研究論文

X線応力測定における応力値のばらつきに関する研究

斎藤　雄治*　吉田　正樹*　田辺　寛*

Deviation of Stress Values in X-Ray Stress Measurement

SAITO Yuji*, YOSHIDA Masaki* and TANABE Hiroshi*

抄　　録

X 線応力測定において，回折線ピーク位置や応力値などの測定値は X 線強度固有の統計変動によってばらつきを生じる。これら測定値のばらつきの大きさを表す標準偏差については，一回の測定から解析的に求める理論が提案されているが，市販の X 線応力測定装置には組み込まれていない。このため本研究では，まず，27 年度導入した X 線応力測定装置に上記の理論が適用できることを実験により確認した。次に，上記の理論を用いて一回の測定から求めた応力値の標準偏差と，100 回繰り返し測定した応力値の標準偏差がほぼ一致することを確認した。さらに，導入した装置に上記の理論を組み込み，ステンレス鋼や耐熱合金などの応力定数を測定した。

1. 緒　　言

材料を機械加工や熱処理することによって生じる残留応力は，加工後の製品の寸法精度，静的および疲労強度，耐食性などに大きい影響を及ぼす。このため，熱処理による残留応力の除去や，疲労強度を高めるためのショットピーニングや高周波焼入れなどを行い，積極的に製品表面に圧縮の残留応力を生じさせることなどが行われている。残留応力を精度よく測定することは，外力によって生じる応力測定に比べて難しい場合が多く，いまだに多くの問題が残されている。

X 線の回折現象を利用した X 線応力測定法は，結晶材料表面の局所の応力を非破壊的に測定できる。この測定法で測定しているのは，X 線が回折する結晶の体積中の平均的な応力である。この測定法は，外力によって生じた応力も測定できるが，主な用途は残留応力測定である。

この測定法では，試料に X 線を照射した際，回折してくる X 線の強度を計測して回折線の位置や応力値などを測定しているが，これらの測定値は X 線強度固有の統計変動によってばらつきを生じる。この統計変動は X 線による測定値においては避けられないものである。このため，測定値の信頼性を高めるには，X 線強度固有の統計変動によって生じる測定値のばらつきの大きさを表す標準偏差を求めて，測定値の再現性を検討することが重要となる。ここで，これらの標準偏差を一回の測定から統計学の理論を用いて解析的に求める方法が提案されているが [1), 2)]，市販の X 線応力測定装置には組み込まれていない。

ここで，この方法を適用するには，X 線応力測定装置で計測した X 線計数値のばらつきの大きさが，理論式に従っていることを確認する必要がある。

本研究では，当研究所が 27 年度に導入した X 線応力測定装置（(株)リガク製 X 線応力測定装置 PSPC-MSF-3M）について，X 線計数値のばらつきの大きさが理論式に従うことを確認した。さらに，上記の理論により一回の測定から求めた応力値の標準偏差と，繰り返し測定した応力値の標準偏差を比較し，両者がほぼ一致することを確認した。また，導入した装置にこの測定理論を適用して，ステンレス鋼や耐熱合金

＊　県央技術支援センター

などの応力定数を測定した。

2　応力値の信頼限界

2.1　t 分布の式による応力値の信頼限界

X 線応力測定法によって測定される応力値は，主に X 線計数値固有の統計変動によってばらつく。我が国では，X 線法によって測定された応力値の信頼区間は，直線回帰における t 分布の式を用いて求められている。

t 分布の式から求めた応力値 S の信頼区間を $\pm\Delta S$ とすると，ΔS は次式で求まる [3]。

$$\Delta S = K \cdot t(\alpha, n-2)\sqrt{\frac{\Sigma\{p_i - (Mu_i + N)\}^2}{(n-2)\Sigma(u_i - U)^2}} \cdots(1)$$

ここに，$t(\alpha, n-2)$は自由度$(n-2)$の t 分布の信頼水準 100α%点，K は応力定数，p_iはピーク位置の測定値，n は p_iの個数，$u_i = \sin^2\phi_i$，M と N は最小自乗法によって得られた $\sin^2\phi$ 線図の傾きと切片，$U = \Sigma u_i / n$，Σ は $i=1$ から n までの和をとることを表す。

2.2　ピーク位置と応力値の標準偏差の求め方

応力測定値のばらつきの大きさを表す標準偏差は，ばらつきの主な原因である X 線計数値の統計変動から解析的に求めることができる [1]。

回折 X 線計数値の変動（ばらつき）の主な原因は，時間的にランダムな X 線計数値固有の統計変動である。この X 線計数値固有の統計変動による X 線計数値 y の母分散 σ_y^2 と母平均 μ_y との間には，理論上次式が成り立つことが知られている [4]。

$$\sigma_y^2 = \mu_y \cdots(2)$$

X 線計数値の実測値 y と y の母分散 σ_y^2 の間には式(2)が成り立つ。回折線の位置を表すピーク位置 p は，m 個の統計学的に独立な確率変数 y_1，y_2，・・・，y_m の関数である。このため，統計学の理論である誤差伝播の法則 [2]を用いることにより，X 線強度の統計変動によって生ずるピーク位置 p の分散 σ_p^2 は次式で求められる。

$$\sigma_p^2 = \Sigma'\left(\frac{\partial p}{\partial y_i}\right)^2 \sigma_{yi}^2 \cdots(3)$$

ただし，Σ'は $i=1$ から m までの和をとることを表す。式(3)の p にピーク位置を求める式を代入すれば，X 線強度の統計変動によるピーク位置の標準偏差 σ_p が一回の測定から求まる。そのためには，y の分散 σ_y^2 を求める必要がある。

なお，ガウス曲線法 [5]，放物線法 [6]，半価幅法 [7]，重心法 [8]について，ピーク位置および X 線計数値の統計変動による標準偏差を求める式が提案されている。

次に，応力値の標準偏差を求める。応力値 S は次式から求まる。

$$S = K\Sigma a_i p_i \cdots(4)$$

ここに，a_iは

$$a_i = \frac{nu_i - \Sigma u_i}{n\Sigma u_i^2 - (\Sigma u_i)^2} \cdots(5)$$

である

応力値のばらつきの大きさを表す標準偏差 σ_S は，各 p_i $(i=1\sim n)$が統計的に互いに独立であるので，誤差伝播の法則を用いれば

$$\sigma_S^2 = K^2 \Sigma a_i^2 \sigma_{pi}^2 \cdots(6)$$

となる。応力値の 95%信頼区間は$\pm 1.96\sigma_S$で求められる。

3　X 線計数値の統計変動

3.1　実験方法

用いた材料は，純鉄の粉末である。これを表面が平面になるように押し固めたものを試料とした。この試料について，表 1 の測定条件で 100 回連続して X 線計数値 y を測定し，その標本平均値 Y，標本分散 s_y^2，標本標準偏差 s_y および相対誤差 s_y/Y を求めた。

3.2　実験結果および考察

図 1～図 3 に，y の標本平均値 Y に対する標本分散 s_y^2，標本標準偏差 s_y，相対誤差 s_y/Y の変化をそれぞれ示した。X 線応力測定に用いる

表 1　X 線計数値の統計変動の測定条件

管球	Cr
Kβ フィルタ	V
管電圧，kV	30
管電流，mA	10
コリメータ，mm	2×2
ψ 角，deg	0
2θ 角，deg	142～170
ステップ角，deg	0.05
プリセットタイム，s	1，5，10，50，100

X 線計数値はおおむね 5×10^3～10^5 の範囲である。図 3 より，この範囲の X 線計数値 y の相対誤差 s_y/Y は 0.01 以下（1%以下）と小さいため，$Y\fallingdotseq y$ とおける。このことから，図 1～図 3 より

$$s_y^2=y \quad \cdots\cdots(7)$$

$$s_y=y^{0.5} \quad \cdots\cdots(8)$$

$$s_y/y=y^{-0.5} \quad \cdots\cdots(9)$$

が成り立つ。

また 100 個の測定値 y から求めた標本分散 s_y^2 は，標本数が 100 と多いため，y の母分散 σ_y^2 にほぼ等しいと考えられる。したがって，式(7)～(9)より次式が得られる。

$$\sigma_y^2=y \quad \cdots\cdots(10)$$

$$\sigma_y=y^{0.5} \quad \cdots\cdots(11)$$

$$\sigma_y/y=y^{-0.5} \quad \cdots\cdots(12)$$

式(10)～(12)より，X 線計数値の標準偏差 σ_y はその X 線強度の平方根 $\sqrt{y}$ で表せることが分かる。また，式(12)より，カウント数を 2 倍すなわちプリセットタイムを 2 倍にすれば，相対誤差（変動係数）は $1/\sqrt{2}$ 倍に小さくなることが分かる。

式(10)は理論式(2)と同じであるため，導入した装置で計測した X 線計数値は，理論どおりの統計変動を示す。

4　X 線応力値の統計変動

4.1　実験方法

用いた材料は，機械構造用炭素鋼 S45C である。この材料を 40×40×120mm の大きさに切

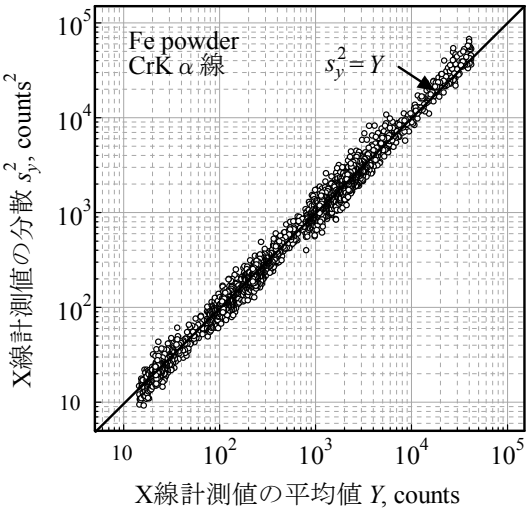

図 1　X 線計測値の分散とその平均値

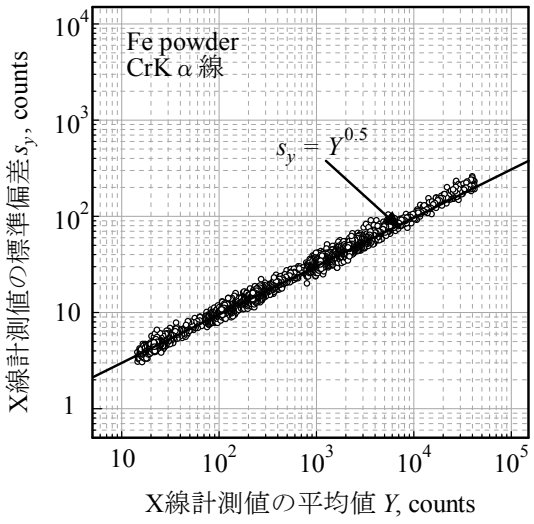

図 2　X 線計測値の標準偏差とその平均値

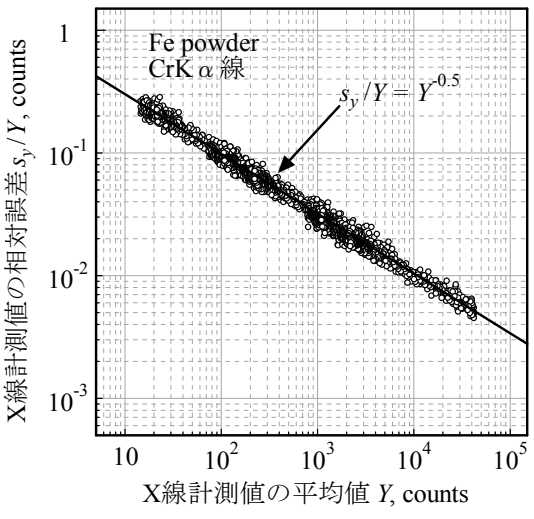

図 3　X 線計測値の相対誤差とその平均値

表 2　X 線応力値の統計変動の測定条件

管球	Cr
Kβフィルタ	V
回折面	(211)
管電圧，kV	30
管電流，mA	10
コリメータ，mm	2×2
$\sin^2\psi$	0～0.6 まで 0.1 おき
2θ 角，deg	142～170
ステップ角，deg	0.2
プリセットタイム，s	30
ピーク位置決定法	ガウス曲線法
バックグラウンド補正	あり
LPA 因子補正	あり
応力定数，MPa/deg	-318
信頼区間，%	95

り出した後，860℃に 60 分保持して水冷した。さらに，40×120mm の面の表面を紙やすりで研磨後，電解研磨で約 70μm 表面層を除去して試験片とした。

X 線による残留応力測定は，試験片の長手方向に表 2 の測定条件で行った。応力値は，同一条件でϕ_0一定法を用いて 100 回繰り返し測定した。回折線強度はバックグラウンドと LPA 因子によって補正し，回折線ピーク位置は補正した回折線強度の 80%以上のデータを用いて，ガウス曲線法 [5]により決定した。100 個の応力値より得た標準偏差と、ピーク位置の分散から式(6)を用いて求まる標準偏差，信頼限界および t 分布の式(1)から求めた信頼限界を比較した。

4.2　実験結果および考察

図 4 に、100 回測定した結果を示す。図に示したエラーバーは，参考文献 [1]の理論によって求めた応力値の 95%信頼区間を示す。エラーバーの中に 100 回測定した平均値がほぼ含まれていることが分かる。さらに，図より 100 回の測定値の 95%信頼区間とエラーバーの幅がほぼ一致していることから，1 回の測定で得られる信頼区間は 100 回測定したときのばらつきの大きさをよく表していることが分かる。

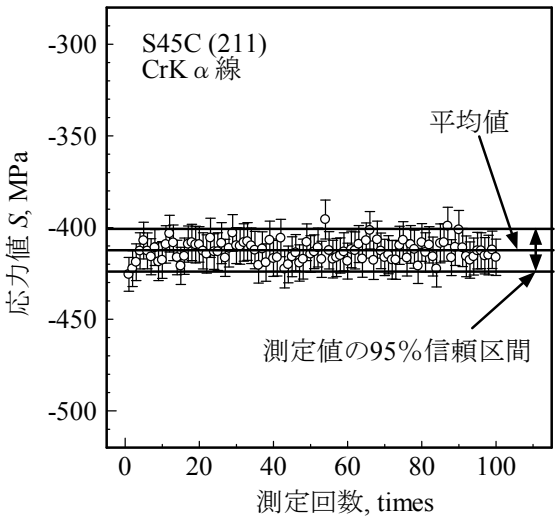

図 4　同一条件による応力測定結果（信頼区間は X 線強度固有の統計変動による）

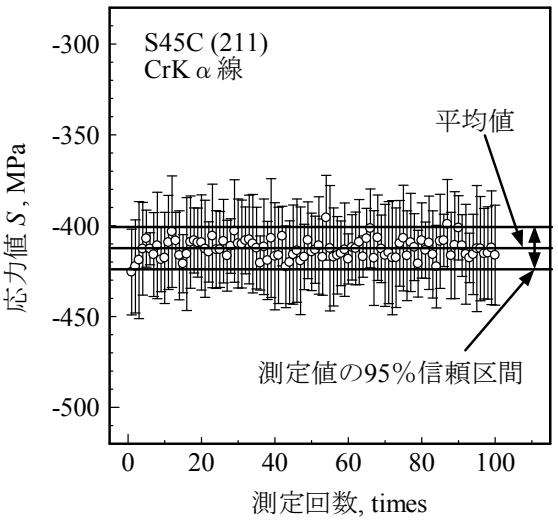

図 5　同一条件による応力測定結果（信頼区間は t 分布による）

図 5 には，t 分布の式(1)によって求めた応力値の 95%信頼区間をエラーバーに示した。測定値のばらつきの大きさに比べて，各測定値のエラーバーの大きさは 2 倍以上大きくなっており，測定値のばらつきを正しく表していないことが分かる。

なお，これらのデータについては，当研究所のホームページにも掲載している [9]。

5　応力定数の測定

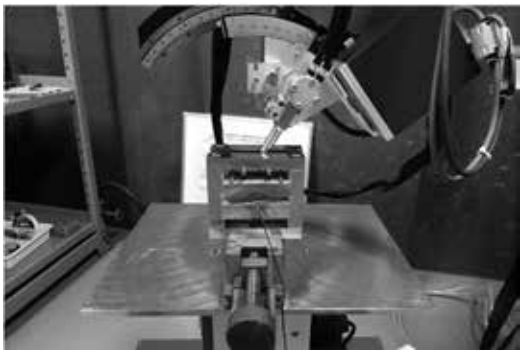

図 6　応力定数の測定の様子

表 3　X 線による応力定数の測定条件

測定材料	S50C SUS630 15-5PH	IN718	Ti6Al4V
管球	Cr	V	Cu
Kβフィルタ	V	Ti	Ni
回折面	(211)	(220)	(213)
管電圧，kA	30		
管電流，mA	10		
コリメータ，mm	2×2		
$\sin^2\psi$	0～0.6 まで 0.1 おき		
ステップ角，deg	0.15	0.2	
プリセットタイム，s	30	50	600
揺動角，deg	0	±2	0

5.1　実験方法

用いた材料は，機械構造用炭素鋼 S50C，析出硬化系ステンレス鋼 SUS630 および 15-5PH 鋼，ニッケル基合金 IN718 およびチタン合金 Ti-6Al-4V である。これらの材料から，幅 15mm，長さ 80mm，厚さ 5mm の試験片を切り出した。

これらの試験片に四点曲げ負荷装置（支点間距離：内側 30mm，外側 60mm）で長手方向に単軸応力 τ を加えながら，応力測定方向を長手方向にとって，試験片の中央部の回折線ピーク位置を X 線で測定した。負荷応力 τ は負荷装置に取り付けたロードセルの試験力から計算した梁の曲げ応力から求めた。測定の様子を図 6 に示す。 各負荷応力に対して，回折線ピーク位置を 6 点測定して $\sin^2\phi$ 線図にプロットし，これらの点に最小自乗法を用いて当てはめた直線の勾配 M を求めた。回折線ピーク位置は，並傾法の ϕ_0 一定法または ϕ_0 揺動法によって表 3 の条件で測定した。回折線強度はバックグラウンドと LPA 因子によって補正した。回折線ピーク位置は，補正した回折線強度の 70%以上（Ti-6Al-4V）または 80%以上（Ti-6Al-4V 以外）のデータを用いて，ガウス曲線法 [5]により決定した。また，X 線計数値固有の統計変動によって生じる測定値のばらつきの大きさを表す 95%信頼区間 [1), 2)]を求めた。

5.2　実験結果および考察

ここでは，SUS630 の試験片の結果を示すが，S50C，15-5PH，IN718，Ti6Al4V の各試験片についても同様な結果が得られている。すべての試験片のデータについては，当研究所のホームページに掲載している [10)]。

図 7 には，負荷前の ϕ=0 deg に対する SUS630 試験片の回折線プロファイルとそれを近似したガウス曲線を示した。これらの図から，回折線の最大強度の 80%以上の各点がガウス曲線でよく近似されていることが分かる。

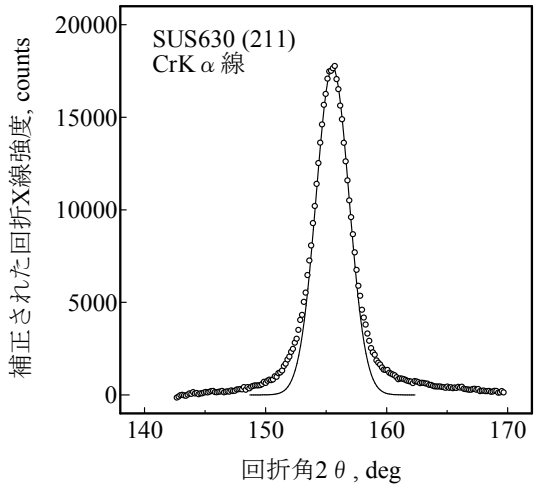

図 7　回折線プロファイルのガウス曲線近似

図 8 は，SUS630 試験片に四点曲げ負荷装置で種々の負荷応力 τ を加えたときの $\sin^2\phi$ 線図である。これらの図には，各負荷応力に対して 6 点の回折線ピーク位置に最小自乗法を用いて当てはめた直線を示した。負荷応力 τ によって回折線ピーク位置や $\sin^2\phi$ 線図の直線が変化していることが分かる。また，図の $\sin^2\phi$ 線図上の回折線ピーク位置は直線に乗っていないが，この要因としては深さ方向の応力勾配や弾性異方性などが考えられる。

図 9 は，図 8 の $\sin^2\phi$ 線図の直線の勾配 M を負荷応力 τ に対してプロットしたものである。$\sin^2\phi$ 線図上の回折線ピーク位置が直線に乗らなくても，$\sin^2\phi$ 線図の勾配 M は負荷応力 τ に対して比例して変化することが分かる。本研究では，この直線の勾配の逆数を応力定数 K として求めた。

図 10 は，図 8 の $\sin^2\phi$ 線図の直線の切片 N を負荷応力 τ に対してプロットしたものである。図 9 に示した勾配 M と同様に切片 N も負荷応力 τ に対して比例して変化することが分かる。

表 4 には，図 9 の直線の勾配から求めた応力定数 K の実測値を示した。材料の応力定数については結晶粒の大きさや配向性によって変わることが知られている。このため，より正確に残留応力を評価したい場合は，ここで紹介したような応力定数の実測が有効と考える。

表 4　応力定数 K の 95%信頼限界（MPa/deg）

試験片	実測値
S50C	-337±19
SUS630	-359±22
15-5PH	-361±18
IN718	-370±42
Ti-6Al-4V	-295±16

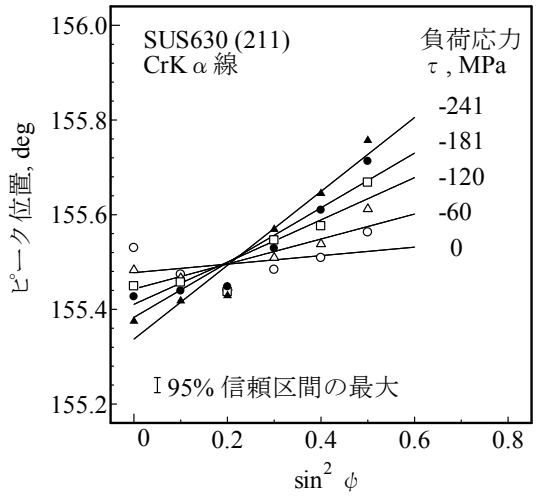

図 8　種々の負荷応力 τ に対する $\sin^2\psi$ 線図

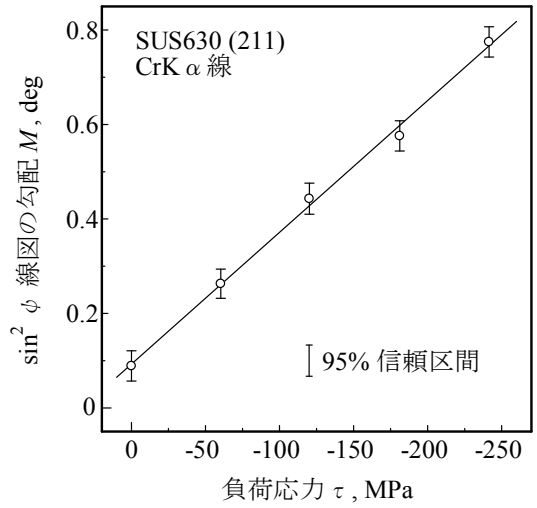

図 9　$\sin^2\psi$ 線図の勾配 M の負荷応力 τ に対する変化

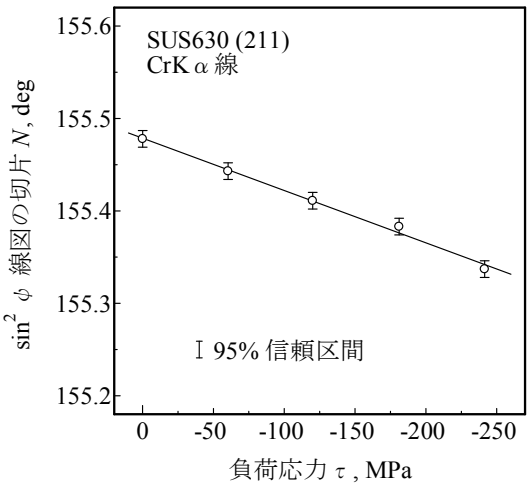

図 10　$\sin^2\psi$ 線図の切片 N の負荷応力 τ に対する変化

6. 結　言

（1）PSPC 型 X 線応力測定装置で測定した X 線計数値 y と y の分散 s_y^2 との関係を調べた結果，式(2)が成り立つことを確認した。

（2）プリセットタイムを 2 倍にとれば，相対誤差（変動係数）は $1/\sqrt{2}$ 倍に小さくなる。

（3）従来法から求めた応力値の 95%信頼区間は，実際に 100 個の測定値から得られた信頼区間よりも 2 倍以上大きい値となった。

（4）X 線強度の統計変動による応力値の一回の測定から求めた応力値の標準偏差は，100 回繰り返し測定した応力値の標準偏差と一致した。

参考文献

1） Kurita，M.，"Confidence Limits of Stress Values Measured by X-Ray Diffraction"，Journal of Testing and Evaluation，Vol.11，No.2，1983，pp.143-149.

2）栗田政則，定時計数法による X 線応力測定における応力定数および弾性定数の統計学的解析，日本機械学会論文集，55 巻，511 号，1989，pp.590-597.

3）日本材料学会 X 線材料強度部門委員会，X 線応力測定法標準，1997，pp.1-6.

4）三浦功・菅浩一・俣野恒夫，放射線計測学，1970，pp.325-328，裳華房.

5）Kurita，M.，“A Statistical Analysis of X-ray Stress Measurement by the Gaussian Curve-Fitting Method”，Journal of Testing and Evaluation，Vol.9，No.5，1983，pp.285-291.

6）Kurita，M.，“Statistical Study on Improvement in Precisuin in X-Ray Stress Measurement by FiXed Time Method (Standard Deviation of Stress due to Statistical Fluctuations in Diffracted Intensities)”，Bulletin of the JSME，Vol.21，No.156，1978，pp.955-962.

7）Kurita，M.，“Statistical Analysis of X-ray Residual Stress Measurement Using the Half-Width Method”，Journal of Testing and Evaluation，Vol.10，No.2，1982，pp.38-46.

8）栗田政則，天野順，坂本勲，重心法による X 線応力測定に関する統計学的解析，材料，第 31 巻，345 号，1982，pp.609-615.

9）http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H28/28kin2.html，X 線応力測定における応力値のばらつきについて，「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2017 年 3 月 8 日.

10）http://www.iri.pref.niigata.jp/topics/H28/28kin5.html，X 線応力測定における応力定数の測定，「新潟県工業技術総合研究所ホームページ」，2017 年 3 月 8 日.