新形 X 線応力測定装置とそれによる測定結果について*

並 川 宏 彦** 青 山 威 恒** 知 久 健 夫**

A New Type X-Ray Diffraction Apparatus for Stress Measurement and Its Performance Test Results

by

Hirohiko NAMIKAWA, Shigetsune AOYAMA and Takewo CHIKU
(Toyota Central Research & Development Laboratories, Inc., Nagoya)

A new type X-ray diffraction apparatus has been developed to make measurement of stress in machine parts and their structure with ease. It is especially devised to make it practicable to make measurement of samples which show broad or spotty diffraction rings.

The distance of X-rays from the source to the sample surface to the detector of the stress measurement goniometer is shortened as much as possible. A full wave rectification system with smoothing condenser is used as X-ray generator, so that the intensity of diffracted X-rays may be increased from four to five times as much as the old type apparatus. The scanning range of the detector is broadened to $140^{\circ}\sim 170^{\circ}$ in diffraction angle 2θ . The counting range, time constant, scanning speed of detector and speed of chart feed can be chosen widely according to the intensity and broadening of diffraction lines.

Consequently, the data of broad diffraction lines can be processed easily, and the accuracy of the measurement is improved. The scanning speed of the detector for the measurement of diffraction lines with high X-ray intensity becomes four times as fast as the old type apparatus.

The local stress of the sample with coarse grains can be measured without oscillating the sample, because incidental X-rays can be oscillated around the irradiated point. Without removing the sample, the stress can be measured also by θ - 2θ method.

The apparatus is applicable to automatic measurement or automatic digital data processing.

(Received Aug. 20, 1969)

1 ま え が き

従来、われわれが用いてきた X 線応力測定装置では、回折線が比較的シャープになる材料の応力測定は容易であるが、回折線がブロードになる材料、あるいは回折環がはん点状になる材料の応力測定は著しく困難であった。

機械部品を構成する材料には、応力測定が困難なものも多い。われわれは種々の工夫を試み、測定可能な材料の範囲を広げるように努力したが、従来の装置では非効率のうえ、十分な精度が得られないことも多かった。

しかし、近年わが国の X 線回折装置は年々改良され、その技術は相当高い水準に達している。われわれは X 線回折装置の技術を応力測定装置に導入し、さらに、

使用者としての経験を生かして応力測定に便利な装置を作りたいと考えた。

X 線発生装置、自動計数記録装置および応力測定用ゴニオメータのうち、前二者は一般の X 線回折装置の標準仕様品に、特別仕様を一部追加することにより目的を達することができた。また、応力測定用ゴニオメータは、従来の経験から目的に対し有効と思われる構造、機構を仕様として提示し、新しい装置としてメーカーに試作していただいた。

以下には、計画の目標、仕様の概要（特に考慮した点）を述べ、今まで測定が困難であった試料の測定結果などについて報告する。

2 計 画 の 目 標

(1) 測定が可能となる材料（状態）の範囲を拡大する。（回折環がブロードまたははん点状となる材料に対する対策）。

* 原稿受理 昭和44年 8 月20日

** 正 会 員 （株）豊田中央研究所 名古屋市昭和区久方

- (2) 測定精度を向上する。
- (3) 測定能率を向上する。(測定およびデータ処理の自動化の方向)。
- (4) はん用性を増し、使い勝手をよくする。

3 仕様の概要(特に考慮した点)

3・1 X線発生装置

- (1) 管電圧・管電流の安定度を0.1%以内とする。
- (2) 再現性をよくするため、X線管印加電圧・電流の設定をプリセット方式で行なう。
- (3) 全波整流コンデンサ平滑方式とする。
- (4) Mo 管球を使用しうるように、容量は定格 60 kV 60 mA とする。
- (5) フイルメント特性が異なる A-15 形回折用X線管球と A-30 形応力測定用X線管球のいずれにも使用できるようにする。

3・2 自動計数記録装置

- (1) 試料状態或使用X線に応じて GMC, SC, PC を切換え使用できるようにする。
- (2) 計数範囲を $(10^2, 10^3, 10^4, 10^5) \times (1, 2, 4, 8) \times (1, 1.5)$ cps/full scale とする。
- (3) 時定数は 0.5, 1, 2, 4, 8, 16 sec のほか 32, 64, 128 sec を追加する。
- (4) 検出器走査速度との関係で、記録紙送り速度を 1.25, 2.5, 5, 10, 20 および 40 mm/min とする。また、記録紙幅は 250 mm とする。
- (5) 角度マークは回折強度曲線上に記入する形式と、記録紙片側に記入する形式とを切換え使用しうるようにする。
- (6) 検出器のステップ送りに伴い、レコーダに記録するほか、回折X線積分強度信号を計算機用テープにせん孔しうようにする。(テープにせん孔したデータから計算機により、応力値、積分幅などを自動的に算出し、また、必要に応じてプロファイル解折なども行なうシステムとなる)。

3・3 応力測定用ゴニオメータ (Fig. 1)

- (1) 大きな構造物の局部測定、さらに、試験機により荷重を加えた状態で、測定ができる構造とする。また、軽構造の架台車にのせた可搬形とする。
- (2) 平行ビームX線回折を採用し、X線管球焦点—試料間距離を可能なかぎり短かくする (100 mm)。また、検出器をできるだけ試料に近づける。
- (3) 検出器の移動軌跡の中心を試料面測定位置とする。
- (4) セットした試料上のX線照射位置を中心に、X線管球と検出器を一定速度で回転あるいは揺動しうる構造にする。(あらい結晶試料を測定する場合、ある角度範囲で反転揺動させることにより、試料静止のまま回折に寄与する結晶の数を増すことができる。揺動

Fig. 1. New type X-ray diffraction apparatus for stress measurement.

角度は連続可変である。また、X線管球と検出器の系の回転に対し、逆方向へ2倍の速度で検出器を走査すれば、同一回折面法線をもつ結晶の回折線プロファイルをうることもできる。(Fig. 4)

(5) A-30 形X線管球専用とし、検出器の走査角度範囲を 2θ で $140^\circ \sim 170^\circ$ と広くする。

(6) 検出器走査速度範囲を $\frac{1}{4}^\circ, \frac{1}{2}^\circ, 1^\circ, 2^\circ, 4^\circ$ 毎分の5段階とする。

(7) 検出器のステップ送り機構を内蔵し、自動送りを可能にする。(0.02°, 0.05°, 0.10°, 0.20°, 0.5° および 1.0° ステップ)。

(8) 市販フィルム寸法を考慮した矩形フィルム・カセットを入射スリットと取り替えることにより、応力測定位置の回折線の様子が測定できるようにする。

(9) その他、安全性と使い勝手から、つぎのような形にまとめた。(a)回折角 2θ が操作位置から容易に読める (Fig. 2)。(b)X線窓シャッターの操作は安全な位置からレバーにより容易に行なえる (Fig. 3)。(c)X線管球に高圧電流が通っているときには、X線窓の開閉によってゴニオメータ上に安全ランプが点滅する。

Fig. 2. Back view of X-ray goniometer head.

Fig. 3. Front view of X-ray goniometer head.

Fig. 4. Angle setting part of X-ray goniometer head oscillation mechanism.

4 性能試験結果

4・1 新旧装置のX線強度および検出強度の比較

4・1・1 総合的X線検出強度 新形X線応力測定装置と従来の装置（昭和38年設置）との総合的なX線検出強度を比較する。検討に用いる試料には、ブロードな回折線を示すものとして、SCM5 焼入材（SCM5-B と印す）（ $H_V=745$ ）を、また、適度にシャープな回折線を示すものとして SUP6 焼入焼もどし材（ $H_V=394$ ）を用意した。測定条件は Table I のよ

うで、新旧装置いずれに対しても数値的には同一である。X線管球は Cr, Co とともに新装置では A-30 形で、旧装置では A-15 形である。また、GM 計数管はいずれも同じアルゴン+ハロゲン封入管を用いた。試料面へX線を垂直入射した場合の測定結果を Table II に示す。表中 I_P はピーク強度を示す。また、1 例として SCM5-B を $\text{CrK}\alpha$ で測定した場合の回折強度曲線を Fig. 5 に示す。

Fig. 5. Diffraction line profiles in Cr-Mo steel (SCM5-B) ($\text{CrK}\alpha$ radiation 25 kV 8 mA).

Cr, Co とともに、いずれの試料においても、新装置は旧装置に比較してピーク強度が4～5倍になっている。Fig.5にみられるように、旧装置ではピーク位置の決定

Table I. Conditions applied to compare total X-ray intensity in new and old type apparatus.

Samples	X-ray	Filter	Tube voltage	Tube current	Time constant	Slit	G. M. C. high voltage
SCM5-B	Cr	V	25 kV	8 mA	16 sec	0.35° 2×4 mm ²	1 250 V
SUP 6				2 mA			
Both samples	Co	Fe	25 kV	4 mA	16 sec	0.35° 2×4 mm ²	1 250 V

Table II. The total intensity of diffraction X-ray by new and old type apparatus.

X-ray	Samples	New type apparatus		Old type apparatus		$\frac{I_{PN}}{I_{PO}}$
		Peak intensity I_{PN} (cps)	S/N ratio	Peak intensity I_{PO} (cps)	S/N ratio	
Cr	SCM 5-B	608	9.5	157	3.6	3.6
	SUP 6	375	35.9	92	8.2	4.1
Co	SCM 5-B	768	0.11	140	0.10	5.5
	SUP 6	965	0.45	200	0.45	4.8

が困難であった試料も新装置ではかなり容易になった。

また、 S/N 比は旧装置と変わらぬあるいは大きくなっている。測定したX線強度はバックグラウンド (Noise) と回折線強度 (Signal) の和として示されるので、ピーク位置の標準偏差を σ_P 、バックグラウンドの標準偏差を σ_B とすれば、回折線強度の標準偏差 σ は

$$\sigma = \sqrt{\sigma_P^2 + \sigma_B^2}$$

となる。

今、時定数 t_{sec} の積分回路で測定し、ピーク強度を $I_P(\text{cps})$ 、ピーク位置のバックグラウンド強度を $I_B(\text{cps})$ とすると、

$$\sigma_P = \sqrt{\frac{I_P}{2t}}, \quad \sigma_B = \sqrt{\frac{I_B}{2t}}$$

であるから、 $\sigma = \sqrt{\frac{I_P + I_B}{2t}}$

となる。 S/N 比は $(I_P - I_B)/I_B$ であるので、これを α とすると $I_P/I_B = \alpha + 1$ 。

ピーク位置の回折線強度の相対的な標準偏差は

$$\frac{\sigma}{I_P - I_B} = \sqrt{\frac{(\alpha + 1)(\alpha + 2)}{2tI_P\alpha^2}}$$

で、 S/N 比が変わらなければ、すなわち $\alpha = \text{一定}$ なら I_P が大きいほど小さく、また、 I_P および S/N 比がともに大きくなるときも小さくなり、測定精度は上がる。

4・1・2 高圧電源の整流方式の相異による効果

高圧電源の整流方式 (新装置は全波整流コンデンサ平滑、旧装置は全波整流) が強度に及ぼす効果を、旧自動計数記録装置と旧応力測定用ゴニオメータ (X線管球 A-15 形、GM 計数管アルゴン+アルコール封入管) を用いて求めた。検用試料としては先に述べた SCM 5-B、SUP 6 と SCM 5 焼ならし材 (SCM 5-A と印す) ($H_V = 225$) を用いた。測定条件および測定結果を Table III および VI に示す。

ピーク強度は回折線の広さに関係なく、コンデンサ平滑により $\text{CrK}\alpha$ で

Table III. Conditions applied to compare effect of rectification system.

Samples	X-ray	Filter	Tube voltage	Tube current	GMC high voltage
SCM 5-A	Cr	V	25 kV	2 mA	1300 V
	Co	Fe		8 mA	
SCM 5-B SUP 6	Cr	V	25 kV	8 mA	1300 V
	Co	Fe			

は約 1.5 倍、 $\text{CoK}\alpha$ では約 2.1 倍となった。

4・2 入射X線の揺動効果

4・2・1 あらゐり結晶をもつ試料の測定における実
際効果 用いた材料は八幡製鉄製 $\alpha\text{-Fe}$ 板で、第3分科会共同研究用として配布された目標結晶粒径 (a) 15μ , (b) 30μ , (c) 50μ , (d) 100μ の試料である。それぞれの試料の $\text{CrK}\alpha$ 回折環を Fig. 6 に示す。撮影には 1.0ϕ ダブルピンホール・スリットを用いた。

入射X線を静止および揺動させた状態で、これらの試料の応力測定を $\sin^2\psi$ 法で行ない、回折強度曲線のゆがみぐあいを半価幅および $\sin^2\psi$ 線図におけるピーク位置のばらつきの面から調査した。測定は $\text{CrK}\alpha$ により照射面積 $2 \times 4 \text{ mm}^2$ 、時定数 16 sec、スリット開き角 0.35° 、検出器走査速度 $1^\circ/\text{min}$ 、揺動時のX線入射角移動速度 $2.8^\circ/\text{sec}$ の条件で行なった。

入射X線を静止および揺動させた状態における回折強度曲線の変化の例を Fig. 7 に示す。また、検出器を $2\theta = 156^\circ$ に固定し、受光側スリットの前にフィルム・カセットを取りつけて (フィルム—試料間約 132 mm)、揺動による回折環の変化の様子を調べた。露

Fig. 6. Diffraction patterns of iron sample with various grain size. (Diameter of average grain : (a) 15μ (b) 30μ (c) 50μ and (d) 100μ : $\text{CrK}\alpha$ radiation, 1.0ϕ double pin hole slit)

Table IV. Effect of rectification system to intensity.

X-ray	Samples	Full wave with smoothing condenser		Full wave rectification		$\frac{I_{pf}}{I_{ps}}$
		Peak intensity I_{pf} (cps)	S/N ratio	Peak intensity I_{ps} (cps)	S/N ratio	
Cr	SCM 5-A	296	13.8	200	15.7	1.5
	SCM 5-B	228	2.4	150	2.3	1.5
	SUP 6	528	8.0	320	7.4	1.7
Co	SCM 5-A	407	1.0	194	1.2	2.1
	SUP 6	300	0.5	139	0.5	2.2

(a) When the sample with 30μ grain diameter is fixed
 (b) When the sample with 30μ grain diameter is oscillated ± 11 degree
 (c) When the sample with 100μ grain diameter is fixed
 (d) When the sample with 100μ grain diameter is oscillated ± 6 degree

Fig. 7. Change of diffraction line profiles of the sample with coarse grain by incident X-ray oscillation.

d : Diameter of average grain of sample
 α : Incident X-ray oscillation angle

Fig. 8. Change of diffraction patterns by incident X-ray oscillation.

光時間は3分である。その結果をFig. 8に示す。入射X線静止の場合にはスリットの影のために、回折はん点はすべて細長くなって並んでいる。入射X線およびフィルムを同時に揺動させると、はん点は環状になられる。しかし、揺動角が小さい範囲においては、結晶粒が大きくなるにつれて回折環の黒化度は一様でなく、また、ところどころ環がとぎれたものになってい

る。検出器はこの環の半径方向に走査されるので、スリットを通して検出される場所により回折強度曲線の形に違いが生じることになる。しかし、結晶粒の大きさに応じて揺動角を大きくすると、一様化が進んでくる。

応力測定および半価幅測定の結果を Fig. 9 および Table V に示す。応力値は最小二乗法により4点を通る直線のこう配を求め、算出した。

試料A (15μ) の応力測定では、入射X線静止と $\pm 2^\circ$ 揺動でほとんど変化は認められず、応力値も 1 kg/mm^2 以下の差である。しかし、試料B (30μ) では入射X線静止で測定すると回折強度曲線はあらい結晶からの回折はん点の影響を受けてかなりゆがんでおり、(Fig. 7(a)), $\sin^2\psi$ 線図にばらつきを生じ、応力値の算出がかなり困難である。ところがこの試料も $\pm 3^\circ$ 入射X線を揺動すると回折強度曲線のゆがみはめだたなくなり、 $\sin^2\psi$ 線図における半価幅およびピーク位置のばらつきは読み取り誤差程度に減少する。揺動角度をさらに増してより多くの結晶からの回折をとり、平均化の操作を行なっても、応力値には 1 kg/mm^2 以内の変化しか生じなかった。試料C (50μ) についてもほぼ同じようなことがいえる。試料D (100μ) の場合には $\pm 6^\circ$ あるいはそれ以上の揺動によりばらつきが小さくなることが認められた。

揺動角度を大きくすると回折に寄与する結晶が増え、各結晶粒が回折に寄与する時間が短くなって(検出器走査速度およびX線入射角移動速度一定である)、強い回折強度を示す結晶粒の効果が減少する。そし

て、ならされた回折強度曲線は微細結晶試料から得られる状態へ近づき、ゆがみがなくなる。しかし、一方、揺動角度があまり大きくなると揺動中の高角度側と低角度側の強度差の効果が現われ、回折強度曲線に揺動周期に応じた波が重畳する。このような場合、許されるだけ揺動角度を小さくするかあるいは時定数を大きくしなければならない。

4・2・2 入射X線揺動のピーク位置への影響

シャープな回折線を示す SUP 6 焼入焼もどし材を試料として、入射X線を静止させたときと揺動させた場合を比較し、揺動が回折強度曲線の形、ピーク位置および応力値に及ぼす影響を調べた。

回折強度曲線の形は変わらず、ピーク位置および応力値は Table VI に示すように測定誤差範囲内でよく一致した。

Fig. 9. Change of peak position and half-value breadth in $\text{Sin}^2\psi$ diagram by incident X-ray oscillation.

Table V. Change of stress by incident X-ray oscillation (kg/mm^2).

α d	0	$\pm 2^\circ$	$\pm 3^\circ$	$\pm 6^\circ$	$\pm 11^\circ$
15 μ	7.1	7.7	—	—	—
30 μ	9.1	—	7.9	7.8	7.2
50 μ	?	—	3.2	3.5	3.8
100 μ	?	—	6.0	4.7	4.3

d : Diameter of average grain of sample
 α : Incident X-ray oscillation angle

Table VI. Effect of incident X-ray oscillation to peak position and stress value.

X-ray	Oscillation angle	2θ in $\phi_0=0$	Stress (kg/mm^2)
Cr	0	155.556	67.9
	$\pm 6^\circ$	155.560	68.0
Co	0	160.380	89.2
	$\pm 6^\circ$	160.380	87.6

4.3 検出器走査速度の効果

従来の装置による応力測定には通常検出器走査速度 $1^\circ/\text{min}$ 、時定数 16 sec の条件が用いられている。われわれも特にブロードな回折線を測定する場合を除いて、今まではこの条件で測定していた。

さて、時定数 t sec の積分回路で、平均毎秒 $\bar{I}$ カウントのパルスを測定し、平衡状態に達したとき、その指示値の標準偏差は

$$\sigma = \sqrt{\frac{\bar{I}}{2t}}$$

で与えられ、指示値に対する相対的な標準偏差は

$$\frac{\sigma}{\bar{I}} = \frac{1}{\sqrt{2t\bar{I}}}$$

となる。

したがって、回折強度が弱い回折線の測定には時定数を大きくし、検出器走査速度を遅く選ぶことによって統計変動を小さくしなければならない。一方、回折強度が強い回折線の測定においては、時定数を小さくしてもあまり統計変動が大きくなり回折強度曲線

Fig. 10. Effect of scanning-speed of detector and time constant to peak position and stress measured by X-ray.

を得ることができ、その結果、時定数とのかねあいで検出器走査速度を速くすることができる。

新装置では、検出器走査速度および時定数の選択範囲を大きくした。そこで、検出器走査速度および時定数の応力測定値へ与える効果を調べた (Fig. 10)。

試料はSUP 6焼入焼もどし材を用いた。さきにも述べたように、検出器走査速度 1°/min, 時定数 16 sec を基準として比例的に 2°/min, 8 sec; 4°/min, 4 sec とした場合、 $\text{Sin}^2\psi$ 線図はいずれもほぼ重なり、応力値は約 2 kg/mm² の差内にある。検出器走査速度を 1/2°/min と遅くし、時定数を 16 sec とすると、半価幅法で決定したピーク位置はずれるが、 $\text{Sin}^2\psi$ 線図の傾きは変わらず、応力値はさきの値内にある。

このような結果から、新装置では強度が強い回折線の測定には 4°/min の検出器走査速度を用いることができ、測定に要する時間を今までの 1/4 にすることができる。

5 ま と め

5・1 新装置の特徴

新装置の特徴はつぎのようである。

(1) 回折用 X 線発生装置を用いたが、A-30 用加熱トランスを組み込んで応力測定用ゴニオメータに A-30 形管球を用いるようにした。電源は A-15 形管球にもつなぎうるので、キャビネット上面のワーク・テーブル上での種々の X 線測定ができる。

(2) 回折線の強度と広がり程度に応じて、計数率範囲、時定数、検出器走査速度、記録紙送り速度の条件を広く選ぶことができるので、データ処理が容易で、誤差がはりにくい回折強度曲線が得やすい。

(3) 全波整流コンデンサ平滑方式の X 線発生装置を

用い、応力測定用ゴニオメータの X 線源—試料—検出器の距離を短かくしたので、総合的に X 線検出強度が向上した。また、検出器走査角度範囲を広げたので、ブロードな回折線も十分にバックグランド・ラインが測定できる。

(4) 大きな試料の測定あるいは負荷中の測定も可能である。入射 X 線の揺動または回転を可能にしたので、試料を揺動させることなくあらひ結晶をもつ試料の局部的な応力測定が可能になった。また、若干の工夫により、試料固定で同一回折面法線をもつ結晶の回折プロファイルも測定できる。

(5) 検出器の自動ステップ送りおよび回折 X 線積分強度信号のテープせん孔記録を考慮したので、測定およびデータ処理の自動化を計画しやすい。

5・2 性能試験結果

性能試験の結果、つぎのことが明らかになった。

(1) 新形 X 線応力測定装置は従来の装置に比べてピーク X 線強度が 4~5 倍となった。このうち、高圧電源を全波コンデンサ平滑整流とした効果は 1.5~2 倍である。また、 S/N 比は旧装置のままかあるいは大きくなっている。その結果、旧装置ではピーク位置の決定が困難であった試料も新装置ではかなり容易になった。また、ピーク強度が高くなっただけあるいはそれに加えて S/N 比が大きくなっただけ測定された X 線強度に対する相対的な標準偏差は小さくなり、測定精度が上がる。

(2) 入射 X 線揺動法により、結晶粒径 50 μ 程度の試料まで、試料固定のままでも容易に応力測定が行なえる。

(3) 回折強度が強い回折線の測定は従来の装置に比べて 4 倍の速さで測定できる。

6 あと が き

本装置を計画するにあたり、特にあらひ結晶粒試料の測定方法については、岡山大学教授本田和男博士より懇切なご助言をいただいた。また、本装置の製作、特に応力測定用ゴニオメータの製作にあたって、理学電機 KK にはわれわれの仕様による設計製作を進んで担当していただき、製作中のこまごまとした注文にも心よく応じていただいた。さらに、本装置の仕様のとりまとめならびに装置設置後の性能試験の段階では豊田中央研究所の多くの方々にご助言ご協力をいただいた。記して厚くお礼申し上げる次第である。

(昭和44年7月18日 第8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) 仁田勇監修, “X線結晶学” 下, p 148 (1961) 丸善