平行ビーム型ディフラクトメータにおける設定誤差の X線応力測定精度に及ぼす影響*

青山 威恒** 颯田 耕三*** 多田 雅昭**

The Effect of Setting Errors on the Accuracy of Stress Measured with Parallel Beam X-Ray Diffractometer

by

Shigetsune AOYAMA, Kouzou SATTA and Masaaki TADA
(Toyota Central Research & Development Laboratories, Inc., Nagoya)

In the X-ray stress measurement using a parallel beam diffractometer, the X-ray diffraction profile was approximately calculated by digital computer, assuming some setting errors, *i.e.* the offset of the specimens or incidental X-ray beams against the center of the scanning circle of X-ray detector. The incidence angle ψ used were 0° , 15° , 30° and 45° . The effects of setting errors on the accuracy of stress determined by the $\sin^2\psi$ method were examined using peak angles of the calculated diffraction profile.

The relations between the peak angle and the offset of the specimens, obtained from the calculated diffraction profile, showed good correlation with those obtained from the experiment. The calculated diffraction peak angles, when the offset of the specimens or incidental X-ray beams is assumed showed cyclic changes in relation to the divergence angle α of the receiving soller slit.

It seems unavoidable, even under the most careful setting, that the error of the stress of Fe {211} determined by Cr-K α amounts to $\pm 2 \text{ kg/mm}^2$, where $\alpha=0.35^\circ$.

Provided, on the contrary, that the error of the determined stress is allowable up to $\pm 2 \text{ kg/mm}^2$, the offset of the specimens or incidental beams against the center of the scanning circle is acceptable up to $\pm 4 \text{ mm}$ or $\pm 3 \text{ mm}$ respectively.

(Received Aug. 16, 1968)

1 ま え が き

平行ビーム型ディフラクトメータを用いるX線応力測定において、測定精度は、試料設定位置およびX線管球設定位置のずれとソーラスリットの幾何学的関係から生ずる誤差、ならびにX線強度の変動あるいはデータ処理に基づく誤差などによって決まると考えられる。総合された測定精度についてはすでに報告もあるが¹⁾、これら各因子それぞれの影響を取り上げて考察することも必要と考えられる。

筆者らは、試料設定位置およびX線管球設定位置のずれとソーラスリットとの幾何学的関係から生ずるX線回折強度曲線の変化を近似計算により求めて実験値と比較し、試料設定位置およびX線管球設定位置のずれの許容範囲を調査した。

2 装置のX線光学系と解析法

装置の光学系配置と寸法を Fig. 1 に示す。光学系が完全であるならば、Fig. 1 において検出器の回転

$$P_s = 220 \cos(2\theta_0 + 0.4363) - 160$$

$$W = 0.67 \text{ or } 0.43$$

D Offset of specimen against the center of the scanning circle of X-ray detector (P).

Q Offset of incidence beam against P.

Fig. 1. Schematic illustration of X-ray diffraction assuming there exist some setting errors.

* 原稿受理 昭和43年8月16日

** 正会員 (株)豊田中央研究所 名古屋市昭和区久方2丁目

*** (株)豊田中央研究所 名古屋市昭和区久方2丁目

Table I. Variation of K^* by the condition of relative position.

Relative position of x_E , x_F and irradiated area			K
1	$x_F - (x_{P'} - b/\cos \phi) < 0$		
2	$x_F - (x_{P'} - b/\cos \phi) \geq 0$ $x_E - (x_{P'} - b/\cos \phi) \leq 0$	$x_F - (x_{P'} + b/\cos \phi) < 0$	$\frac{\{x_F - (x_{P'} - b/\cos \phi)\} \cos \phi}{2b}$
3	$x_F - (x_{P'} - b/\cos \phi) \geq 0$ $x_E - (x_{P'} - b/\cos \phi) > 0$	$x_F - (x_{P'} + b/\cos \phi) < 0$	$\frac{(x_F - x_E) \cos \phi}{2b}$
4	$x_F - (x_{P'} + b/\cos \phi) \geq 0$ $x_E - (x_{P'} + b/\cos \phi) < 0$	$x_E - (x_{P'} - b/\cos \phi) > 0$	$\frac{\{(x_{P'} + b/\cos \phi) - x_E\} \cos \phi}{2b}$
5	$x_E - (x_{P'} + b/\cos \phi) \geq 0$		0
6	$x_F - (x_{P'} + b/\cos \phi) \geq 0$	$x_E - (x_{P'} - b/\cos \phi) \leq 0$	1

* K : Ratio of effective emitting area to X-ray irradiated area.

中心 P は試料面上にあり、かつ、X線ビームが P を照射しなければならない。実際の測定時には試料設定誤差による試料面の P からの若干のずれ D 、あるいは、X線管球設定誤差による入射X線ビームの P からのずれ Q が生ずる。このような場合には以下の考察が必要である。解析を容易にするため、入射X線は均一で、しかも、完全に平行であると仮定する。Fig. 1において、1～ N までのスリットにより構成されたソーラースリットを $2\eta_0$ に固定した場合、 $2\eta_0$ より 42η だけ回折角度のずれたX線が n 番めと $n+1$ 番めのスリットの間を通過するには、 n 番めのスリットの下端 C_n および $n+1$ 番めのスリットの上端 C'_{n+1} の点を通り、 $2\eta_0 + 42\eta$ の角度に相当するこう配をもつ直線と試料面とが交差する点 E および F がX線照射領域内になければならない。 E および F がX線照射領域内にあるか否かは、 E 、 F およびX線照射領域の中心 P' の座標を求めることにより知ることができる。検出器の回転中心 P を原点とし、X線源、試料照射位置および検出器光軸を含む平面内で試料面に平行に x 軸、垂直に y 軸をとると、 P' の x 座標 $x_{P'}$ は次式で示される。

$$x_{P'} = D \tan \phi + \frac{Q}{\cos \phi} \quad \text{ここに } \phi : \text{X線入射角度}$$

したがって、X線照射領域は $x_{P'} \pm b/\cos \phi$ の範囲にある。ここに b : 入射X線ビーム幅の $1/2$ 。

また、 C_n 、 C'_{n+1} の座標をそれぞれ (x_n, y_n) 、 (x'_{n+1}, y'_{n+1}) とすると、 E 、 F の x 座標 x_E および x_F は次式で示される。

$$x_E = \tan(\phi + 2\eta_0 + 42\eta) \times (D - y_n) + x_n$$

$$x_F = \tan(\phi + 2\eta_0 + 42\eta) \times (D - y'_{n+1}) + x'_{n+1}$$

ここに、 $2\eta_0$: 検出側ソーラースリット固定角($=180^\circ - 2\theta$)

D : 試料面と検出器回転中心とのずれ

(1),(2).....(6) corresponds to case 1, 2.....6 in Table I respectively

Fig. 2. Schematic illustration of the relation between the X-ray irradiated area and the effective emitting area.

同様にして $2\eta_0 - 42\eta$ 方向の回折X線の場合にも x_E 、 x_F を求めることができる。 x_E 、 x_F とX線照射領域との相対的位置関係にはFig. 2に示す6種類の場合が考えられる。これらの判別条件はTable Iのようになる。Table I中の K はFig. 2の斜線部の全X線照射領域に対する比である。全X線照射領域に対し、ソーラースリットを通過しうるすべてのX線を回折する領域の割合を $K(2\eta)$ で表わすと、 $K(2\eta)$ は n を1～($N-1$)まで変化した場合の有効領域比をすべて加えたものに等しい。したがって、 $2\eta_0$ にソーラースリットが固定された場合の通過X線強度 $I_{2\eta_0}$ は、回折X線本来の強度分布を $F(2\eta)$ とし、ソーラースリットの開き角を α とすると、次式で示される。

$$I_{2\eta_0} = \int_{2\eta_0 - \alpha}^{2\eta_0 + \alpha} F(2\eta) \cdot K(2\eta) \cdot d(2\eta) \quad (1)$$

しかし、X線は検出器走査平面内だけで回折するのではなく、立体的な回折をする。したがって、Fig. 1における xy 平面に直角な方向の回折強度分布も考慮

しなければならない。Fig. 3 は Fig. 1 におけるソーラスリットを直角方向から見た場合の幾何学的配置と寸法を示す。Fig. 3 において、検出器光軸から $\Delta\beta$ だけ傾いた直線が試料面と交差する点 E' , F' がX線照射領域内になければならない。 E' および F' がX線照射領域内にあるか否かは、 E' , F' およびX線照射領域の中心 P' の座標を求めることにより知ることができる。

Fig. 3 に示すように、検出器回転中心 P を原点とし、ソーラスリットの B'_n , C'_n に平行に Z 軸をとり、 C'_n , C_n に平行に y' 軸をとる。ここで R_1 , R_2 の座

$$2r' = \sqrt{\left\{ b^2 - \left(D \frac{\sin 2\eta}{\cos \phi} - Q \frac{\cos(\phi + 2\eta)}{\cos \phi} \right)^2 \right\}}$$

Fig. 3. Schematic illustration of X-ray diffraction perpendicular to the soller slit.

標をそれぞれ (Z_1, y'_1) , (Z_2, y'_2) とすると、 E' , F' および P' の Z 座標は

$$Z_{E'} = \tan \Delta\beta \times (D' - y'_1) + Z_1$$

$$Z_{F'} = \tan \Delta\beta \times (D' - y'_2) + Z_2$$

$$Z_{P'} = 0$$

D' は検出器回転中心 P を通り Zy' 平面に垂直な直線とX線照射領域の中心 P' との距離である。一方、 $-\beta$ 方向への回折X線についても同様 $Z_{E'}$, $Z_{F'}$ を求めることができる。 $Z_{E'}$, $Z_{F'}$ とX線照射領域との相対的位置関係は Fig. 2 と同様である。判別条件と有効領域比を Table II に示す。ここに $K_\beta(2\eta)$ は、全X線照射領域に対する検出器窓を通過しうるすべてのX線を回折する領域の割合を示す。 β 方向の回折強度分布も考慮すると(1)式は次式のようになる。

$$I_{2\eta_0} = \int_{2\eta_0 - \alpha}^{2\eta_0 + \alpha} K(2\eta) \int_{-\beta}^{\beta} F(2\eta_\beta) \cdot K_\beta(2\eta) \cdot d(\beta) \cdot d(2\eta) \quad (2)$$

ここで $\Delta\beta = 0$ のときの回折角度を 2η とすると

Table II Variation of $K_\beta(2\eta)$ by the condition of relative position.

Relative position of $Z_{E'}$, $Z_{F'}$ and irradiated area			$K_\beta(2\eta)$
1	$Z_{F'} + S < 0$		0
2	$Z_{F'} + S \geq 0$ $Z_{E'} + S \leq 0$	$Z_{F'} - S < 0$	$\frac{Z_{F'} + S}{2S}$
3	$Z_{F'} + S \geq 0$ $Z_{E'} + S > 0$	$Z_{F'} - S < 0$	$\frac{Z_{F'} - Z_{E'}}{2S}$
4	$Z_{F'} - S \geq 0$ $Z_{E'} - S < 0$	$Z_{E'} + S > 0$	$\frac{S - Z_{E'}}{2S}$
5	$Z_{E'} - S \geq 0$		0
6	$Z_{F'} - S \geq 0$ $Z_{E'} + S \leq 0$		1

$$2\eta_\beta = \tan^{-1} \sqrt{(\tan 2\eta)^2 + \left(\frac{1}{\cos 2\eta} \tan \Delta\beta \right)^2} \quad (3)$$

回折強度分布曲線を求めるには、(2)式の $2\eta_0$ を変化させていけばよい。実際には $K(2\eta)$ と $K_\beta(2\eta)$ は複雑な変化をするため、(2)式の α を M 個に区分し、 β を L 個に区分し、区分求積の形で計算した。計算は繁雑であるため電子計算機を用いて行なった。

3 計算条件

応力測定装置で得られる通常の回折図形が比較的ガウス分布曲線に近い場合、回折強度分布 $F(2\eta_\beta)$ としてガウス分布曲線を用いて(2)式の計算を行なった。この際、回折ピーク位置として $2\eta = 24.00^\circ$ ($2\theta = 156.00^\circ$) とした。これは $\text{Cr-K}\alpha$ 線による $\text{Fe}\{211\}$ の応力測定を想定して選んだ。また回折線幅は半価幅 6° として計算した。回折線の半価幅 6° は、現在の装置(理学電機製 Strainflex)で測定可能な最大の回折線幅である。このような広い回折線幅をとったのは、回折線の分散が大きいと低角度側と高角度側での回折線強度の差が大きく現われると考えたためである。計算は下記の値を用いて行なった。 $\alpha = 0.35^\circ$, $M = 10$, $N = 19$ (あるいは $\alpha = 0.17^\circ$, $M = 5$, $N = 33$), $\Delta 2\eta$ (α の区分幅) $= 0.035^\circ$, $L = 4$, $\Delta\beta$ (β の区分幅) $= 1^\circ$, $2b \times 2S$ (X線照射面積) $= 2 \times 10\text{mm}^2$,

$$2\eta_0 = 16^\circ, 17^\circ, 18^\circ, 19^\circ, 20^\circ, 21^\circ, 22^\circ, 23^\circ, 23.5^\circ, 24^\circ, 24.5^\circ, 25^\circ, 26^\circ, 27^\circ, 28^\circ, 29^\circ, 30^\circ, 31^\circ, 32^\circ.$$

4 計算結果

4・1 試料設定誤差の影響

ソーラスリットの開き角 $\alpha = 0.35^\circ$ を用い、試料位置の検出器回転中心 P よりずらした場合の回折曲線の強度分布を Fig. 4 ($\psi = 45^\circ$) と Fig. 5 ($\psi = 0^\circ$) に

Parameter D · Offset of the specimen against the center of scanning circle of X-ray detector

Fig. 4. Calculated intensity distribution curve.

Fig. 5. Calculated intensity distribution curve.

Fig. 6. Peak angle plotted against offset D .

示す。いずれの入射角度においても試料位置のずれ D が大きくなると、低角度側での回折線強度が減少し、回折ピーク位置は高角度側へずれる。ずれの程度は、X線入射角度の大きいほど顕著である。ピーク角度を半価幅法により求め、試料位置のずれ D について整理すると Fig. 6 になる。

いずれのX線入射角度においても、 D が ± 4 mm をこえるあたりから、急激に回折ピーク角度が高角度側へずれる。しかし一方、 D が ± 4 mm の範囲では、 $2\theta = 156.08^\circ \sim 2\theta = 156.19^\circ$ の範囲内にあり、それらの平均値は $2\theta = 156.12^\circ$ にある。計算に用いたピーク角度、 $2\theta = 156.00^\circ$ に比べて約 0.12° 高角度側へずれる。

ている。(3)式において $d\beta = 0$ であれば $2\eta_\beta = 2\eta$ となり回折ピークのずれはない。しかし実際には立体的な回折をするため、 2η に固定されたソーラスリットを通過する回折成分 $I_{2\eta_\beta}$ は $I_{2\eta_\beta} \geq I_{2\eta}$ となり、回折ピーク角度 (2θ) は高角度側へずれる。平均値を基準にすると、回折ピーク角度のずれは約 $\pm 0.03^\circ \sim \pm 0.05^\circ$ となる。試料設定位置のずれをさらに細かく変化させるならば、回折ピーク角度にはソーラスリットの開き角度との関係で 4・2 で述べるような周期的な変動が現われるはずである。

4・2 X線管球設定誤差の影響

試料面を検出器回転中心に完全に一致させた状態で、X線照射位置を検出器回転中心 P からずらした場合の回折ピーク角度を半価幅法により求めた。結果をFig. 7 に示す。ソーラスリットの開き角 $\alpha = 0.35^\circ$ の場合、いずれのX線入射角度においても、X線管球設定誤差 Q の変化に伴い、回折ピーク角度は周期的に変動

Parameter Q · Offset of the incidence beam against the center of scanning circle of X-ray detector

Fig. 7. Peak angle plotted against offset Q .

している。たとえば、Fig. 7 の $\alpha = 0.35^\circ$ 、 $\psi = 45^\circ$ の場合周期的変化の一つの山から次の山までの Q の変化 A は 1.3 mm となる。いま、 $2\theta = 156.00^\circ$ にソーラスリットを固定した場合、 n と $n+1$ 番めのスリットの間隔を試料面に投影した長さだけX線照射位置を移動するのに必要な Q の変化 (X線管球設定誤差) は $Q = 0.67 \cos \psi \cdot \sec(\psi + 24.00^\circ)$ mm となり、上記の A の読み取り値とおおむねよく一致する。また、 $\alpha = 0.17^\circ$ のソーラスリットを用いると、 A は $\alpha = 0.35^\circ$ の場合の $1/2$ となる。したがって、これらの周期はソーラスリットの開き角 (間隔) に依存する。一方、 $\alpha = 0.35^\circ$ の場合の回折ピーク角度は、 $\psi = 0^\circ, 15^\circ, 30^\circ$ では $2\theta = 156.05^\circ \sim 2\theta = 156.15^\circ$ 、また、 $\psi = 45^\circ$ では

$2\theta = 156.00^\circ \sim 2\theta = 156.20^\circ$ の範囲にある。それらの平均はおおよそ $2\theta = 156.10^\circ$ となり、前述の試料設定誤差の場合と同様約 0.1° 高角度側へずれる。平均値を基準とすると、回折ピーク角度のずれは、 $\pm 0.03^\circ \sim \pm 0.05^\circ$ に90%以上がはいる。これは前述の試料設定誤差の場合とほぼ同じ結果となる。試料設定誤差とX線管球設定誤差は本質的には同じものであるため、妥当な結果と考える。一方、 $\alpha = 0.17^\circ$ の場合の回折ピーク角度のずれを $\alpha = 0.35^\circ$ の場合と比べてみると、 $\frac{1}{2}$ と小さくなる。したがって、ソーラスリットの開き角（間隔）を小さくすることにより、回折ピーク角度のずれを小さくすることが可能と思われる。

4・3 応力値の誤差

Fig. 6 において D が $-4\text{ mm} \sim +4\text{ mm}$ の範囲、および Fig. 7 において $\alpha = 0.35^\circ$ 、 $Q = 0 \sim +3\text{ mm}$ の範囲の各回折ピーク角度より $\text{Cosec } \theta$ を求め、 $\sin^2 \psi$ に対してプロットし、 $\text{Fe}\{211\}$ の応力測定を仮定して、最小自乗法により応力値を求めて、Fig. 8 の結果を得た。計算に用いた回折ピーク角度は、各X線入射角度とも $2\theta = 156.00^\circ$ であるにもかかわらず、応力値0に対して $\pm 2\text{ kg/mm}^2$ 程度の誤差を示す。この誤差は周期的に変化する性格である。

Fig. 8. Stress determined by $\sin^2 \psi$ method using calculated peak angles against offset D or Q .

5 実験値との比較

計算結果の妥当性を調べるために実験値との比較を行なった。Cr-K α 線による $\text{Fe}\{211\}$ の回折線が約 6° の試料を用意し、試料位置のずれを $-10\text{ mm} \sim +10\text{ mm}$ の範囲で変えた場合、 0° 入射および 45° 入射の回折強度分布曲線を2分間の定時法により求め、半価幅法によりピーク角度を測定した結果を Fig. 9 に示す。Fig. 9 中には比較のため、計算により求めた

Fig. 9. Peak angle plotted against offset D .

0° 入射および 45° 入射の結果を併記した。試料位置のずれが $\pm 4\text{ mm}$ の範囲で実験値と計算値を比べると、 0° 入射で約 0.2° 、 45° 入射で約 0.35° の差があるが、これは計算に用いた回折ピーク角度 156.00° に対して、実験に用いた試料が 156.00° より高角度に回折ピーク角度をもっていたためである。また、実験値において、 0° 入射と 45° 入射でも差があるのは、試料が圧縮の残留応力（約 -7 kg/mm^2 ）をもっていたため、回折ピーク角度が ψ により変わるからである。これらを考慮に入ると計算値と実験値とはよく一致していると言えよう。

6 総括

試料およびX線管球設定誤差があるX線光学系によって得られる回折強度分布の変化を近似計算により求め、これらの誤差がX線測定精度に及ぼす影響を調査した。その結果次のことが明らかになった。

(1) 試料設定誤差が $\pm 4\text{ mm}$ の範囲内では回折ピーク角度のずれは、開き角 $\alpha = 0.35^\circ$ のソーラスリットを用いた場合、 $\pm 0.03^\circ \sim \pm 0.05^\circ$ となった。試料設定誤差が $\pm 4\text{ mm}$ をこえると回折ピーク角度は高角度側へ急激にずれる。このずれの程度はX線入射角度 ψ が大きいほど顕著である。この計算結果は実験結果とよく一致した。また、 $\pm 4\text{ mm}$ の範囲での回折ピーク角度はソーラスリットの開き角に依存し周期的に変動すると思われる。

(2) X線管球設定誤差による回折ピーク角度のずれは、 $\alpha = 0.35^\circ$ のソーラスリットを用いた場合、 $\pm 0.03^\circ \sim \pm 0.05^\circ$ (45° 入射の場合は $\pm 0.1^\circ$) である。このずれは周期的に変化する。 $\alpha = 0.17^\circ$ のソーラスリットを用いると、回折ピーク角度のずれの周期、および大きさはいずれも $\alpha = 0.35^\circ$ の場合の $\frac{1}{2}$ となる。したがって、ソーラスリットの開き角を小さくすることにより、回折ピーク角度のずれを小さくすることが

可能と思われる。

(3) 試料設定誤差を $-4\text{ mm} \sim +4\text{ mm}$ の範囲で、また、X線管球設定誤差を $0 \sim +3\text{ mm}$ の範囲で変化させ、 0° , 15° , 30° , および 45° 入射における回折ピーク角度を求め、 $\text{Sin}^2\psi$ 法により最小自乗法で整理した場合、 $\text{Fe}\{211\}$ の応力測定誤差は $\pm 2\text{ kg/mm}^2$ 程度になった。現在の試料およびX線管球設定方法では、これらの誤差を取り除くほど正確な光学系調整はできない。しかし、逆にこの程度の測定誤差を見込めば、

X線管球設定誤差として最大 $\pm 3\text{ mm}$, 試料設定誤差として $\pm 4\text{ mm}$ 程度が許容される。

終わりに本実験の遂行に際し、終始ご協力、ご助言をいただいた豊田中央研究所主任研究員森本、上垣外両博士に深謝する次第である。

(昭和43年7月19日 第7回X線材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 種村 孝, 中島恭郎, 材料試験, **11**, 631 (1962).