X 線の弾性定数の回折面依存性について*

池 内 保 一** 藤 原 晴 夫***

On the Diffraction Plane Dependency of X-Ray Elastic Constants

by

Yasukazu IKEUCHI

(Niihama Technical College, Niihama)

and Haruo FUJIWARA

(Faculty of Engineering, Tokushima University, Tokushima)

In making X-ray measurements of materials under known uniaxial elastic stress, we can determine the X-ray elastic constants S_1 and $S_2/2$ experimentally. Of the same material, however, the measured values of the X-ray elastic constants usually vary with the wavelength of the radiation used, or the Miller indices of the measured lattice planes. Here, we call this the diffraction plane dependency of X-ray elastic constants.

The diffraction plane dependency of X-ray elastic constants has hitherto been discussed by many investigators analytically and experimentally. Many of them have used the different characteristic radiation in order to catch the diffraction line on the different lattice plane. But it is more reasonable to use the same characteristic radiation in the study of the diffraction plane dependency.

In this paper, the strain determination of different lattice planes was made by means of specially constructed device attached to the X-ray diffractometer which made it possible to use the $\sin^2\psi$ method not only at a high diffraction angle, but also at a very low diffraction angle, and so made it possible to use the same characteristic radiation for the study of the diffraction plane dependency of X-ray elastic constants.

In these experiments, which were carried out under uniaxial tension at various elastic stress levels, the 0.2% low-carbon steel specimens were used. The mechanism of the stress measurements is indicated in Fig. 2. The characteristic radiations and diffraction planes used are as follows; Cr $K\alpha$ radiation-(110) (200) (211), Fe $K\alpha$ radiation-(110) (200) (211) (220), Co $K\alpha$ radiation-(200) (211) (220) (310).

The experiments show that the measured X-ray elastic constants S_1 and $S_2/2$ have no relation to the wavelength of the radiation used, but depend upon the measured (hkl) lattice plane notably; that is, the absolute values of S_1 and $S_2/2$ on (110) and (211) lattice planes are the same and are lower than that on a (310) lattice plane. The absolute value of S_1 and $S_2/2$ on a (200) lattice plane is the largest, and the X-ray elastic constants have linear relation to the orientation function.

(Received Aug. 18, 1969)

1 緒 言

X線による応力測定法はその非破壊性ならびに学問的有用性から広く活用され、最近の進歩は著しい。しかし、その反面問題点も原理、応用面にわたり多数論じられている。

等方性を仮定したX線応力測定の基礎式は単軸引張応力 σ を負荷した場合次式で示される。

$$\varepsilon_\phi = \frac{1+\nu}{E} \sigma \sin^2\psi - \frac{\nu}{E} \sigma \equiv \frac{1}{2} S_2 \sigma \sin^2\psi + S_1 \sigma$$

ここに ϕ は試料面法線と回折面法線とのなす角である。X線を用いて応力を測定する場合、実際に求められるのは回折面法線方向の格子ひずみ ε_ϕ である。測定された ε_ϕ は機械的弾性定数を用いてX線の応力値に換算される。また逆に、加えた機械的応力 σ_M と格子ひずみからX線の弾性定数が導かれる。

$$\frac{S_2}{2} = \frac{1+\nu}{E} = \frac{\partial}{\partial \sigma_M} \left(\frac{\partial \varepsilon_\phi}{\partial \sin^2\psi} \right), \quad S_1 = -\frac{\nu}{E} = \frac{\partial \varepsilon_{\phi=0}}{\partial \sigma_M}$$

すなわち縦軸に $\partial \varepsilon_\phi / \partial \sin^2\psi$ 、あるいは $\varepsilon_{\phi=0}$ をとり横軸に σ_M をとれば、その直線部分のこう配からX線の弾性定数 $S_2/2$ 、 S_1 が求められる。ところが、このようにして得られたX線の応力あるいはX線の弾性定数

* 原稿受理 昭和44年8月18日

** 正 会 員 新居浜工業高等専門学校 新居浜市庄内町

*** 正 会 員 徳島大学工学部 徳島市南常三島町

は用いたX線の波長や回折面の種類により必ずしも一致しない。このことはX線応力測定法さらにはX線材料強度に関する基本的問題であり、回折面依存性の問題として理論的、実験的に種々検討されている。またその原因としては格子ひずみ、従って弾性定数の異方性、X線の侵入深さ、集合組織など種々の原因が考えられている。しかし、まだ未解決の問題が多く、実験的にもさらに詳細に検討しておく必要があるものと思われる。

一方、この種の研究においては多くの場合、異なる格子面からの回折線を得るために異なる特性X線を使用しているが、それ自体すでに問題を含んでいる。したがって、異なる回折面から格子ひずみを測定する場合には、同じ波長のX線を使用しなければ正確な結果が得られないものと思われる。しかし、そのためには高角度から低角度にわたる広角度範囲での応力測定が必要であり、そのような測定は普通の応力測定装置では不可能である。そこで筆者らは筆者の一人およびその共同研究者らの開発した低回折角用応力測定装置⁸⁾⁹⁾を改良して回折面依存性の研究に同じ波長のX線を使用することを試みた。同様の試みは従来のX線回折装置を用いて、 $\psi=0$ の場合、すなわち試料面に平行な格子面のひずみを測定することによっても可能であり、すでに細川らが行なっている。しかし、応力測定には精度ならびに再現性の良い $\sin^2\psi$ 法を採用するのが適当と考えられる。

回折面依存性の研究といっても、多結晶体の変形を考える場合、問題を弾性域と塑性域に分けて考える必要がある。本報では0.2%炭素鋼に弾性域の機械的引張応力を加えた場合の回折面依存性について実験的にとらえた結果について述べる。

2 実験方法

実験に用いた材料はC:0.21%, Si:0.10%, Mn:0.94%, P:0.24%, S:0.028%の化学成分をもつ低炭素鋼板であり、降伏点31.9kg/mm²、引張強度48.7kg/mm²である。試験片はFig. 1に示す形状を有し、機械加工後06番の紙やすりまで仕上げ、その後真空中で、650°C 2時間の焼なましを行なったもので、平均結晶粒径約10 μ のものである。

使用した低回折角用応力測定装置はSchulz¹¹⁾によって確立された反射法を応用したもので、その機構図を

Fig. 1. Specimen dimensions.

Fig. 2. Reflection method for the stress measurement.

Fig. 2に示す。従来使用されているディフラクトメータによる応力測定装置では、試料面法線と回折面法線とのなす角 ψ と回折角 θ が同一面内にある。これに対し、本測定機構では ψ および θ を含む面は図に示すように直交していること、またそれゆえに集中法を採用しても従来の装置のように ψ の変化による焦点円の移動が起こらないことが特長である。なお測定される応力の方向は図中矢印で示す方向となる。

製作した装置は容量2 tonの引張装置を備えており、島津自記X線回折装置に直接設置できるもので、 2θ 約25°までの低角回折線に $\sin^2\psi$ 法の適用が可能である。Fig. 3は装置の外観を示すものである。¹²⁾

実験には $\theta-2\theta$ 法による集中ビーム法を採用し、X線源には点焦点を用いた。ディフラクトメータ円の半径は200 mmとし、水平スリットによるX線の垂直方向の発散角は約0.57°で試料表面でのX線照射面は $\psi=0$ の場合、垂直方向に2 mm、水平方向に16 mmの長方形状である。

使用した特性X線はCrK α 線、FeK α 線、CoK α 線で、管電圧35 kVp、管電流9 mAの条件で使用した。K β 線を除去するためのフィルターには、それぞれ厚さ約0.02 mmのV、Mn、Fe箔を用いた。また応力測定に用いた回折面はCrK α 線に対し(110)(200)(211)、FeK α 線に対し(110)(200)(211)(220)、CoK α 線に対し(200)(211)(220)(310)である。回折線ピーク位置は200秒間の定時計数による角度間隔1/10度の放物線5点近似法にて決定し、各 ψ における格子面間隔 d_ψ を算出し、 $d_\psi-\sin^2\psi$ 線図にて整理した。

本実験のように、焼なまし材料を用いた場合、ある角度以上に生じる回折線はK α_1 とK α_2 とに分離される。一方、本装置でFig. 2のように ψ を変化させるとA. J. C. Wilson¹³⁾の示すように回折線に広がりが生じる。¹⁴⁾したがってある角度に生じる回折線(本実験

*1 なお、図中Sの部分に適当な幅の水平スリットを差し込むようになっており、本実験には幅1.0 mmのものを使用した。

*2 ψ の増大による回折線の広がり回折線ピーク位置決定にはほとんど影響を与えない。⁸⁾⁹⁾¹³⁾

の場合, 2θ が $90^\circ \sim 110^\circ$ 近くの回折線) においては $\psi=0$ の場合 $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ が分離されていても ψ の増大につれて重なりが生じ, 分離の程度が悪くなり回折線ピーク位置決定に悪影響を及ぼす。したがって, そのような回折線においては $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ とを分離する必要がある。しかし, ここではピーク位置の相対的变化を知ればよいので, 受入れスリットの幅を広げることにより^{*3} $K\alpha$ 線による回折線として測定を行なった。なお高角度に生じる分離の良い回折線においては $K\alpha_1$ による回折線を使用した。

各回折面から X 線の弾性定数を得るために Fig. 3 に示した装置を用いて, 試験片に弾性域内の引張荷重を加え, 各応力段階で測定を行なった。試験片に加わる荷重は試験片表面にはった箔ひずみゲージにより検出し, あらかじめ求めた荷重-ひずみ計指示値線図から得られるようにした。

Fig. 3. Stress measurement attachment mounted on the X-ray diffractometer which permits the measurements on a plane specimen under uniaxial tension at various stress levels.

3 実験結果および考察

最初に $\text{CrK}\alpha$ 線による測定結果を示す。Fig. 4(a) は無応力状態における $\sin^2\psi$ 線図を示し, (b) は加えた最大応力 15 kg/mm^2 のときの $\sin^2\psi$ 線図を示す。実験は (110), (200), (211) 面について行ない, 回折角 2θ はそれぞれ, 68.8° , 106.0° , 156.1° である。従来使用されている (211) 面のような 2θ の大きい回折線の場合には $\sin^2\psi$ 線図の直線性は図のように非常によいものである。また, Bragg の関係式を微分した式からも推察されるように (200), (110) と 2θ が小さくなっていくに従い, $\sin^2\psi$ 線図のパラツキは大きくなっているが, 応力測定には充分利用できる程度の

Fig. 4. $\sin^2\psi$ diagram under $\text{CrK}\alpha$ radiation.

Fig. 5. Relation between $\partial\epsilon_p/\partial \sin^2\psi$ measured by $\text{CrK}\alpha$ radiation and mechanically applied stress σ_M .

ものである。

各応力段階における $\sin^2\psi$ 線図から各回折面における $\partial\epsilon_p/\partial \sin^2\psi$ の値を最小二乗法にて求め, 加えた機械的応力 σ_M について整理すると Fig. 5 のようになる。測定結果はよい直線性を示しており, (110), (211) の各面から得られる値はほとんど同一であり, (200) 面から得られる値は非常に大きいことがわかる。なお X 線の弾性定数 $S_2/2$ はこの直線のこう配から求められる。

Fig. 6 は $\psi=0$ のときの格子ひずみと加えた機械的応力 σ_M との関係を示すものである。Fig. 5 の結果と同じく (110), (211) 面から得られる値はほとんど同一であり, (200) 面から得られる値は非常に大きいことがわかる。なお X 線の弾性定数 S_1 はこの直線の傾きから求められる。

以上の実験ののち, 試験片に残留応力の存在しない

*3 高角度および低角度においては 0.1 mm あるいは 0.2 mm 幅の受入れスリットを使用した, この場合は 2.0 mm 幅とした。すなわち幅の広い 2.0 mm の受入れスリットを使用すると, 回折線図形は広がりを生じて $\psi=0$ の場合においてさえも分離しなくなる。したがって 0.1 mm あるいは 0.2 mm 幅の受入れスリットを用いた場合, 約 90° 以下の低角度に生じる分離されていない回折線図形と同様の図形となり, $K\alpha$ 線による回折線図形とみなすことができる。

Fig. 6. Relation between $\varepsilon_{\psi=0}$ measured by CrK α radiation and mechanically applied stress σ_M .

Fig. 7. $\sin^2\psi$ diagram under FeK α radiation $\sigma_M=15 \text{ kg/mm}^2$.

ことを確かめ、同一試験片を用いて FeK α 線による実験を行なった。Fig. 7 にその $\sin^2\psi$ 線図の一例を示す。用いた回折面は図に示すように (110), (200), (211) および (220) 面であり、回折角 2θ はそれぞれ 57.1° , 85.0° , 111.6° , 145.5° である。Fig. 8 に FeK α 線における各回折線に対する $\partial\varepsilon_{\psi}/\partial\sin^2\psi$ と σ_M との関係を示す。Fig. 9 は同じく $\psi=0$ のときの格子ひずみと σ_M との関係を示す。Fig. 7 および 8 において、110 と 220 回折線は同一面からの反射であるから得られる値は同一であるはずであるが、実験結果は良い一致を示している。また (110), (200), (211) 面から得られた値は CrK α 線による実験結果とほとんど同じであることがわかる。

Fig. 10, 11, 12 は CoK α 線における同様の結果を示すものであり、回折角は (200), (211), (220),

Fig. 8. Relation between $\partial\varepsilon_{\psi}/\partial\sin^2\psi$ measured by FeK α radiation and mechanically applied stress σ_M .

Fig. 9. Relation between $\varepsilon_{\psi=0}$ measured by FeK α radiation and mechanically applied stress σ_M .

Fig. 10. $\sin^2\psi$ diagram under CoK α radiation $\sigma_M=15 \text{ kg/mm}^2$.

(310) 面に対しそれぞれ 77.3° , 99.8° , 123.9° , 161.3° である。これらの実験結果は良い直線性を示しており、(200), (211), (220) 面については CrK α 線、FeK α 線による結果と同一であるが (310) 面か

Fig. 11. Relation between $\partial\epsilon_{\phi}/\partial \sin^2\psi$ measured by CoK α radiation and mechanically applied stress σ_M .

Fig. 12. Relation between $\epsilon_{\phi=0}$ measured by CoK α radiation and mechanically applied stress σ_M .

ら得られる値は (211), (220) 面と (200) 面とから得られる値の間にあることがわかる。

以上のように, 各回折線から得られる $\partial\epsilon_{\phi}/\partial \sin^2\psi$ および $\epsilon_{\phi=0}$ の値, すなわち各回折面のひずみ量は明確な回折面依存性を示しており (110), (211) 面においてはほぼ同一であり (310) 面, (200) 面の順に大きくなることがわかる。

Table I は Cr, Fe, Co 各 K α 線についてすでに示した Fig. 5, 8, 11 から最小二乗法にて直線のこう配を求め X 線の弾性定数 $S_2/2$ を算出したものである。Table I から弾性域内の機械的引張応力に対しては実

Table I. Measured X-ray elastic constants $S_2/2$ for various diffracting planes under CrK α , FeK α and CoK α radiations.

($\times 10^{-5}$)					
Diffracting Plane	(110)	(200)	(211)	(220)	(310)
CrK α	4.85 $\pm$ 0.04	7.76 $\pm$ 0.39	5.09 $\pm$ 0.13		
FeK α	5.26 $\pm$ 0.33	7.80 $\pm$ 0.28	5.07 $\pm$ 0.25	5.25 $\pm$ 0.18	
CoK α		7.94 $\pm$ 0.20	4.82 $\pm$ 0.10	4.80 $\pm$ 0.19	6.89 $\pm$ 0.13

験誤差内で波長による相違は認められないことがわかる。また, Fig. 5, 8, 11 から X 線の弾性定数 $S_2/2$ は (110), (211) 面については同一と考えられる。したがって Table I から得られる値を平均して $5.02 \times 10^{-5} \text{mm}^2/\text{kg}$ を得る。また, (200) 面に対しては平均として $7.83 \times 10^{-5} \text{mm}^2/\text{kg}$, (310) 面に対しては $6.89 \times 10^{-5} \text{mm}^2/\text{kg}$ である。

Table II は Fig. 6, 9, 12 から Table I と同様にして求めた X 線の弾性定数 $-S_1$ の値を示す。結果は多小ばらついているがやはり波長による相違は認められないものと思われる。また X 線の弾性定数 $-S_1$ は (110), (211) 面に対し $0.96 \times 10^{-5} \text{mm}^2/\text{kg}$, (200) 面に対し $1.91 \times 10^{-5} \text{mm}^2/\text{kg}$, (310) 面に対して $1.62 \times 10^{-5} \text{mm}^2/\text{kg}$ が得られる。

Table II. Measured X-ray elastic constants $-S_1$ for various diffracting planes under CrK α , FeK α and CoK α radiations.

($\times 10^{-5}$)					
Diffracting plane	(110)	(200)	(211)	(220)	(310)
CrK α	1.00 $\pm$ 0.05	2.25 $\pm$ 0.22	1.05 $\pm$ 0.07		
FeK α		1.64 $\pm$ 0.15	1.06 $\pm$ 0.09	0.81 $\pm$ 0.09	
CoK α		1.83 $\pm$ 0.08	0.95 $\pm$ 0.05	0.87 $\pm$ 0.05	1.62 $\pm$ 0.04

一方, X 線の弾性定数の回折面依存性は多結晶体を構成する各結晶の弾性異方性に関係しているものとして Voigt, Reuß, 長島¹⁴⁾などの種々モデルから理論的に考察されており, X 線の弾性定数と方位関数とがどのような関係にあるかを示している。^{5,6,14)}したがって本実験から得られた X 線の弾性定数を方位関数について整理してみる必要があるものと思われる。Fig. 13 はそのような観点から整理したものであり, X 線の弾性定数 $S_2/2$ と方位関数 $\Gamma = (h^2k^2 + k^2l^2 + l^2h^2)/(h^2 + k^2 + l^2)^2$ との関係を示す。図には参考のため代表的な Voigt, Reuß らのモデルから得られた結果を記入して

Fig. 13. Relation between the X-ray elastic constants $S_2/2$ and orientation function Γ .

Fig. 14. Relation between the X-ray elastic constants $-S_1$ and orientation function F .

いる。Fig. 14 は同じく X 線の弾性定数 $-S_1$ と方位関数との関係を示す。以上のように X 線の弾性定数と方位関数とは図のような直線関係にあることがわかる。

4 結 言

以上低回折角用応力測定装置を用いて 0.2% 炭素鋼に弾性域内の引張応力を加えて X 線の弾性定数を測定した結果、つぎのことが結論される。

(1) 本装置を用いて非常に広い角度範囲（特に低角度）での応力測定が可能である。したがって本装置によって回折面そのものによる相違と X 線の波長による相違とを区別することが可能であると思われる。

(2) 弾性域内においては測定される格子ひずみ、あるいは X 線の弾性定数は用いた X 線の波長に無関係であるが、顕著な回折面依存性を示し、得られた X 線の弾性定数は (110), (211) 面からはほとんど同じ最小の値が得られ (310) 面, (200) 面の順に大きい値を示す。

(3) X 線の弾性定数は Fig. 13, 14 に示すような直線関係にあり、その回折面依存性は多結晶体を構成し

ている各結晶の弾性異方性に関係しているものと思われる。

終わりに本研究にあたり、日頃からご援助をいただいている、徳島大学、福良二郎氏、英 崇夫氏、新居浜工業高等専門学校、小山昌重氏に対し厚く感謝申し上げます。

(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) たとえば、日本材料学会編，“X線応力測定法”，p. 93 (1966) 養賢堂
- 2) 平 修二，阿部武治，材料，**16**, 38 (1967).
- 3) 日本材料学会編，“X線応力測定法”，p. 253 (1966) 養賢堂
- 4) Prümmer, R., und E. Macherauch, Materialprüf., **8**, 281 (1966).
- 5) Bollenrath, F., V. Hauk, und E. H. Müller, Z. Metallkde., **58**, 76 (1967).
- 6) Macherauch, E., Experimental Mechanics, **140** (1966).
- 7) 平 修二，林紘三郎，渡瀬善次郎，材料，**17**, 1151 (1968).
- 8) 英 崇夫，福良二郎，藤原晴夫，日本機械学会論文集，**35**, 237 (1969).
- 9) 英 崇夫，福良二郎，藤原晴夫，第7回X線材料強度に関するシンポジウム前刷，p. 220 (1968) 日本材料学会
- 10) 細川智生，信長覚子，材料，**18**, 24 (1969).
- 11) たとえば，B. D. Cullity，“Elements of the X-ray Diffraction”，p. 290 (1959) Addison Wesley
- 12) 福良二郎，藤原晴夫，材料，**15**, 825 (1965).
- 13) A. J. C. Wilson，“Mathematical Theory of X-ray Powder Diffractometry”，p. 18 (1963) Philips Technical Library
- 14) 長島晋一，武智 弘，加藤 弘，第6回X線材料強度に関するシンポジウム前刷，p. 17 (1967) 日本材料学会