写真法 GM 法両用X線応力測定ゴニオメータについて*

橋 本 健 二 郎** 高 野 宏 信***
森 脇 祥 修*** 筒 井 博***

The X-Ray Goniometer for Stress Measurement by the GM Counter
and Photography Methods

by

Kenjiro HASHIMOTO, Yoshinaga MORIWAKI,
Hironobu, TAKANO and Hiroshi TSUTSUI

(Tokyo-Shibaura Electric Co., Ltd., Tamagawa Works, Kawasaki)

Previously we had introduced an X-ray stress measuring apparatus to be used in field service, specially designed to measure the stress of large unmovable samples or abnormally shaped samples. To follow this up we have completed its development in designing a goniometer to make it possible to test or examine its stress measurement.

The goniometer is designed to make precise measurement taking the following errors into account.

- (1) The error of the sample positioning.
- (2) The mechanical errors of the goniometer itself.
- (3) The fluctuation of the X-ray output.
- (4) The statistical fluctuation of the GM counter and the data of the measurement by this apparatus have in proved its precision percentage.

In this paper particular accounts are given of the X-ray goniometer for measurement of stress.

The distinctive features of this apparatus are mentioned below :

- (1) The positioning of the sample is easy.
- (2) It has precise mechanism.
- (3) The parallel beam method is adopted.
- (4) It is applicable to simultaneous measurement both by the film method and by the GM counting method.
- (5) A slender X-ray tube extends the range of making effective scanning of angles.
- (6) This apparatus can be connected to the X-ray diffractometer.

Some errors are estimated in the measurement of assumed conditions in this paper.

(Received Aug. 14, 1967)

1 緒 言

X線による残留応力測定はきわめて古く、学問的な研究は完成の領域にあると思われるが、工業的な実用の装置の開発は比較的遅れており、いまだ種々の問題をかかえている。

すなわち、第1に、装置の製作の面からだけ見ると、機械構造物の局所の材料表面を「非破壊的」に測定し

うるというX線応力測定法の特徴が、そのまま種々な形状の対象への万能な装置の製作の困難さを増大させる原因となっている。さらに、被測定物の結晶状態および形状によってそれに最も適した写真法、GMカウンタ法、平行ビーム法、集中法等を選択する必要がある。従来、1台の装置ですべて満足な結果を得ることは困難であった。第3に、工業用の実用の装置としては、試料位置の設定を含めて測定時間が長すぎるという問題をかかえている。

これら三つの主要素を考慮に入れて、筆者らはさき

* 原稿受理 昭和42年8月14日

** 正 会 員 東京芝浦電気(株)電子計測技術部 川崎市久本

*** 東京芝浦電気(株)電子計測技術部 川崎市久本

に「現場用 X 線応力測定装置」を発表したが、今回はその姉妹品として、研究室において X 線回折装置等に簡単に接続して使用できる経済的な応力測定用ゴニオメータを開発したので、その精度等について紹介する。

2 設計方針 (応力測定の精度に関する考察)

今回のゴニオメータの設計にあたって、用途範囲の広い平行ビーム法を採用し、さきにあげた三つの主要素のほかに、応力測定の精度に関して次のように考えて設計した。GM 管法で $\sin^2\psi$ 法の場合の誤差の原因について考えてみると、次の諸点が考えられる。

(1) 試料位置設定の誤差の影響

- (a) 試料に対する直角度の誤差
- (b) 試料に対する高さの誤差

(2) ゴニオメータの機械的誤差の影響

- (a) X 線管球傾斜角度の誤差
- (b) GM 管走査角度 (ウォームの目盛の誤差)
- (c) スリットのセンター方向への誤差等
- (3) X 線出力の変動、測定系ドリフトの影響
- (4) 統計誤差の影響
- (5) データ処理法的人為的な誤差の影響
- (6) 試料の材質、状態、形状の影響

ここにあげた六つの要因について、これらが応力の測定値に対してどの程度の誤差となって現われるかを決めることは困難であるが、経験的なめやすとして次のようなことは言えると思われる。Fig. 1 は $90^\circ-45^\circ$

Fig. 1. Relation between $d\psi$ and $\sin^2\psi$.

法による $d\psi-\sin^2\psi$ 図のモデルであるが、ここで応力値次は式のようなになる。

$$\sigma = \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{d_0} \frac{\partial \psi}{2\sin^2\psi} = K \frac{AA'}{BB'} \quad (1)$$

いま、試料に対する直角度が狂うと AA' は一定であるが、 BB' は CC' または DD' のように変化する。たとえば、直角度の誤差が $\pm 0.4^\circ$ あれば、Table I により Cr-K α で Fe(211) 測定の場合

$$\left(\frac{BB'}{CC'} - 1 \right) \times 100\% = 0.55\% \left(\frac{BB'}{DD'} - 1 \right) \times 100\% = -0.53\%$$

Table II により Ca-K α で Fe(310) 測定の場合は同様にそれぞれ 0.68 および -0.67% となる。また、試料に対する高さの誤差は平行ビーム法を採用しているので、 $\pm 1\text{mm}$ 程度の誤差ではあまり誤差を生じない。したがって、(1)の試料設定の誤差による応力値の誤差の影響は $0.5\sim 2\%$ 程度と考えられる。

次に、X 線管球傾斜角度について、たとえば $\pm 0.1^\circ$ (本装置の精度は $\pm 0.05^\circ$) だけ狂っていると考えると、(1)式の BB' の値が Fig. 1 における CD' または DC' 等になる場合に誤差は最も大きくなるが、

Table I. Calculation table stress error (Fe(211) with Cr-K α).

ψ_0	Δ (Error)	ψ ($\psi_0 + \gamma$)	$\sin^2\psi$
90°	$+24'$	$12^\circ 23' 30''$	0.0460503
	0	$11^\circ 59' 30''$	0.0431682
	$-24'$	$11^\circ 35' 30''$	0.0403749
45°	$+24'$	$57^\circ 23' 30''$	0.7095940
	0	$56^\circ 59' 30''$	0.7032355
	$-24'$	$56^\circ 35' 30''$	0.6968373
90°	$+6'$	$12^\circ 05' 30''$	0.0438804
	0	$11^\circ 59' 30''$	0.0431682
	$-6'$	$11^\circ 53' 30''$	0.0424615
45°	$+6'$	$57^\circ 05' 30''$	0.7048289
	0	$56^\circ 59' 30''$	0.7032355
	$-6'$	$56^\circ 53' 30''$	0.7016396

Table II. Calculation table of stress error (Fe(310) with Co-K α).

ψ_0	Δ (Error)	ψ ($\psi_0 + \gamma$)	$\sin^2\psi$
90°	$+24'$	$9^\circ 46' 30''$	0.0288251
	0	$9^\circ 22' 30''$	0.0265349
	$-24'$	$8^\circ 58' 30''$	0.0243371
45°	$+24'$	$54^\circ 46' 30''$	0.6673147
	0	$54^\circ 22' 30''$	0.6607198
	$-24'$	$53^\circ 58' 30''$	0.6542551
90°	$+6'$	$9^\circ 28' 30''$	0.0270989
	0	$9^\circ 22' 30''$	0.0265349
	$-6'$	$9^\circ 16' 30''$	0.0259768
45°	$+6'$	$54^\circ 28' 30''$	0.6623715
	0	$54^\circ 22' 30''$	0.6607198
	$-6'$	$54^\circ 16' 30''$	0.6590660

$$\text{Cr の場合} \left(\frac{BB'}{DC'} - 1 \right) \times 100 = +0.35\% \quad \left(\frac{BB'}{CD'} - 1 \right) \times 100 = -0.34\%$$

$$\text{Co の場合} \left(\frac{BB'}{DC'} - 1 \right) \times 100 = +0.36\% \quad \left(\frac{BB'}{CD'} - 1 \right) \times 100 = -0.35\%$$

となる。また、GM 管走査角度ウォームの目盛 (2θ) の誤差についても同様であるが、ウォームの目盛が 0.1° も狂うことはないので問題にならない。(c)のスリットのセンター方向への誤差等とは GM 管走査ウォームの傾きのための誤差や、入射スリットの傾きその他をさすが、機械工作精度をあげることによって割合簡単に誤差の混入を避けることができる。したがって、(2)のゴニオメータの機械的誤差の影響は、X線管球の傾斜角度を±0.1°以下にすれば、ほとんど問題にならないと思われる。

次に、GM カウンタからの出力を記録紙に記録させ、そのチャートから応力値を計算する場合にまず問題となるのは、回折線のプロファイルが忠実に記録されているかどうかということである。回折線のプロファイルの形状は材質、結晶状態によって異なるが、GM カウンタの送り速度を適当に選び、たとえば Fig. 2(a) のようなプロファイルが数分間の測定で得られた場合について考えてみると、その忠実度を調べるためには、ゴニオメータを止めて Fig. 2(b) のような非回折線のチャートを取り、半価幅の時間で分割し、その平均のカウント数の変動を考えてみるとよい。極端な例として、ピークの左右で±α%変化すると、半価幅 b° の回折線のピーク位置は約 $b \times \alpha / 100$ 度だけ左右に移動する。いまかりに、Fig. 2(b) において±1%の変動があって、回折線の半価幅が 10°あるとすると約±0.1°程度移動し、 d_ϕ の値は Cr-Kα で Fe(211) 面を測定する場合は±0.0002Å程度で Co-Kα で (310) 面の場合には±0.00013Å程度の変化となり、応力値にかなりの影響を与えることになる。

ひるがえって、プロファイルの半価幅が狭い場合には Fig. 2(b) における分割を細くする必要があるが、分割を1分以下にした場合には、いかに高級な電源安定器および管電流安定器を使用し測定系のドリフトを無視しても、200cps 程度のカウント数では±1%程度の誤差は避けられない。これは統計誤差の影響であって、この影響を避ける手段は種々あり、次の機会に述べるが、現在使用している通常の方法では応力値にして数%の影響を与えるものと思われる。

3 装置の説明

本装置は、写真式X線応力測定装置東芝 MDP-101 形を基本として、測定器本体のX線管球傾斜機構に GM 管駆動機構を取り付けたものであって、次のような特徴と精度を有している。

- (1) GM 計数管法と写真法の両用に使用できる。

X線入射スリットは、管球容器についているアリミゾにそう入して固定されているが、スリットのアリミゾと写真用カセットのアリミゾに互換性をもたせてあり、簡単に交換できる (Fig. 3)。

Fig. 2. (a) Diffraction line profiles.
(b) The drift of X-ray counting.

Fig. 3. Goniometer used for the method of GM counter and photography.

Fig. 4. Jig for setting of X-ray tube holder at right angle with sample surface.

(2) 試料の設定が容易である。

Fig. 4 の②は写真法 GM 管法両用の試料への高さおよび直角度の調整を行なう治具であって、GM 管法の場合は、スリットの代わりに Fig. 4 の①がアリミゾにはいり、写真法の場合には①の代わりに写真法のカセットがアリミゾにはいる。

Fig. 5. Goniometer used for measuring of angle between first soller slit and second soller slit.

(3) X線管球傾斜角度；0°，15°，30°，45°および任意角度X線入射スリットの直角度の測定精度；±2' 0°，15°，30°，45°間の精度；±0.05°（全体で±3'±2'）

Fig. 5 は、X線入射スリットの直角度等の測定等に用いた東京光学(株)製の測角器であってこれにより1'の角度が正確に測定できる。

(4) GM 管走査角度範囲が広い

スリット間角度 $2\theta = 142 \sim 169^\circ$ ，測定精度 ±3' 読取精度 1'

（散乱線カバーがあるので、バックグラウンドの低いプロファイルが得られる）

(5) スリット発散角；0.26°，0.35°

受光スリットのセンター方向への精度；0.1mmR（ウオームの精度）

(6) GM 管走査速度；1/2°，1°，2°/min

角度マーク；1/2°ごと

Fig. 6. Examples of diffraction line profiles of sample No. 2.

(7) X線焦点-試料管の距離

写真法の場合；87mm および 107mm

（フィルム試料間 50mm および 70mm）

GM 管法の場合；107mm

(8) 経済的かつ用途が広い

このゴニオメータはX線回折装置に簡単に接続して使用できる。

4 測定例

本装置を東芝製X線回折装置に接続し、したがってX線発生装置および記録装置等は回折装置のものを使用し、鋼材片(211)面の測定例を次に示す。

測定条件	X-ray target	Cr
	X-ray intensity	30 kVp 9mA
	Gonio scan speed	1°/min
	Chart speed	5mm/min
	Slit	0.26°
	Material	Fe(211)
	Filter	V
	Time const.	4 sec
	Chart full scale	500 cps
	Projection area	4 × 10mm ²

測定結果

$$\sigma = \frac{E}{1+\nu} \cdot \frac{1}{d_0} \cdot \frac{\partial d_\psi}{\partial \sin^2 \psi} = -34 \text{ kg/mm}^2 \text{ sample No. 1}$$

$$= -70 \quad \text{sample No. 2}$$

$$= -32 \quad \text{sample No. 2}$$

Fig. 6 は Sample No. 2 の測定プロファイルの例であるが、このように半価幅の広いブロードな回折線の場合であってもバックグラウンドまでよく測定でき、Fig. 7の $d_\psi - \sin^2 \psi$ 図によりわかるように測定点がほとんど完全に直線上に一致し、相当な精度で測定できる。

終わりにこのゴニオメータの開発についてご教示をいただいた岡山大学本田先生、山口大学蒲地先生に厚く感謝の意を表します。

（昭和42年7月12日 第6回X線材料強度に関するシンポジウムにて講演）

Fig. 7. d_ψ vs. $\sin^2 \psi$ of the samples No. 1, No. 2 and No. 3.