X線応力測定の実用性に関する二、三の実験*

会 田 博** 山 本 通 雄***

Study on Industrial Use of X-Ray Stress Measurement

by

Hiroshi AIDA and Michio YAMAMOTO

(Mitsubishi Heavy Industries Co., Ltd. Kobe Technical Institute, Akashi)

Generally, the results of X-ray stress measurement are influenced by surface conditions and material conditions. So two series of experiments have been carried out by the authors using X-ray diffraction method with twin pole geiger-müller counter. First, the effects of surface conditions on the measured results have been studied to obtain the data on surface treating procedures. Then the reliability of measured values has been investigated for several heat treated materials to secure the possibility of industrial use of X-ray stress measurement. The results of above experiments are as follows.

(1) It is important to flatten the specimen surface and to remove the plastically deformed layer that occurred due to the surface treatments, before the stress measurements was made by X-rays. It has been shown that the surface should not be more than JIS6S (as mild steel polished by emery paper #60~100) in roughness, and that the plastically deformed layers due respectively to polishing by emery paper (#320~#100), to grinding by portable grinder, and to machining by shaping machines, have depth of $30\sim40\mu$, $140\sim170\mu$ and $60\sim100\mu$ accordingly.

(2) Various heat treated materials including mild steel, 1Cr- $\frac{1}{2}$ Mo steel and 2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo steel have been tested, and the effect of the profiles of X-ray diffraction pattern on the measured results has been investigated. It has been shown that the measured results become unreliable when the profiles of diffraction patterns become spotty, although the scatter of the measured results is small in the case of good profiles of diffraction patterns. And it has been found that the measured values of stresses become considerably reliable, even if the case of $K\alpha$ doublets are in distinguishable, when the wider receiving slits are used.

(Received Sep. 8, 1964)

1 緒 言

X線で金属材料の応力を測定しようとする場合には試料の表面状態および材料的な制限をかなり受ける。

本研究は双極計数管式X線応力測定装置（集中法、45°法）を用い、測定上の基礎的な問題点として、試料表面の前処理法に関する参考資料をうるため、表面あらさおよび加工層の影響について、また、本法の実用範囲を検討するため、材質および熱処理の影響について、それぞれ実験検討した結果をとりまとめたものである。

2 供 試 材

供試材は、比較的使用度の高い炭素鋼および低合金鋼として、つぎのものを選んだ。すなわち、軟鋼（圧延のまま、15mm厚）、1Cr- $\frac{1}{2}$ Mo鋼（圧延のまま、40mm厚）および2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo鋼（焼きならし焼きもど

し、26mm厚）であり、それぞれの化学成分はTable I に示すとおりである。

3 実 験 装 置

実験に使用したX線応力測定装置は、双極計数管式（集中法、45°法）のものであり、X線はCr $K\alpha_1$ およびCo $K\alpha_1$ を使用し、レシービングスリットは4・3・1項の実験ではスリット幅がHigh Angle用：1.5mmとLow Angle用：0.75mm、ならびにHigh Angle用：2.5mmとLow Angle用：1.5mmのものを使用し、それ以外の実験ではHigh Angle用：1.5mm、Low Angle用：0.75mmのものを使用した。

4 実 験 方 法

4・1 表面あらさの影響

供試材（SS41-a材）から、260×30×3mmtの曲げ試験片を6個採取し、各試験片について、焼入れ、表面加工、焼きもどしの順序で熱処理および表面加工を施した。焼入れ——焼きもどし（無酸化ガスふんい気炉を使用）は875℃水冷→625℃炉冷とし、表面加工はペ

* 原稿受理 昭和39年9月8日

** 正 会 員 三菱重工業(株)技術本部神戸研究所
明石市魚住町清字字北沢

Table I. Chemical composition of test materials.

Materials		Chemical composition (%)						
		C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
Mild steel (SS41)	a	0.19	0.02	0.43	0.012	0.034	—	—
	b	0.24	tr.	0.50	0.012	0.036	—	—
1Cr-1/3 Mo steel (A387-GrB)		0.15	0.18	0.51	0.010	0.01 1	1.13	0.55
2 1/4 Cr-1Mo steel (A387-GrD)		0.10	0.37	0.49	0.007	0.015	2.12	0.83

Table II. Several surface treatments and roughness.

Mark of specimen	Surface treatment	Roughness
R1	Polished by emery paper #320	JIS 3S
R2	" " #180	" 6S
R3	" " #100	" 6S
R4	" " # 80	" 6S
R5	" " # 60	" 12S
R6	Grinded by grinding wheel (36-P)	" 18S

Fig. 1. Measurement of bending stress.

ーパーまたはグラインダー砥石で試験片表面を横方向にこすることによって Table II に示すような種々のあらしの試験片を作成した。

応力測定は Fig. 1 に示すように、試験片に荷重を順次加えて、その都度、応力をX線 (CoK α_1 および Cr K α_1) およびストレンゲージ (K-22) で測定し最高荷重までの測定が一通り完了すると、一旦荷重を零にもどし、試験片を再セッティングした後、再び荷重を順次

かけて同様な測定を行なった。

4・2 加工層の影響

供試材料 (SS 41-a 材) から、40×40×15mmt の試験片を6個採取し、875℃水冷→625℃炉冷の焼入れー焼きもどしを施した後、Table III に示すような表面加工を加えて加工層の応力および深さ測定用の試験片とした。

応力測定は、まず加工層の表面における応力をX線 (CrK α_1) で測定したのち、電解研磨によって少しずつ加工層を除去しながら、その都度X線によって応力を測定し、応力値がほぼ一定になるまでの操作を繰り返した。ただし、グラインダーおよびセーパー加工を施したものについては、4・1項の試験結果によると、表面あらしの点において測定値にかなりの悪影響を及ぼ

Table III. Several surface treatments, roughness and hardness.

Mark of specimen	Surface treatment		Roughness	Hardness (Hv)
W1	Polished by emery paper #320	Polished fifty times after flattening surface	JIS 3S	170~195
W2	" #100	"	" 6S	
W3	Grinded (Vertical type)	Grinded wheel (A-36-P-m-v), 4 000rpm	" 70S	
W4	" (Horizontal type)	" " (A-36-R), 7 000rpm	" 18S	
W5	Machined by shaping machine (Tool bits : 7R)	66mm/min in velocity, 0.43mm in pitch, 0.5mm/times in thickness of removal	" 6S	
W6	" (Tool bits : 3R)	"	" 18S	

Table IV. Heat treatments.

Heat treatment	Mark of heat treatment	Test materials		
		Mild steel	1Cr-1/2Mo steel	2 1/4Cr-1Mo steel
As-received	A	As-rolled	As-rolled	Normalized-tempered
Stress relieved	SR	625°C×1H F.C.	725°C×1H F.C.	
Full annealed	FA	875°C×1H F.C.	915°C×0.5H F.C.	
Normalized	N	875°C×0.5H A.C.	915°C×0.5H A.C.	
Normalized-tempered	NT	875°C×0.5H A.C. →625°C×1H F.C.	915°C×0.5HAC→725°C×1H F.C.	
Water quenched	Q	875°C×0.5HW.Q.		
Quenched-tempered	QT	875°C×0.5HW.Q. →925°C×1H F.C.	915°C×0.5H WQ→725°C×1H F.C.	

すことが推測されたので、あらさを細かくするためグラインダーあるいはセーパー加工時の目地がほとんど消失するまで、あらかじめペーパー（＃100）で仕上げてから前述のような電解研磨による操作を繰り返した。

4.3 材質および熱処理の影響

4.3.1 曲げ応力測定実験 供試材3種から、260×30×3mmt の曲げ試験片（機械加工はVVV 仕上げ）を採取し、Table IV に示す各種熱処理を施したのち深さ0.4～0.5mmまで電解研磨を実施した。

X線（CrK α_1 ）による測定は、4.1項で述べたのと同一要領で3回づつ実施した。

4.3.2 回折X線像の撮影 前述の供試材3種に

Fig. 2. The effect of roughness of specimen surface on X-ray stress.

Fig. 3. The effect of roughness of specimen surface on X-ray stress.

対し熱処理を施した試験片についてX線回折像を撮影し、応力測定結果と対応することによって、X線回折像が測定値のバラツキに及ぼす影響を検討した。X線回折像の撮影はGM管の前面にX線フィルムを設定してLow Angle側について行なった。このときの撮影条件は下記のとおりである。

フィルム	さくら [®] N ⁵
露出時間	15分
管電圧、管電流、	25KV, 5mA
現像条件	富士レンドール20℃, 5分

4.3.3 ミクロ組織試験 X線回折のプロファイルに影響する因子の一つとして、結晶粒度が指摘されているので、主としてこの点について、検討してみるためミクロ組織試験を実施した。

5 試験結果および考察

5.1 表面あらさの影響

各種あらさの曲げ試験片について、負荷応力をX線(σ_x)およびストレングージ(σ_s)によって測定した結果をFig. 2およびFig. 3に示す、これよりつぎのことが明らかになった。

1) X線による応力測定値は、試料表面のあらさがある程度以上細かいときには、あらさによって影響されることはないけれども、それよりあらくなると、測定値はストレングージによって得た値よりもかなり低い値を示すようになる。そしてこの傾向は荷重が大きくなればなるほど顕著になるようである。

2) 表面あらさの影響は管球の種類によっても異なる。CrK α_1 で測定した場合は、エメリーペーパー #60で加工した程度のあらさ(JIS 12S)になると測定値は低く現われるが、CoK α_1 による場合には、グラインダー砥石でこすった程度のあらさ(JIS 18S)になってしばらくその影響が現われてくるようである。このようなX線管球の種類による違いは、主としてCrK α_1 線とCoK α_1 線の材料表面への浸入深さの相違(CoK α_1 のほうが浸入深さ大きい)に起因しているものと考えられる。

5.2 加工層の影響

Fig. 4は試料表面を少しずつ電解研磨などによって除去しながら、その都度表面の応力をX線で測定した値を示したものである。この結果に基づき、各試料ごとに加工層の深さを推定してみると(応力値が零近傍に収斂し始めるときまでに除去された試料表面からの深さをもって加工層の深さとした)Table Vに示すようである。

5.3 材質および熱処理の影響

Fig. 1に示したような、集中曲げによる曲げ応力測定の実験法は、無負荷のときに一度試料を設定すれば、その後は荷重を加えてもセッティングをやり直す必要がなく、非常に能率的に実験を行なえるという利点がある。しかし、一方では、支点の箇所に応力集中が起こり、その影響によって測定誤差を生ずることが懸念された。そこで、つぎのような簡単な予備実験を行ない、この点を検討してみたところ、応力集中の影響は、実験的にはあまり大きく現われなかったため、本実験ではこの方法を採用することにした。予備実験としては、材質(SS-41a)熱処理(875°C水冷→625°C炉冷)の全く等しい試料を用いてFig. 5に示すようなキャン

Fig. 4. Measured stresses in the plastically deformed layer occurred by surface treatments.

レーによる実験⁶⁾ならびにFig. 1および6に示すような集中曲げ法による実験⁹⁾を行ない、X線による測定値のバラツキを比較した結果、前者は最大 $\pm 2.4 \text{ kg/mm}^2$ (Fig. 5)後者は最大 $\pm 2.7 \text{ kg/mm}^2$ (Fig. 6)を示し、あまり大きな差は認められなかった。以下、集中曲げ法によって行なった各種実験結果について述べる。

軟鋼, 1Cr-2 $\frac{1}{4}$ Mo 鋼, 2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo 鋼の各種熱処

Table V. Depth of the plastically deformed layer occurred by surface treatments.

Surface treatment		Depth
Polished by emery paper	#320	30 μ
	#100	40 "
Grinded	Vertical type	170 "
	Horizontal type	140 "
Machined by shaping machine	Tool bits : 7R	60 "
	Tool bits : 3R	100 "

Fig. 5. Stress values in bending test of cantilever.

Fig. 6. Stress values in bending test.

理材に対して、曲げ応力測定実験を行ない、その結果 (Fig. 6 はその一例) から X 線による測定値のパラツキの最大値を求めて Fig. 7 に示した。また、Fig. 8 および 9 に示した回折 X 線像と Fig. 7 の結果とを対応しながら整理すると Table IV に示すようになる。なお、Fig. 10 はミクロ組織写真の代表例を示したものである。Fig. 7, Table IV および Fig. 10 の各試験結果を要約すると、大略つぎのとおりである。

5・3・1 材質および熱処理と測定値のパラツキ 個々の測定値のパラツキは、全般的な傾向として各材料とも焼入れ—焼きもどし (Q. T.) および焼きならし—焼きもどし (N. T.) が最も小さく、すぐれた結果を

Fig. 7. Maximum scattered range on X-ray stress measurement (Receiving slits used are 1.5mm and 0.75mm in with, respectively for high angle and low angle).

示し、応力除去焼きなまし (SR) および素材のまま (A) がこれにつぎ、完全焼きなまし (FA) が最も悪い結果を示した。

しかし、同一の材質および熱処理材でも、材料の履歴によっては、かなり差が認められる場合があり、たとえば、軟鋼の応力除去焼きなまし材では、SS41-a は SS 41-a よりかなりすぐれた結果を示した。

つぎに個々の測定値のばらつきと 3 測定値の平均値のばらつきを比べると、たとえば、個々の測定値で $\pm 2.6 \text{ kg/mm}^2$, $\pm 5.6 \text{ kg/mm}^2$, $\pm 9.8 \text{ kg/mm}^2$ を示したものでも 3 測定値の平均をとると、それぞれ $\pm 1.9 \text{ kg/mm}^2$, $\pm 2.3 \text{ kg/mm}^2$, $\pm 5.5 \text{ kg/mm}^2$ となり、かなり良い結果を示すようになる。

5・3・2 回折 X 線像と測定値のパラツキ Table VI に示したように、X 線回折像が、 $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ に分離しているものと、そうでないものとにわけて考える。

郡別 I ~ IV のように回折 X 線像が分離しているものについては、手持ちのレーシングスリットのうちから最も適当であると思われるもの 1 種類 (スリット幅が、High Angle 用: 1.5mm, Low Angle 用: 0.75 mm のもの) を選んで実験した。その結果郡別 I のように良好な回折 X 線のプロフィールを呈しているものは、その測定値のパラツキは $\pm 1.5 \text{ kg/mm}^2$ を示したが、郡別 II, III, IV のように X 線回折像が順次点状に近くなると、測定値のばらつきは次第に増大し、好ましくない傾向を示すことが明らかとなった。

つぎに、郡別 V のように X 線回折像が分離していないものについては、前記の郡別 I ~ IV に使用したレシ

Heat treatment	X-ray diffraction pattern	Classification of X-ray diffraction pattern	Heat treatment	X-ray diffraction pattern	Classification of X-ray diffraction pattern
*Stress relieved (SR)		I	Normalized (N)		I
As-received (A)		III	Normalized-tempered (NT)		I
Stress relieved (SR)		II	Water quenched (Q)		V
Full annealed (FA)		IV	Water quenched-tempered (QT)		I

* Mild steel of SS41-b

Fig. 8. X-ray diffraction patterns taken from heat treated specimens (Mild steel).

Heat treatment	X-ray diffraction pattern (1Cr-1/2 Mo)	Classification of X-ray diffraction pattern	X-ray diffraction pattern (2 1/4 Cr-1Mo)	Classification of X-ray diffraction pattern
As-received (A)		V		III
Stress relieved (SR)		V		II
Full annealed (FA)		IV		IV
Normalized-tempered (NT)		I		I
Water quenched-tempered (QC)		I		I

Fig. 9. X-ray diffraction patterns taken from heat treated specimens.
(1Cr-1/2Mo steel, 2 1/4Cr-1Mo steel)

ーピングスリットのほかに、一部の試料に対しては、それよりもスリット幅の少し広いレーシングスリット (High Angle 用: 2.5mm, Low Angle 用: 1.5mm) についても実験を行ない比較した結果、前記のレーシングスリットよりも少し広い目のスリット幅のものをを用いた場合のほうがかなりすぐれた結果が得られた。また、同一スリットについて、材料別に比較してみると、1Cr-1/2 Mo 鋼の応力除去焼きなまし材のほうが軟鋼の焼入れ材よりも若干すぐれた結果を示した (Fig.

7) が、これは双方の回折 X 線像の broadness の相違によるものと考えられる。以上の結果によつて、X 線回折像が分離していないような試料に対するスリット幅の影響を傾向的にはかなり明らかにすることができたと考えているが、実験試料の数が少なく、まだ充分でない点もあるので、今後さらに実験検討したいと考えている。

5・3・3 材質および熱処理と回折 X 線像 一般に回折 X 線像は材料の粒度が大きすぎると点状になり、

Table VI. Classification of X-ray diffraction patterns and the maximum scattered range on X-ray stress measurement (Receiving slits used are 1.5mm and 1.5mm and 0.75mm in with, respectively for high angle and low angle).

Classification	Materials and heat treatment			X-ray diffraction pattern	Maximum scattered range of measured values (kg/mm ²)	
	Mild steel	1Cr-1/2Mo steel	21/4Cr-1Mo steel		Each measured value	Average of three measured values
I	NT, QT, SR*	NT, QT	NT, QT	Profile of $K_{\alpha 1}$ is uniform in width and density	± 2.7	± 1.9
II	N, SR		SR	// of // is not so uniform in width and density	± 5.6	± 2.3
III	A		A	// of // is not uniform in width and density	± 9.6	± 3.9
IV	FA	FA	FA	// of // is nearly spotty	± 9.6 over	
V	Q	SR, A		K_{α} doublets can't be distinguished	± 9.8 over (± 6.1)	± 5.5 over (± 3.1)

*—Mild steel of SS41-b.

()—Receiving slits used are 2.5mm in width for high angle and 1.5mm in width for low angle.

*Mild steel of SS41-b

Fig. 10. Microstructures of the surface layer of heat treated specimens (Mild steel).

また、粒度が小さすぎるもの、塑性加工を受けたもの（結晶の彎曲、転位の発生、局所的に不均一なひずみの存在、粒度の微細化）および焼入れされたものなどはブロードになると言われている。

本実験結果では、たとえば、軟鋼材の回折X線写真とマイクロ組織写真とを対応してみると、（フェライト）

＋（パーライト）組織の材料では粒度の細かい応力除去焼きなまし（ただし SS41-b 材）および焼きならし焼きもどしの各材（いずれも ASTM 粒度 No.7.5 以上）は標準のX線回折像を示したが、それより粒度のあらい素材（ASTM 粒度 No.6.5）ではかなり点状に近くなり最も粒度のあらい完全焼きなまし材（ASTM

粒度 No. 5.0) ではほとんど完全に点状になっていた。このような傾向は $2\frac{1}{4}\text{Cr-1Mo}$ 鋼および 1Cr-1/2Mo 鋼においても見受けられた。

つぎに、圧延のままのものは、 1Cr-1/2Mo 鋼では回折X線像は $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ が分離していないが、軟鋼では分離している。これは主として両者の製造法の相違に起因しているのではないかと考える。また、焼入れ材は、他の熱処理材と比較すると最もブロードであった。

6 結 言

双極GM管式X線応力測定装置を用いて応力を測定する場合における試料表面の前処理法に関する基礎資料をうるため、主として表面あらさおよび加工層の影響に着目して試験を実施し、さらに、本法の実用範囲を検討する一実験として、材質および熱処理の影響について検討し、大略つぎのような結果を得た。

1) X線で応力測定する場合には、表面を平滑りに仕上げた後、電解研摩などによって加工層を除去する必要があるが、この場合、表面あらさは少なくとも JIS 6S (軟鋼材に対してはエメリーペーパー#60~100による仕上の程度) 以上に細かく仕上げるのが肝要である。また、加工層を除去するためには、あらかじめ各種加工層の深さを把握しておくが好都合である。本実験では、軟鋼を用いて数種の代表的な加工層の深さを調べた結果、一つの目安としてつぎに示すような結果を得た。

エメリーペーパー加工

(#320, #100) 30~40 μ

ポータブルグラインダー加工

(縦型および平面グラインダー) 140~170 μ

セーパー加工

(7 Rおよび3 Rバイト) 60~100 μ

2) 軟鋼, 1Cr-1/2 Mo 鋼, $2\frac{1}{4}\text{Cr-1 Mo}$ 鋼の 3

鋼種に各種熱処理を施し、各材料に対するX線による応力測定値の再現性を検討した結果、X線回折像がほぼ標準のプロファイル、($K\alpha_1$ 線と $K\alpha_2$ 線の分離良好, $K\alpha_1$ 線の写真濃度および幅が一樣) を呈している材料 (本実験では、焼入れ-焼きもどし、焼きならし-焼きもどし材の全部ならびに応力除去焼きなまし材の一部) については、かなり良い再現性を示したが、X線回折像が点状に近いものほど (特に完全焼きなまし材において顕著である) 再現性は悪化する傾向を示した。後者のような材料に対しては、そのX線回折像の程度に応じて測定回数を多くするなど適当な考慮が必要である。

なお、X線回折像において、 $K\alpha_1$ 線と $K\alpha_2$ 線が分離していないような材料に対しては、上述のような分離良好な材料に対して使用するレシービングスリットよりも、スリット幅が若干広い目のレシービングスリットを用うればかなり再現性のよい測定ができることが明らかとなった。

(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) 下田秀夫, 高沖 亮, 荒木田豊, 非破壊検査, **10**, 239(1961).
- 2) 籠田三郎, 日本材料試験協会X線応力測定部門委員会資料, **2** (1962).
- 3) 榎並豊一郎, 堀沢 寛, 加藤紀久雄, 日本材料試験協会, 第2回X線応力測定シンポジウム前刷, **7**, 1 (1963).
- 4) 渡辺正紀, 別所 清, 蒲地一義, 前田豊生, 非破壊検査, **11**, 135 (1962).
- 5) 石井勇五郎, 運輸技術研究所報告別冊, **6**, 13(1959).
- 6) 三菱重工業(株)神戸研究所, 日本材料学会X線応力測定部門委員会資料, **2** (1963).