引張り変形した黄銅のディフラクトメータによる 残留応力測定*

辛島 誠一** 島谷 幸治*** 杉沢 精一***

The X-Ray Study of Residual Stresses in Extended Brass Specimens by Means of a Diffractometer

by

Seiichi KARASHIMA, Kōji SHIMATANI and Seiichi SUGISAWA

(Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai)

The X-ray stress measurement using a diffractometer specially designed for the purpose has recently been prevailing. Little or no experiment on X-ray stress measurement, however, has so far been made by means of an ordinary diffractometer.

In this paper, the possibility of residual stress measurement by means of $\sin^2\psi$ -method using a single pole counter diffractometer, Shimadzu GX-2, is discussed. In measuring the residual stress using this type of a diffractometer, the following two conditions must be fulfilled. One is that the specimen can be fixed at an arbitrary angle position, only the counter being made to scan. The other is that the counter can be shifted precisely in the radial direction of the goniometer with a change in ψ . The errors which may arise from this shift of the counter and from mis-setting of the specimen are estimated.

Next, the results obtained from the experiments are reported, which were carried out on extended α - and $(\alpha+\beta)$ -brass specimens in order to confirm the so called surface effect, the reflecting plane dependence of residual stress values, and the "Gefügespannungen" which had been observed by many investigators. The plate specimens were annealed at 550°C for 2 hrs in an argon atmosphere and were extended 3% statically. The thin layers were successively removed from both sides of the specimen. The residual stresses in α -brass and those in both α - and β -phases of $(\alpha+\beta)$ -brass on each layer near the specimen surface were determined by means of $\sin^2\psi$ -method. The reflecting planes used were (420), (331), (400) and (311) planes of α -phase in α - and $(\alpha+\beta)$ -brasses, and (321) and (211) planes of β -phase in $(\alpha+\beta)$ -brass, respectively.

The results are as follows:

(a) After the extension of 3%, the residual stress in α -brass specimen is compression on the surface, showing a tendency to change into tension in the interior of specimen. The reflecting plane dependence of residual stress values is found out on each layer. However, the stress distribution in the cross-section of specimen shows the similar aspect for each lattice plane used.

(b) After the extension of $(\alpha+\beta)$ -brass specimen by 3%, α -phase remains in compression, while β -phase in tension. The reflecting plane dependence of residual stress values and the surface effect are observed as in α -brass specimen.

(Received Aug. 28, 1964)

1 ま え が き

近年X線による残留応力測定は測定装置の発達、測定方法の向上に伴って盛んに行なわれるようになり、その測定精度も向上してきた。特にディフラクトメータによる方法は写真法と異なって標準物質を用いることなく、ブラッグ角 θ を直接読みとることができる点に特徴があるが、応力測定への応用の歴史はまだ浅く、

特に通常のディフラクトメータによる測定例は少ない。

そこで、本測定では島津製 GX-2 型集中法単極計数管ディフラクトメータを用いて、 $\sin^2\psi$ 法による残留応力測定の可能性を調べた。

次にその応用として、3%引張り変形を与えた α 黄銅と、 $(\alpha+\beta)$ 黄銅について残留応力測定を行なった。表面効果、回折面依存性、相応力の存在を確認するのがその目的である。

* 原稿受理 昭和39年8月28日

** 正 会 員 東北大学工学部 仙台市桜小路

*** " 大学院 "

2 測定原理

集中法によって、種々の角 ψ （回折面法線と試料表面法線のなす角）に対応する格子定数を測定するためにゴニオメータに要求されることは、試料は任意の角度位置に固定されて、計数管が単独走査できること、および ψ の変化と共に焦点円の位置と大きさが変化するため、計数管の位置がゴニオメータの半径方向に移動できることである。

Fig. 1 にゴニオメータの幾何学的配置、および回折の際の角度関係を示す。X線源Fと回折X線の焦点Sを通る焦点円は、試料表面上のO点（ゴニオメータの中心）で試料に接している。試料表面法線を N_s 、回折面法線を N_p 、入射X線と N_s のなす角を ψ_0 、ブラッグ角 θ の余角を η とすると、

Fig. 1. Geometrical arrangement among X-ray source, specimen and counter.

2.1 $\psi=0$ の場合

N_s と N_p は一致し、回折X線の焦点Sはディフラクトメータ円上にある。したがって、この場合は計数管をゴニオメータの半径方向に移動させる必要はなく、単独走査させるだけで良い。

2.2 $\psi=\psi_0+\eta$ の場合

N_s と N_p は一致せず、そのなす角は、 $\psi=\psi_0+\eta$ （本実験では $+\eta$ 側のみ測定を行なった）となる。今 Fig. 1 (b) で、OSの延長とディフラクトメータ円との交点をAとすると、ASすなわちディフラクトメータ円上からの計数管の移動距離 r は、次の式で与えられる。

$$\frac{r}{R} = 1 - \frac{\cos(\psi+\eta)}{\cos(\psi-\eta)} \quad (1)$$

ここに R はディフラクトメータ円の半径で本測定では、 $R=270\text{mm}$ である。試料に残留応力があるならば η は ψ と共に変化し、また、応力値の大きさによっても変化する。しかし、 η の変化に起因する r の変化は非常に小さいため焼鈍状態で測定した η の値から算出した r の値を全測定中使用した。

3 測定誤差

3.1 試料の mis-setting による誤差

試料の表面が正しくゴニオメータの中心にない場合、回折角に誤差を与えることが予想される。 ψ_0 の変化と共にそれがどのように変化するかを知るため、巨視的残留応力の存在しないと考えられる銀の粉末について Co K α 線による測定を行なった。試料表面がゴニ

オメータの中心に一致していない場合の ψ_0 と 2θ の関係を調べた結果がFig. 2である。これによると、正しく中心にセットされていないと回折角が変化すること

Fig. 2. Change in 2θ -values due to mis-setting of specimen.

はもち論、 ψ_0 の変化と共に 2θ の値が系統的に変化して、あたかも残留応力が存在するかのように見えることがわかる。

引張方向の残留応力を測定するため、本測定では、試料支持台を特別に作製して、これによって試料のセットを行なった。この結果、mis-settingによる誤差は $\pm 1'$ 程度であろうと推定される。

3.2 計数管の移動による誤差

計数管支持台の上を滑らせて移動させる際、計数管が正しくゴニオメータの中心に向かって移動しないために起こる誤差を調べた。 ψ の変化に応じて計数管の位置を変化するたびに、 $2\theta=0^\circ$ における零点調整を行なうには、そのたびに試料を取り除く必要があり、試料位置の再現性が問題となる。そこでまず、 $r=0$ で零点調整を行ない、次に計数管を r だけ移動して同様に零点調整を行なって、この際の零点のずれを求めた。そ

Fig. 3. Error in zero value of 2θ caused by shift of counter according to equation (1).

の結果を示すと Fig. 3 のとおりである。正負の符号は、それぞれ 2θ の増加する方向 (fore side), および 2θ の減少する方向 (back side) へのずれを示し、○印は測定前、×印は測定後の結果を示す。ずれは $\pm 1'$ 以内であり、この値は全測定中再現性があった。

3.3 チャートの読み取り上の誤差

3.3.1 α 黄銅, $(\alpha + \beta)$ 黄銅の α 相 同一 ϕ_0 で数回測定を行なった結果、チャートの読み取りによる誤差は ± 11 程度であった。

3.3.2 $(\alpha + \beta)$ 黄銅の β 相 ピークのプロファイルにはかなり統計の変動が多く、近似的なプロファイルを求めてから回折角を決定した。このため読み取り上の誤差は ± 21 程度であった。

4 試料

測定に用いた試料は空気中で溶解した α 黄銅と、市販 $(\alpha + \beta)$ 黄銅の2種類で、その形状を Fig. 4 に示す。両試料とも 550°C 、2時間アルゴンふんい気中で脱亜鉛を防ぐため、 α 黄銅の薄板につつんで焼鈍した。試料の結晶粒の大きさは、 α 黄銅で 0.03mm 、 $(\alpha + \beta)$ 黄銅で 0.04mm とかなりあらく、デバイ環は斑点状になっており、多少集合組織も観察された。また、 $(\alpha + \beta)$ 黄銅の α 、 β 両相の面積比は約 5 : 1 であった。

Fig. 4. Specimen.

5 測定条件

測定には、 $\sin^2 \psi$ 法を採用したが、おのおのの場合の ϕ_0 は Table I に示す角度範囲 *1 で選んだ。測定位置、照射面積は、 ϕ_0 にかかわらず常に一定とした。時定数は、20秒 (40秒)、計数管送り速度は、 $1/16'/\text{min}$ 、フルスケールは、200cps (100cps) を採用した。(カッコ内は β 相の場合) 回折線位置の決定は、半価幅の中点をもってその回折線の位置とした。その他の測定条件と測定に使用した回折面を Table I に示す。焼鈍状態での測定後、3%引張変形を与えた両試料について、 α 黄銅では、表面、 0.09mm 、 0.20mm 、 0.40mm 内部における残留応力を試料の片面について測定し、一方 $(\alpha + \beta)$ 黄銅では、表面、 0.05mm 、 0.20mm 内部での残留応力を試料の両面で測定した。その際試料内部の測定は、電解研磨により順次表面層を取り除いて行ない、除去厚の測定はマイクロメータ

Table I. Diffracting planes and measuring conditions.

X-ray	Materials	Phase	Diffracting plane	Angle between incident X-ray and surface normal (ϕ_0) $^\circ$	Diffracting angle (2η) $^\circ$	Tube voltage (KV)	Tube current (mA)
$\text{CoK}\alpha$	α -brass	α	(400)	$-\eta \sim 40^\circ$	151	40	10
	$(\alpha + \beta)$ -brass	α	(400)	$-\eta \sim 40^\circ$	150	40	10
$\text{CuK}\alpha$	α -brass	α	(420)	$-\eta \sim 25^\circ$	138	40	15
	$(\alpha + \beta)$ -brass	α	(420)	$-\eta \sim 20^\circ$	137	40	15
		β	(321)	$-\eta \sim 30^\circ$	155.5	40	15
$\text{CrK}\alpha$	$(\alpha + \beta)$ -brass	β	(211)	$-\eta \sim 30^\circ$	144	40	10
$\text{CoK}\beta$	α -brass	α	(331)	$-\eta \sim 35^\circ$	146	40	10
	$(\alpha + \beta)$ -brass	α	(331)	$-\eta \sim 30^\circ$	145	40	13
$\text{CrK}\beta$	α -brass	α	(311)	$-\eta \sim 25^\circ$	139	40	10
	$(\alpha + \beta)$ -brass	α	(311)	$-\eta \sim 25^\circ$	138	40	10

*1 Table 1 でわかるように、 ϕ_0 の値が回折面によって異なった上限をもっているのは、次のような理由による。
すなわち(1)式に $\phi = \phi_0 + \eta$ を代入すると、

$$\frac{r}{R} = 1 - \frac{\cos(\phi_0 + 2\eta)}{\cos \phi_0}$$

この式から計算管のディフラクトメータ円上からの移動距離 r が求まる。しかし移動距離が大きくなると、ゴニオメータ中央部の試料支持台と計数管が接触することになるため、実際上この移動距離には限界があり、したがって ϕ_0 にも上限が生ずることになる。

で行なった。なお、電解研磨液としては、 $\text{H}_3\text{PO}_4\text{-CrO}_3$ 系液を使用した。

また $(\alpha + \beta)$ 黄銅では、同一試料について腐食法による残留応力測定を行なった。この際の腐食液としては、30%硝酸溶液を使用した。

6 測定結果

6.1 α 黄銅

6.1.1 焼鈍状態 焼鈍状態の試料表面で測定し

た、 $a \cdot \sin^2 \psi$ の関係を Fig. 5 に示す。結晶粒がかなり大きいので、 $K\alpha_1$ 回折線が数個のピークにわかれる場合もあったが^{*}2、それらは測定結果から除外した。そのため測定点の少ないものもあるが、 $\sin^2 \psi$ が変化しても格子定数は一定値を示し、無応力状態が得られていることがわかった。この結果から無応力状態の格子定数を $a_0 = 3.682 \text{ kX}$ と決定した。

6・1・2 3%引張変形後 Fig. 6 に試料表面での測定結果を示す。 $a \cdot \sin^2 \psi$ 図中の直線は最小二乗法によって求めた。また残留応力を求めるのに必要なヤン

Fig. 5. Results obtained on the surface of annealed α -brass specimen.

Fig. 6. Results obtained on the surface of α -brass specimen extended 3%.

^{*}2 このように回折線が数個のピークにわかれる場合には、おのこの ψ_0 の位置で、試料と計数管とをディフラクトメータ本来の使用法と同様に連動させる方法を採用した結果、明りような1つの回折線ピークが得られることが、その後の実験により確認された。

グ率 E と、ポアソン比 ν は、Reuss の導いた式により単結晶から換算した値を使用して、

$$E = 9.22 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2, \nu = 0.38$$

とした。

以下同様に、0.09 mm, 0.20 mm, 0.40 mm 内部での測定結果をまとめて Fig. 9 に示す。

Fig. 7. Results obtained on the surface of annealed $(\alpha + \beta)$ -brass specimen.

6・2 $(\alpha + \beta)$ 黄銅

6・2・1 焼鈍状態 Fig. 7 に焼鈍状態での測定結果を示す。この結果から無応力状態での格子定数を、 α 相、 β 相について、それぞれ $(a_0)_\alpha = 3.692 \text{ kX}$, $(a_0)_\beta = 2.943 \text{ kX}$ とした。

6・2・2 3%引張変形後 Fig. 8 (a), (b) に3%引張変形後試料表面での測定結果を示す。 E, ν の値は α 黄銅の場合と同様に求め、

$$\alpha \text{ 相 } E = 9.22 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2, \nu = 0.38$$

$$\beta \text{ 相 } E = 5.56 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2, \nu = 0.27$$

を使用した^{*}3。

^{*}3 本田、有間らによって、X線的に求められた α 黄銅、 $(\alpha + \beta)$ 黄銅の α 相、 β 相のヤング率 E ポアソン比 ν は¹⁸⁾

$$\alpha\text{-黄銅}, E = 9.00 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2, \nu = 0.35$$

$$(\alpha + \beta)\text{-黄銅} \begin{cases} \alpha\text{相}, E = 9.00 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2, \nu = 0.34 \\ \beta\text{相}, E = 6.50 \times 10^3 \text{ kg/mm}^2, \nu = 0.29 \end{cases}$$

と報告されている。これらの値と本計算に使用した、 E, ν の値の間に多少の相異があるが、その差はそれほど大きなものではない。事実 α 相の応力値については両者の値を使用して計算した結果は同一応力値を得た。 β 相では両者の応力値の差はたかだか15%程度にすぎない。

Fig. 8(a). Results obtained with α -phase on the surface of $(\alpha+\beta)$ -brass specimen extended 3%.

Fig. 8(b). Results obtained with β -phase on the surface of $(\alpha+\beta)$ -brass specimen extended 3%.

同様に0.05mm, 0.20mm内部での測定結果をまとめてFig.9に示す。ただしFig.9に示した応力値は、 α 黄銅、 $(\alpha+\beta)$ 黄銅共に、測定された応力値が、巨視的応力と仮定して補正した値である。またFig.10に腐食法によって $(\alpha+\beta)$ 黄銅について測定した結果を示す。以上の結果から、3%引張変形した α 黄銅では、回

Fig. 9. Residual stress distributions measured by X-rays on each layer of $(\alpha+\beta)$ -brass and α -brass specimens extended 3%.

Fig. 10. Macroscopic residual stress distribution measured by corrosion method on each layer of $(\alpha+\beta)$ -brass specimen extended 3%.

折面依存性が見られ、また表面効果も観察された。一方 $(\alpha+\beta)$ 黄銅においては、相応力の存在と、表面効果が確認され、同時に回折面依存性も観察された。

7 考 察

Fig. 9 に示す試料断面における残留応力分布において、 α 黄銅、 $(\alpha+\beta)$ 黄銅の α 相、 $(\alpha+\beta)$ 黄銅の β 相、共に回折面依存性が認められる。回折面による応力値の差は、大きなものでおよそ 5 kg/mm^2 にも及んでいる。 β 相の回折面依存性に関して、本実験では β 相内の塑性変形の有無については、特に確かめなかった。しかしたとえ塑性変形が起っていないとしても、このように β 相が単相として存在していない試料内で

は、周囲の α 相の影響によって、 β 相内の残留応力が回折面依存性を示すことは充分考えられる。このように残留応力値が回折面依存性を示す場合、ある特定の回折面によって得られた値にとらわれるのは当を得ていないと思われる。得られた個々の値は、巨視的応力を表わしているとは考えられず、巨視的応力と仮定して補正された補正值に意味があるかということも、問題であろう。また $(\alpha+\beta)$ 黄銅の α 相と、 α 黄銅の各回折面によって得られた残留応力分布を比較してみると、両者に同様の傾向が見受けられる。⁷⁾

著者らは $(\alpha+\beta)$ 黄銅について、前報で α 相に圧縮、 β 相に引張りの残留応力が存在することを認め、これは V. Hauk の提唱する相応力の存在を示すものであると考えられるということを報告した。本実験では、市販のディフラクトメータでのX線応力測定の可能性を検討し、その方法を用いてさらに前報の結果を再確認すると共に補足した。これを相応力と呼ぶか、日本の一部の人達のようにマイクロ応力と呼ぶかは、目下のところ呼び方だけの問題で、その原因については今後の研究が必要と思われる。

α 黄銅では回折面に無関係に、残留応力は表面から内部へ移るに従って圧縮から引張りに移る傾向にある。 $(\alpha+\beta)$ 黄銅では、Fig. 10に見られるように腐食法によって明らかに表面効果を確認した。

Fig. 9の $(\alpha+\beta)$ 黄銅の残留応力分布で、試料の両面における β 相の応力値に大きな差のある原因としては、種々のことが考えられるが β 相の回折線強度の小さいことが、その大きな原因の一つとして考えられる。

α 黄銅で表面からわずかに内部にはいったところで、¹²⁾圧縮残留応力が最大になっている。このような例は他にも見受けられるが、その原因は明らかでない。

全般に $a\text{-sin}^2\psi$ 線図でのばらつきが多いが、これは本実験に用いた試料が熱処理の関係で大きな結晶粒しか得られなかったためと考えられ、結果の意義を本質的に変えるものではないと思われる。

8 ま と め

(1) 島津製GX-2型ディフラクメータで、残留応力測定が可能ことがわかった。ただカウンター移動距離に限界があるため ψ_0 の値には上限が生ずるが、 $a\text{-sin}^2\psi$ 線図の傾きを決定するには充分であった。

(2) 3%引張変形した α 黄銅では、表面で圧縮残留応力が測定され、内部へ移るに従って引張りに変化する傾向にある。各層の残留応力値には、回折面依存性が認められるが、試料内での分布の様相は、回折面にかかわらずほぼ同じ傾向を示した。

(3) 3%引強変形した $(\alpha+\beta)$ 黄銅では、 α 相に圧縮残留応力、 β 相に引張残留応力が観察されて相応力の存在が確認され、回折面依存性も観察された。さらに腐食法により、表面効果を確認した。

(昭和39年7月13日 第3回X線応力測定シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 小島公平, 田丸武好, 材料試験, **11**, 637 (1962).
- 2) 種村孝, 中島恭郎, 材料試験, **11**, 631 (1962).
- 3) Nishihara, T., and S. Taira, Mem. Fac. Eng., Kyoto Univ., **7**, 90 (1950).
- 4) Macherauch, E., und P. Müller, Arch. Eisenhüttenw., **29**, 257 (1962).
- 5) 平修二, 有間淳一, 材料試験, **11**, 651 (1962).
- 6) Hauk, V., Arch. Eisenhüttenw., **26**, 275 (1955).
- 7) 辛島誠一, 島谷幸治, 一柳肇, 材料, **12**, 848 (1963).
- 8) Gullity, B.D., 松村源太郎訳, “X線回折要論”, P. 450 (1961) アグネ社.
- 9) Treuting, R.G., and W.T. Read, J.R., J. App. Phys., **22**, 130 (1951).
- 10) 平修二, 村上裕則, 材料試験, **7**, 591 (1958).
- 11) 平修二, 吉岡靖夫, 材料試験, **11**, 675 (1962).
- 12) 田丸武好, 小島公平, 材料, **12**, 861 (1963).
- 13) 本田和男, 有間淳一, 第3回X線応力測定シンポジウム前刷, 91 (1964).