

JSMS-1-00

X線応力測定法標準  
— セラミックス編 —



社団法人 日本材料学会

## 発刊の辞

日本材料学会 X 線材料強度部門委員会では、1961 年の委員会設立当初より X 線応力測定法の確立とその応用に努力してまいりました。また、X 線応力測定の原理を十分認識して実際に測定を行うにあたり測定値の意味をよく理解していただくこと、そして、信頼度の高い材料評価技法として X 線応力測定法を広く利用していただくことを目的として X 線応力測定法標準を制定してきました。

すでに鉄鋼材料に関しては、1973 年にフェライト系鉄鋼材料を対象とした X 線応力測定法標準を刊行し、1976 年には側傾法の追補、1982 年にはオーステナイト系材料に関する標準と電算機によるデジタル化に関する標準の追加を含めた増補改訂、さらに、1997 年には位置敏感型 X 線検出器による測定法標準の追加と全面的な内容の見直しを行ってきました。X 線材料強度部門委員会では、常に、新しく開発された測定原理や測定技術そして新材料への対応を迅速に取り入れた X 線応力測定標準に改訂して、近年の技術の発展に対応できる標準をみなさまに提供するよう努力しています。

このように、鉄鋼材料に対する X 線応力測定法標準が整備された結果、X 線応力測定法は広く現場で活用され、信頼度の高い材料評価法として普及しています。一方、1980 年代にセラミック材料が工業部品として使用されるようになり、当委員会でもセラミックスの X 線残留応力測定の気運が高まりました。多様なセラミックスが開発され、また、近年はセラミックコーティングやセラミック複合材料へとセラミックスの特性を引き出す材料創成がなされるようになり、X 線によるセラミックス材料の評価は一段と高い重要性を帯びています。

セラミックス部品の信頼性確保において、脆性な性質を持っているセラミックスは鉄鋼材料以上に表面の残留応力評価が大切になります。業界では次々と新しいセラミックスが開発され、その特性の改善等が急激に進んでおり、その意味において信頼度の高い X 線残留応力測定法の確立が急務になってきました。そのような背景のもとに、当委員会では 1988 年にセラミックス小委員会を設置し、各種セラミック材料の X 線応力測定法の開発研究を行ってきました。そして、1994 年にはセラミックス小委員会の田中啓介委員長および鈴木賢治幹事による活動報告書「セラミックスおよびセラミック複合材料の X 線応力測定」が刊行され、この成果をもとにセラミックス材料の X 線応力測定法標準制定の方向が打ち出されました。その後、小委員会のメンバーによる持ち回り試験でアルミナおよび窒化ケイ素の研削残留応力の測定と X 線的弾性定数の測定が行われ、X 線応力測定の有効性が最終

的に確認されました。

これら 10 年余にわたるセラミックス小委員会の研究の成果は、下記のセラミックス X 線応力測定法標準ワーキンググループのメンバーにより、本標準の草案としてまとめられ、数回の委員会での審議と検討を重ねて今日の発刊に至りました。

#### セラミックス X 線応力測定法標準ワーキンググループ

チーフ	田中 啓介	名古屋大学
	秋庭 義明	名古屋大学
	大谷 真一	武蔵工業大学
	坂井田喜久	ファインセラミックスセンター
	佐々木敏彦	金沢大学
	柴田 正道	光洋精工(株)
グループリーダー	鈴木 賢治	新潟大学
	英 崇夫	徳島大学
	前田喜久男	NTN(株)
	宮川 進	デンソー(株)

また、このワーキンググループのメンバーの他に、吉岡靖夫教授(武蔵工業大学)および後藤徹教授(福井工業大学)には本標準制定の準備から発刊の作業の過程で甚大なご協力をいただきました。また(財)ファインセラミックスセンターからはアルミナおよび窒化ケイ素の試験片を提供いただき、本標準の策定のための共同研究に資することができました。

本標準は鉄鋼材料の標準と同様に、まず測定法の一般的事項を述べています。続いて具体的な対象材料として、セラミックスの中でも代表的なアルミナ材料および窒化ケイ素材料についての標準的測定法が編纂されています。新しいセラミックス材料に対してはその都度検討して追補していく予定ですが、基本的なところは本標準に記載されている方法に準じることで可能と思われます。

この標準が、新しい機能材料としてのセラミックスが高い信頼度をもって実利用に供されるために広く活用されることを切望します。

2000年3月

社団法人 日本材料学会  
X線材料強度部門委員会  
委員長 英 崇夫

# 目次

## 第I部 X線応力測定法標準

### セラミックス編 本文 1

#### 第1章 総則 3

#### 第2章 測定法の一般的事項 4

##### 2.1 測定原理 . . . . . 4

##### 2.2 測定法 . . . . . 6

###### 2.2.1 特性X線および回折強度曲線 . . . . . 6

###### 2.2.2 回折角測定 . . . . . 6

###### 2.2.3 スリット系 . . . . . 6

###### 2.2.4 X線の検出 . . . . . 6

##### 2.3 測定法の分類 . . . . . 7

###### 2.3.1 回折角の測定方向による分類 . . . . . 7

###### 2.3.2 X線入射方法による分類 . . . . . 7

##### 2.4 測定条件 . . . . . 7

###### 2.4.1 X線管の電圧と電流 . . . . . 7

###### 2.4.2 入射および受光スリットと照射面積制限スリット . . . . . 7

###### 2.4.3 X線入射角 . . . . . 8

###### 2.4.4 検出器走査法 . . . . . 8

###### 2.4.5 回折強度曲線の記録 . . . . . 8

##### 2.5 応力値算出法 . . . . . 9

###### 2.5.1 回折強度曲線の補正 . . . . . 9

###### 2.5.2 ピーク位置決定法と $2\theta$ - $\sin^2\psi$ 線図の作成 . . . . . 9

2.5.3	計算式	10
2.5.4	X線の弾性定数	10
2.6	測定装置	11
2.6.1	X線発生装置	11
2.6.2	回折装置	11
2.6.3	検出器および記録装置	13
2.7	測定手順	14
2.7.1	表面状態	14
2.7.2	試料, 装置の設定	15
2.7.3	測定条件の設定	15
2.7.4	測定と応力値の算出	15
2.7.5	測定機器の検査	15
<b>第3章</b>	<b>アルミナ材料の標準的測定法</b>	<b>16</b>
3.1	測定対象	16
3.1.1	結晶粒	16
3.1.2	集合組織	16
3.1.3	成分・履歴	16
3.1.4	表面状態	16
3.2	特性X線および回折強度曲線	17
3.3	ピーク位置の決定法	17
3.4	X線の弾性定数	17
3.5	応力値の算出	18
<b>第4章</b>	<b>窒化ケイ素材料の標準的測定法</b>	<b>19</b>
4.1	測定対象	19
4.1.1	結晶粒	19
4.1.2	集合組織	19
4.1.3	成分・履歴	19
4.1.4	表面状態	19

4.2	特性X線および回折強度曲線	20
4.3	ピーク位置の決定法	20
4.4	X線の弾性定数	20
4.5	応力値の算出	21
<b>第II部</b>	<b>セラミックス編 解説</b>	<b>23</b>
第5章	総則	24
第6章	測定法 一般的事項	25
6.1	測定原理	25
6.1.1	平面応力状態でのX線応力測定の基礎式	25
6.1.2	3軸応力によるX線応力測定の基礎式の表示	30
6.1.3	応力状態と $2\theta$ - $\sin^2\psi$ 線図	32
6.2	測定法	33
6.2.1	特性X線および回折強度曲線	33
6.2.2	回折角測定法	33
6.2.3	スリット系	34
6.2.4	X線の検出	35
6.3	測定法の分類	35
6.3.1	回折角の測定方向による分類	35
6.3.2	X線入射方法による分類	36
6.4	測定条件	37
6.4.1	X線管の電圧と電流	37
6.4.2	入射および受光スリットと照射面積制限スリット	38
6.4.3	X線入射角	39
6.4.4	検出器走査法および回折強度曲線の記録法	39
6.4.5	測定条件の選び方	40
6.5	応力値算出法	43
6.5.1	回折強度曲線の補正	43

6.5.2	ピーク位置決定法と $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図の作成	44
6.5.3	計算式	45
6.5.4	X線の弾性定数	46
6.6	測定装置	47
6.6.1	X線発生装置	47
6.6.2	回折装置	47
6.6.3	検出器および記録装置	48
6.7	測定手順	50
6.7.1	表面状態	50
6.7.2	試料, 装置の設定	50
6.7.3	測定条件の設定	50
6.7.4	測定と応力値の算出	51
6.7.5	測定機器の検査	51
<b>第7章</b>	<b>セラミックスのX線応力測定における注意点</b>	<b>52</b>
7.1	$2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図の非線形	52
7.2	X線侵入深さ	54
<b>第8章</b>	<b>アルミナの標準的測定法</b>	<b>56</b>
8.1	測定対象	56
8.1.1	結晶粒	56
8.1.2	集合組織	57
8.1.3	成分・履歴	57
8.1.4	表面状態	57
8.2	特性X線および回折強度曲線	58
8.3	ピーク位置の決定法	58
8.4	X線の弾性定数	58
8.5	応力値の算出	61
<b>第9章</b>	<b>窒化ケイ素の標準的測定法</b>	<b>62</b>
9.1	測定対象	62

9.1.1	結晶粒	62
9.1.2	集合組織	62
9.1.3	成分・履歴	63
9.1.4	表面状態	63
9.2	特性X線および回折強度曲線	64
9.3	ピーク位置の決定法	64
9.4	X線の弾性定数	64
9.5	応力値の算出	66
<b>第10章</b>	<b>用語</b>	<b>67</b>
<b>付録A</b>	<b>X線の弾性定数の測定法</b>	<b>77</b>
A.1	緒言	77
A.2	理論	77
A.3	測定の実際	78
A.3.1	装置	78
A.3.2	試験片	78
A.3.3	手順	80
<b>付録B</b>	<b>持ち回り測定</b>	<b>82</b>
B.1	材料および試験片	82
B.2	曲げ負荷	82
B.3	測定結果	83
<b>付録C</b>	<b>零応力の検定</b>	<b>85</b>
C.1	概要	85
C.2	使用する粉末	85
C.3	試料ホルダへの粉末の充填	85
<b>付録D</b>	<b>位置敏感型比例計数管 (PSPC) の角度較正法</b>	<b>86</b>
D.1	PSPCを回転する方法	86