測定で得られた中性子 (110) 回折プロファイルの例を Fig. 6 に示す。(b) は内部の測定結果でフェライトによる回折プロファイルである。(a) は外部近くのマル

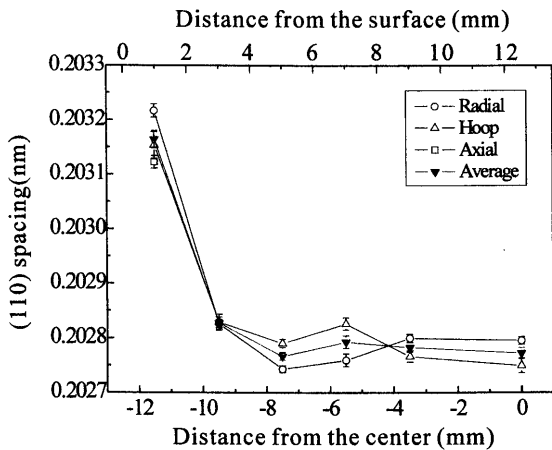


Fig. 7. Stress-free (110) spacing as a function of distance from the surface of the quenched steel bar, where small coupons were prepared by cutting.

テンサイトによる回折プロファイルで(b)よりも幅広になっている。これは、マルテンサイトでは転位などの格子欠陥が多いことに加えて正方晶だからである。本測定では正方晶軸比を同定するには測定装置の分解能が不足していたが、残留応力によるピーク全体の移動は定量的に求めることができた。

ひずみを算出するための基準となる応力フリーの面間隔  $d_0$  は、高周波焼入れした試料を約2mm角に切断して測定した面間隔を用いた。中心部から各位置における  $d_0$  の測定結果を Fig. 7 に示す。図からわかるように焼入れマルテンサイト領域では格子面間隔が広く、中心部では面間隔が小さくなっている。エラーバーは回折プロファイルの中心位置をガウス曲線で近似して求めたときの標準偏差を示す。本研究では3方向の測定結果の平均値を求め  $d_0$  として用いたが、未知の組織に対する  $d_0$  の決定方法の確立は今後の課題である。小片にして巨視的残留応力を無視できるようにしても、結晶粒単位の第二種残留応力は除けない。したがって、Fig.7の方向依存性を有意とみて、方向によって異なる値を巨視的残留応力算出用の  $d_0$  とすべきかもしれない。本実験の場合は異方性の小さい熱処理材なので誤差範囲内と思われるが、塑性変形材等では不均一塑性変形による結晶粒単位の第二種残留応力が大きいので、この点は今後塑性加工材を用いて検討を重ねたい。Fig. 7から丸棒試料の各測定点における組織に対応する  $d_0$  を推定し、丸棒内部を走査して測定した格子面間隔  $d$  を用いて、内部における測定点のひずみを(4)式により計算した。得られた3方向のひずみを Fig. 8 に示す。試料中心に対して測定結果はほぼ対称である。HoopとAxial方向のひずみは表面近傍で圧縮であり、内部に向かって引張へと変化する。前節のX線回折では測定できなかったRadial方向のひずみは、表面近傍で引張であった。

次に、Fig. 8の主軸3方向のひずみを(5)式に代入して主応力を求めた。ここで、 $E$ は224GPa、 $\nu$ は0.28とした<sup>10)</sup>。

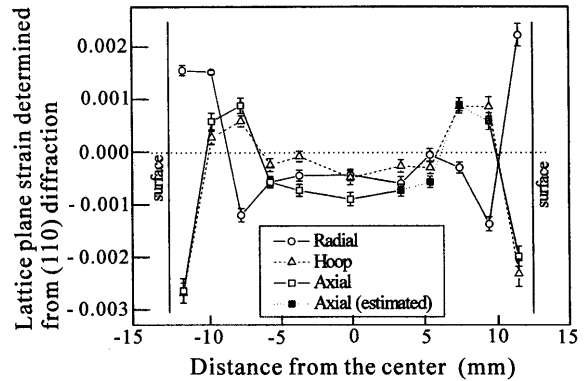


Fig. 8. Lattice plane strains measured by neutron diffraction as a function of distance from the center of the quenched steel bar.

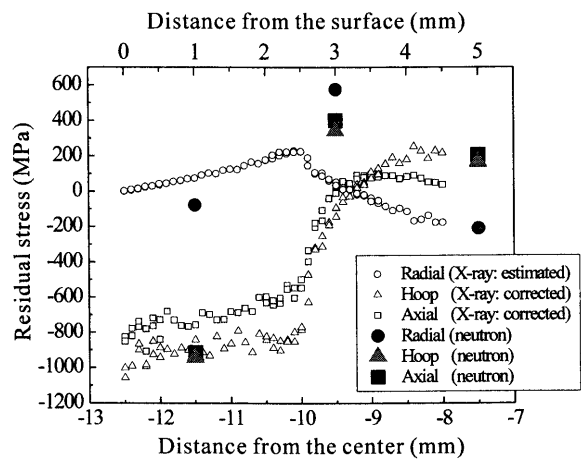


Fig. 9. Residual stresses determined by the neutron and X-ray methods as a function of distance from the center of the quenched steel bar.

変化の大きい表面近傍の結果を Fig. 9 に示す。表面に近い焼入れマルテンサイト領域では、HoopとAxial応力はほぼ同じ値の圧縮残留応力であり、Radial応力はゼロに近い値になった。HoopとAxial応力は表面から深さ3mmのところまで引張に変化した後、内部ではほぼゼロの状態になった。

### 3.4 中性子回折法とX線回折法による結果の比較

X線では試料内部の応力状態を直接測定することはできないが、試料形状が単純な場合には表面層除去による応力解放の影響を修正することによって、元の形状における3次元応力状態を推算できる。本実験では丸棒試料を用いたので残留応力分布は軸対称であると仮定できる。応力は軸からの距離  $r$  の関数で表され<sup>2)</sup>、Radial応力は次式で推定される。

$$\sigma_r(r_1) = - \int_{r_1}^R \frac{\sigma_{\theta m}(r) dr}{r} \dots\dots\dots (6)$$

ここで、 $R$ ：丸棒の半径、 $\sigma_r(r_1)$ ：中心軸から距離  $r_1$  における残留応力、 $\sigma_{\theta m}(r)$ ：残った半径  $r$  の丸棒において実際に測定されたHoop応力を表す。一方、HoopとRadial応力に及ぼす表面層除去の影響は次式のようなになる。

$$\sigma_{\theta}(r_1) = \sigma_{\theta m}(r_1) + \sigma_r(r_1) \dots \dots \dots (7)$$

Axial応力は次式で表される。

$$\sigma_z(r_1) = \sigma_{zm}(r_1) - 2 \int_{r_1}^R \frac{\sigma_{zm}(r) dr}{r} \dots \dots \dots (8)$$

この方法によりX線応力測定結果から3軸応力状態を計算した結果をFig. 9に示した。HoopとAxialにおける圧縮残留応力は表面で最大となり、焼入部では深さに伴い緩やかに減少し、深さ3mm以降は引張応力に変化する。深さ約4.5mmになると、Hoop応力は約200MPaの引張応力を示し、Axial応力は引張からゼロに近くなる。Radial応力は表面付近でゼロであり、焼入れ領域では引張応力を示し、焼入れ領域の終わりで最大となる。その後は、緩やかに圧縮へと変化し、深さ約4.5mmで約-200MPaの圧縮残留応力を示した。

X線回折結果から推算した物体内部の3次元応力状態と中性子回折により直接測定した結果はFig. 9にみられるように、かなり良い一致を示した。丸棒と異なり、複雑形状を有する部品の内部の応力をX線回折逐次研磨法により推定するのはむずかしいが、中性子回折を使えば直接測定することが可能である。しかし、中性子回折で物体内部の3次元応力マップを作成するには、現状では長時間測定が必要である。この難点はビーム強度が50~100倍になるJ-PARCが利用できるようになると大幅に改善されるであろう<sup>11)</sup>。測定対象とする体積を小さくして空間分解能を上げることがビーム強度が増せば改善が見込まれ、関連測定技術の開発が望まれる。また、ごく表面近傍の応力状態の測定には、放射光の方が有利であり、測定の簡便性も考えて、今後は通常のX線、放射光、そして中性子回折を使い分けられるようになることが予想される。現状の中性子応力測定法では、X線 $\sin^2\psi$ 法に比べて $d_0$ の精度の影響が大きい。本実験のように組織が連続的に変わり $d_0$ が測定場所により変化するような試料では、 $d_0$ に鈍感な測定方法の開発を進める必要がある。 $d_0$ の決定に関して巨らは相変態速度論によるFEM計算を併用することを試み<sup>7)</sup>、林らは試料を回転させながら測定する手法を提案している<sup>10)</sup>。著者らは $d_0$ も未知数として、多方向の格子面間隔を測定し、主軸を求めて3軸応力場を決定する方法を検討している。このような方法には、測定物体を回転する角度分散法よりも、種々な方向に検出器を置いて同時に格子面間隔を測定できる飛行時間法が適している。中性子応力測定法を確立するためには、

適切な $d_0$ の決定法あるいはX線 $\sin^2\psi$ 法のような $d_0$ に鈍感な測定法の開発が重要である。

#### 4. 結論

高周波焼入れを施したクロムモリブデン鋼(SCM440)丸棒を用いて、中性子回折により3方向のひずみを測定し、物体内部の3軸応力状態を推定した。一方、逐次電解研磨法を用いたX線回折法により測定した残留応力(平面応力)の変化から計算により物体内部の3次元残留応力分布を推定した。両者の結果を比べると、かなり良い一致がみられた。このように中性子回折による残留応力測定は物体内部の3次元応力状態を直接測定することができる。X線回折による測定では推定困難な複雑形状部品内部の応力測定に役立つと考えられるが、汎用化するにはいくつかの課題が残されている。

本研究は谷川熱技術振興基金(平成14、15年度)および鉄鋼戦略研究(日本鉄鋼協会:平成15年度)により実施された。実験に用いた試料の作製およびX線応力測定では高周波熱錬(株)の方々にお世話になった。また、測定方法と結果の検討に関してNorthern Stress Technologies(カナダ)のT. Holden博士から多くの教えを受けた。関係各位に深く感謝する。

#### 文 献

- 1) B.D.Carrity: X-ray Diffraction, Agune Press, (1972), (Japanese version).
- 2) M.G. Moore, and W.P.Evans: *SAT Trans*, **66** (1958), 340.
- 3) S.Harjo and Y.Tomota: *Netsu Shori (Jpn. Soc. Heat Treat.)*, **44** (2000), 97.
- 4) P.J.Withers and H.K.D.H.Bhadeshia: *Mater. Sci. Technol.*, **17** (2001), 355.
- 5) VAMAS-TWA20, (<http://www.risoe.dk/vanas-twa-20/>).
- 6) K.Tanaka, M.Hayashi, N.Minakawa, Y.Akiwaka and S.Ohkido: *Proc. of 130th Meeting of the X-ray Materials Strength Committee of Soc. Mater. Sci., Jpn.*, (2000), 45.
- 7) D.Y.Ju, R.Mukai, N.Minakawa, Y.Morii and A.Moriai: *Proc. of 140th Meeting of the X-ray Materials Strength Committee of Soc. Mater. Sci., Jpn.*, (2000), 1; *JAERI-Review*, (2004) 005, 128.
- 8) K.Inoue, M.Sugimoto, H.Maeda, T.Horikawa, T.Tsujikami, N.Minakawa, A.Moriai and Y.Morii: *JAERI-Review*, (2004) 005, 119.
- 9) The Standard of X-ray Stress Measurement (Steel), *Soc. Mater. Sci., Jpn.*, (2002).
- 10) M.Hayashi, M.Ishiwata, N.Minakawa, T.Funahashi and J.H.Root: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **44** (1995), 1115.
- 11) T.Saito, N.Minakawa, Y.Morii, M.Sasaki and Y.Hirose: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **50** (2001), 701.
- 12) High Intensity Proton Accelerator Project, ([http://jkj.tokai.jaeri.go.jp/index\\_j.html](http://jkj.tokai.jaeri.go.jp/index_j.html)), accessed on August 1, 2004