入射 X 線 揺動法による応力測定*

知久 健夫** 青山 威恒** 並川 宏彦**
颯田 耕三*** 岩永 省吾** 多田 雅昭***

Stress Measurement by Oscillation Technique of X-Ray Optical System

by

Takewo CHIKU, Shigetsune AOYAMA, Hirohiko NAMIKAWA,

Kouzo SATTA, Syogo IWANAGA and Masaaki TADA

(Toyota Central Research and Development Labs., Inc., Nagoya)

In order to make X-ray measurement of stress using oscillation technique, its optimum conditions were studied with respect to the grain size of the specimen and the geometrical conditions of the soller slit system. Investigation was also made of the influence that the oscillating angle, the oscillating speed and the time constant would have on the diffraction profiles or the stress determined by X-rays.

The abnormality of diffraction profile of coarse grained specimen, caused by the geometrical conditions of the soller slit system, decreased by the oscillation of the X-ray optical system. And the number of grains, which contributed to the diffraction, increased by the oscillation technique. The diffraction profile obtained with the instrument became normal, when the range of oscillating angle was twice as large as the half breadth of the diffraction profile. And the peak position of diffraction profile could also be determined with ease.

The periodic change of intensity was observed on the diffraction profile when the oscillation technique was used. This phenomenon was remarkable with the increase of incident angle ϕ_0 . It was due to the difference of diffracted X-ray intensity for different angle in oscillation. When smaller oscillating angle than $\pm 15^\circ$ was chosen, however, the periodic change in intensity of the diffraction profile was kept sufficiently small under the time constant 8 or 16 sec. which was what is generally used.

The analytical results showed that the value of $\text{cosec } \theta$ obtained from the oscillation technique was not exactly proportional to that of $\sin^2 \psi$. But the experimental results showed that the $\text{cosec } \theta - \sin^2 \psi$ relations obtained in the oscillating condition became approximately linear. The stress value of Fe {211} determined by conventional $\sin^2 \psi$ method using the data of $\pm 10^\circ$ oscillating condition, appeared to be 4~6% smaller than that obtained from the data of fixed condition. $\sin^2 \psi$ method seems to be practically useful to determine the stress, even when the oscillation technique is adopted, supposing that the oscillating angle is not so large and the stress of the specimen is not so high.

(Received Aug. 12, 1970)

1 緒 言

粗大結晶粒試料（結晶粒径：10 μ もしくはそれ以上）の X 線応力測定では、微小結晶粒の試料から得られる回折強度曲線と比べると強度分布に異常が認められることがある。このような場合、試料を入射 X 線ビームに対して揺動させて、回折にあずかる結晶数の増

加をはかると、正常な回折強度曲線が得られた。しかし、試料が大きいとき、あるいは試料が試験機等に取り付けてある場合には、この手法を適用することにも制限が多い。このような難点を解決するために、試料固定のままで同様の効果を期待できる入射 X 線揺動法を開発した。

本報告では、入射 X 線の揺動角度の決定基準を、結晶粒径と装置の幾何学的関係から検討し、さらに、揺動角度、揺動速度、タイムコンスタント等の因子が、

* 原稿受理 昭和45年8月12日

** 正 会 員 (株)豊田中央研究所 名古屋市昭和区久方

*** 同 上

回折強度曲線あるいは応力値にどのような影響を与えるか調査した。

2 揺動角度の検討

2・1 回折強度分布を考慮した場合

入射X線揺動を行わない場合、検出X線の強度は、検出器の走査にしたがって、こくこく異なった結晶によって与えられる。平行ビーム型ディフракトメータの場合も、ソーラスリットの開き角度内においてX線ビームの発散がある。しかも、入射X線の方角と試料との位置関係が固定されているために、個々の結晶はその回折強度分布の一部の強度しか検出器に与えない。回折されるX線の強度や方向は各結晶粒ごとに異なるから、回折にあずかる結晶数が少なくなると、特定の角度にのみ回折強度が強調され、回折強度曲線の形が異常になる。しかし、回折強度曲線の形に異常が認められた結晶粒径 15μ , 30μ , 50μ の Fe 材の場合、 $\pm 3^\circ$ の揺動を行なうと、半価幅の値が読み取り誤差範囲内で一定となり、回折ピーク位置のばらつきも小さくなった。

そこで、入射X線揺動が回折強度曲線に及ぼす効果をさらに詳しく調べるため、いくつかのX線照射面積と揺動角度の組み合わせのもとで、回折ピーク位置のばらつきを測定した。

Table I は結晶粒径 50μ の Fe 材について、X線入射角度 $\phi_0=0^\circ$ における回折強度曲線をおおの10回測定し、ピーク位置の標準偏差を求めた結果である。Table I 中の $\bar{n}$ は測定面積 $4 \times 10 \text{ mm}^2$ 、揺動角度 $\pm 6^\circ$ の場合に回折にあずかる結晶数を基準にそれぞれの条件のとき回折にあずかる結晶数を比の形で表わしたものである。回折にあずかる結晶数は装置の幾何学的な条件によって近似的に求めることができる。すなわち、レートメータ法では、タイムコンスタントの値によって、ある時間幅の中に保存されている計数強度が記録されていく。また、計数値の誤差は見かけ上2倍のタイムコンスタントの間に計数された計数値の測定誤差と等しい。そこで、単位時間として2倍のタイ

Table I. Standard deviation of peak angle under various combinations of X-ray irradiated area and the oscillating angle.

Measurement position	Fixed	Changed			
Oscillating angle (deg)	± 6	± 6	± 1	± 6	
Oscillating area (mm ²)	4×10	4×10	4×10	1.5×2	
$\bar{n}$	1	1	0.22	0.06	
Average peak angle (deg)	156.37	156.37	156.36	056.35	
Standard deviation (deg)	0.015	0.016	0.076	0.017	

$\bar{n}$: Relative ratio of the number of the grains contributing to the diffraction

ムコンスタント $2t \text{ sec}$ をとると、検出器が $2t \text{ sec}$ 中に試料を見込む角度範囲 42θ は次のように示される。

$$42\theta = 2\bar{\alpha} + 2t \cdot v$$

ここで、 v は検出器走査速度であり、 $\bar{\alpha}$ は有効に検出されるX線の受光ソーラスリットに対する傾き角度である。

いま、ソーラスリットの開き角度を α とすると、 $\pm \alpha$ の方向からのX線が通過するが、通過するX線の割合は角度成分ごとに異なる。Fig. 1(a) に示すように、受光ソーラスリットに平行な方向からのX線は100%検出器に入るが、ソーラスリットに対して傾いた方向からのX線は一部がスリットでカットされる。このため、検出されるX線の強度は、Fig. 1(b) のように変化し、ソーラスリットから $\alpha/2$ 以上傾いた方向からのX線はほとんど強度を与えない。そこで、有効に検出されるX線の傾き角度として、検出X線強度の75%以上を与える範囲をとると $\bar{\alpha} = \alpha/2$ となる。

Fig. 1. Intensity of X-rays passing through the receiving sollar slit.

一方、受光ソーラスリットの箔に平行な方向では、Fig. 2(a) に示すように $\pm \beta$ の方向からのX線が検出される。この場合にも、検出されるX線強度は Fig. 2(b) に示すように変化するため、検出X線強度の75%以上を与えるX線の傾き角度を $\bar{\beta}$ とすると

$$\bar{\beta} = (D_1 + D_2 - \sqrt{D_1 \cdot D_2}) / 2l$$

ここで、 D_1 および D_2 はそれぞれ応力測定方向に直角な方向での検出器窓の幅およびX線照射幅、 l は試料と検出器窓の間の距離である。

試料の結晶方位に優位性がない場合、単位時間中に検出強度に寄与する結晶数 n は次のように示される。

$$n = K \cdot \frac{(42\theta \cdot 2\bar{\beta} \cdot N)}{4\pi} \quad (1)$$

ここで、 K は常数、また、 N はX線照射面積中の結晶数であり、結晶粒径（結晶の一辺）を R 、X線照射面積を S とすると、次のように示される。

$$N \approx \frac{S}{R^2} \quad (2)$$

Fig. 2. Intensity of X-rays passing through the receiving soller slit.

N はX線の浸入深さが1結晶粒以下である場合には、測定体積中の結晶数となる。

ここで、 $\pm 2\psi$ の揺動を行なった場合には(1)式は(3)式のようになる。

$$n = K \cdot \frac{\{(\Delta 2\theta + 2\Delta\psi) \cdot 2\bar{\beta} \cdot S\}}{4\pi \cdot R^2} \quad (3)$$

ここで、 $2\Delta\psi$ は揺動角度範囲である。

Table IにおいてX線照射面積 $4 \times 10 \text{ mm}^2$ 、揺動角度 $\pm 6^\circ$ の測定では、測定位置を変えても回折ピーク位置のばらつき(標準偏差)には差がみられない。しかし、揺動角度を $\pm 1^\circ$ にすると、回折ピークの標準偏差は約5倍の大きさになる。この場合、回折にあずかる結晶数の比 $\bar{n}$ は $\pm 6^\circ$ 揺動の場合を1とすると約0.2になっている。X線照射面積 $1.5 \times 2 \text{ mm}^2$ 、揺動角度 $\pm 6^\circ$ の測定では、回折にあずかる結晶数の比 $\bar{n}$ は最小であるにもかかわらず、回折ピークの標準偏差は $\bar{n}$ が最大の場合とほとんど同じ値を示している。したがって、回折ピーク位置のばらつきを少なくするには、単に回折にあずかる結晶数を増すよりも、装置の幾何学的な影響をとりのぞくことが重要と考えられる。

このような観点から揺動角度の最低基準を考えてみる。入射X線を揺動すると、X線の入射角度の変化にともなって、同一結晶の同一格子面が順次回折条件を満足するようになる。回折強度曲線を三角形近似として扱えば、揺動角度範囲が半価幅以上の場合には、揺動角範囲から半価幅を差し引いた角度範囲内で回折にあずかる結晶はそれぞれ完全な回折強度分布を示すようになる。揺動によってあらたに回折強度分布の一部の強度を与える結晶もでてくるが、揺動角度範囲が半価幅の2倍になると、個々の結晶のうち、強度分布の80%以上を示す結晶の数は(3)式より求めた回折にあずかる結晶のうち約70%になる。したがって、揺動を行

なわない場合に、回折強度曲線に異常がみられる試料では、結晶の大きさに関係なく回折強度曲線の半価幅の2倍以上を揺動角度範囲とすることが望しいと考えられる。

2・2 ピーク強度を考慮した場合

回折強度曲線の半価幅を基準に揺動角度を決定しても、測定位置を変えたり、X線入射角度を変えたり、観測される回折ピーク強度が不規則に変化することも多い。これは回折にあずかる結晶数が測定位置やX線入射角度ごとに一定していないためと思われる。平均化をさらによくするためには、回折ピーク強度を考慮して揺動角度を決定する必要がある。Fig. 3は揺動を必要としない微小結晶粒のばね鋼における回折強度曲線である。試料に結晶方位の優位性がなく、平均化するのに十分な結晶数がある場合には、回折ピーク強度

Fig. 3. Change of the peak intensity with the variation of incident angle ϕ_0 .

はX線入射角度に対して連続的に変化している。このように正常な回折ピーク強度の変化を示すに十分な結晶数を得るための揺動角度を考えてみる。(1)式で示される n を揺動を必要としない最小限の結晶数とすると、(1)、(2)、(3)式から揺動が必要な試料では次の条件を満足すればよい。

$$K \cdot \frac{(\Delta 2\theta \cdot 2\bar{\beta} \cdot S)}{4\pi R^2} = K \cdot \frac{\{(\Delta 2\theta + 2\Delta\psi) \cdot 2\bar{\beta}' \cdot S'\}}{4\pi R'^2} \quad (4)$$

ここで、 R 、 S 、 $2\bar{\beta}$ はそれぞれ揺動を必要としない場合の結晶粒径、X線照射面積およびX線の傾き角度であり、 R' 、 S' 、 $2\bar{\beta}'$ はそれぞれ揺動が必要な場合の結晶粒径、X線照射面積およびX線の傾き角度である。(4)式より揺動角度範囲 $2\Delta\psi$ は次のように書き換えられる。

$$2\Delta\psi = \Delta 2\theta \left\{ \left(\frac{R'}{R} \right)^2 \cdot \left(\frac{S}{S'} \right) \cdot \left(\frac{2\bar{\beta}}{2\bar{\beta}'} \right) - 1 \right\} \quad (5)$$

X線照射面積が $4 \times 10 \text{ mm}^2$ の場合、結晶粒径が 10μ 以下では揺動を行なわなくても正常な回折ピーク強度をもつ回折強度曲線が得られる。そこで、この条件を基準に結晶粒径と揺動角度の関係を(5)式より求めFig. 4に示す。

Fig. 5は顕微鏡観察で平均結晶粒径が 30μ 、 50μ

Fig. 5. Change of diffraction line profile with incident angle ψ_0 in various oscillating conditions.

Fig. 4. Relation between grain size of specimen and the oscillating angle required to insure normal diffraction line profile.

および 100μ の Fe 材の回折強度曲線である。いずれの試料も揺動を行なわない場合には、回折ピーク強度および回折強度曲線の形に異常が見られるが、 30μ 試料で $\pm 6^\circ$ (X線照射面積 $4 \times 6 \text{ mm}^2$)、 50μ 試料で $\pm 6^\circ$ (X線照射面積 $4 \times 10 \text{ mm}^2$) の揺動を行なうとほぼ正常となる。また、 100μ 試料では $\pm 11^\circ$ (X線照射面積 $4 \times 10 \text{ mm}^2$) の揺動でも回折ピーク強度が異常である。これらの実験結果は前述の解析結果とよく対応している。

以上述べたように、揺動には装置の幾何学的な影響によって生ずる回折ピーク位置のばらつきをとりぞく効果と、回折にあずかる結晶数を増し、回折強度曲

線のピーク強度を正常化する効果とがある。揺動角度は測定目的に応じこれらの効果を考慮して決定されなければならない。

3 揺動条件と回折強度曲線

揺動角度を大きくすると、回折強度曲線上に周期的なうねりが目立つようになる。このうねりは、揺動角度範囲における回折強度に差があるために生じ、X線入射角度 ψ_0 の値が大きいほど顕著である。揺動速度を速くするか、タイムコンスタントを大きくするとこのうねりを小さくすることが可能である。揺動速度は回折図形上でタイムコンスタントと同じ効果を示し揺動速度が大きくなると相対的にタイムコンスタントは小さく、また検出器走査速度を速くすることも可能である。しかし、揺動部分の重量が軽くないので揺動速度を速くすることは不適当である。したがって、タイムコンスタントを大きくすることが望ましい。

Fig. 6 は 45° 入射における回折強度曲線の一例である。試料は揺動を必要としない微小結晶粒のばね鋼を用いた。タイムコンスタントが小さく、検出器走査速度の大きい条件(b)では、回折強度曲線は大きくうねり、回折ピーク位置の決定も難しい。しかし、タイムコンスタントを大きくとり、それに見合う遅い検出器走

Fig. 6. Change of diffraction line profile with measuring condition.

査速度をとった条件(c)では、回折強度曲線は揺動を行なわない場合(a)に近く、うねりのほとんどない状態になる。ただし、回折ピーク強度は若干低くなってくる。この回折ピーク強度の減少は揺動角度と応力値の大小に関連して変化する性質のものである。

Fig. 7は回折ピーク位置に検出器を固定し、うねりの顕著な45°入射で揺動を行なった場合に、回折ピーク位置でのうねりの振幅のピーク強度に対する比を±1%以下におさえるタイムコンスタントの値を実験的に求めた結果である。この結果から±10°以内の揺動角度に対しては、通常の測定でよく用いるタイムコンスタントの値8 sec~16 secを用いても、回折ピーク位置の決定に不都合のないことがわかった。

Fig. 7. Relation between time constant and oscillating angle, which is required to suppress periodic change in diffraction line profile.

4 揺動とX線応力値

一般にひずみ $\epsilon_{\varphi\psi}$ は次のように示される。³⁾

$$\epsilon_{\varphi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \cdot \sigma_x \cdot \sin^2\psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (6)$$

ここで、 E 、 ν は弾性常数、 σ_x は測定方向の応力、

σ_1 、 σ_2 は測定表面の主応力、 φ は σ_x と σ_1 のなす角である。X線入射角度を ψ_0 とし、 $\eta = 90^\circ - \theta_{\text{Bragg}}$ とすると ψ_0 を中心に $\pm\Delta\psi$ の揺動を行なった場合の測定格子面法線方向におけるひずみ $\epsilon_{\varphi}(\psi_0 + \eta \pm \Delta\psi)$ は、 $\psi_0 \pm \Delta\psi$ の角度範囲の単なる平均ではなく、揺動角度範囲における回折強度の重みつき平均として求められる。さきに述べたように、回折強度はX線入射角度の値が大きくなるにしたがって連続的に減少する。Fe{211}をCr-K α で測定した場合には、 $\psi_0 = 0^\circ$ の回折ピーク強度を I_0 、 $\psi_0 = 45^\circ$ の回折ピーク強度を I_{45} とすると、 I_0/I_{45} は約1.4になるが、これは主として試料でのX線の吸収がX線入射角度によって変化することに因っている。X線入射角度 ψ_0 における回折ピーク強度 I_{ψ_0} は、 $I_{\psi_0} \propto \cos(\psi_0 + 2\eta)/\cos(\psi_0 + \eta)$ として示される。各入射角度 ψ_0 における I_{ψ_0} を基準に $\pm\Delta\psi$ 揺動を行なったときのピーク強度 $I_{\psi_0 \pm \Delta\psi}$ との比 $I_{\psi_0 \pm \Delta\psi}/I_{\psi_0}$ で重みつき平均すると、ひずみ $\epsilon_{\varphi}(\psi_0 + \eta \pm \Delta\psi)$ は次のように示すことができる。

$$\epsilon_{\varphi}(\psi_0 + \eta \pm \Delta\psi) = \frac{1}{2\Delta\psi} \int_{\psi_0 - \Delta\psi}^{\psi_0 + \Delta\psi} \left\{ \frac{1+\nu}{E} \sigma_x \cdot \sin^2(x + \eta) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \right\} \frac{\cos(x + 2\eta)}{\cos(x + \eta)} \cdot \frac{\cos(\psi_0 + \eta)}{\cos(\psi_0 + 2\eta)} dx \quad (7)$$

(7)式を展開すると次のようになる。

$$\begin{aligned} \epsilon_{\varphi}(\psi_0 + \eta \pm \Delta\psi) = & \frac{\sigma_x(1+\nu)}{2E\Delta\psi} \cdot \frac{\cos\eta \cdot \cos(\psi_0 + \eta)}{\cos(\psi_0 + 2\eta)} \left\{ \Delta\psi \right. \\ & + \frac{1}{2} \{ \sin(\psi_0 - \Delta\psi + \eta) \cdot \cos(\psi_0 - \Delta\psi + \eta) \\ & - \sin(\psi_0 + \Delta\psi + \eta) \cdot \cos(\psi_0 + \Delta\psi + \eta) \} \\ & - \sin\eta \{ \sin^2(\psi_0 - \Delta\psi + \eta) \\ & - \sin^2(\psi_0 + \Delta\psi + \eta) \\ & + 2 \log \left| \frac{\cos(\psi_0 - \Delta\psi + \eta)}{\cos(\psi_0 + \Delta\psi + \eta)} \right| \} \left. \right\} \\ & - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \cdot \frac{\cos(\psi_0 + \eta)}{\cos(\psi_0 + 2\eta)} \left\{ \cos\eta \right. \\ & - \frac{\sin\eta}{2\Delta\psi} \cdot \log \left| \frac{\cos(\psi_0 - \Delta\psi + \eta)}{\cos(\psi_0 + \Delta\psi + \eta)} \right| \left. \right\} \quad (8) \end{aligned}$$

ここで(8)式を次のように書き表わすと

$$\epsilon_{\varphi}(\psi_0 + \eta \pm \Delta\psi) = \frac{1+\nu}{2E} \cdot \frac{\sigma_x}{\Delta\psi} \cdot F_{\psi} - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \cdot G_{\psi}$$

となり、2つのX線入射角度 ψ_1 、 ψ_2 におけるひずみはそれぞれ(9)式、(10)式で表わされる。

$$\epsilon_{\psi_1} = \frac{1+\nu}{2E} \cdot \frac{\sigma_x}{\Delta\psi} F_{\psi_1} - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) G_{\psi_1} \quad (9)$$

$$\epsilon_{\psi_2} = \frac{1+\nu}{2E} \cdot \frac{\sigma_x}{\Delta\psi} F_{\psi_2} - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) G_{\psi_2} \quad (10)$$

ひずみを $\text{cosec } \theta$ で表わし、(9)、(10)式より応力 σ_x を求めると

$$\sigma_x = \frac{2E \cdot \Delta\psi}{1+\nu} \cdot \frac{1}{F_{\psi_1} \cdot G_{\psi_2} - F_{\psi_2} \cdot G_{\psi_1}} \cdot \left(G_{\psi_1} - G_{\psi_2} + \frac{G_{\psi_2} \cdot \operatorname{cosec} \theta_1 - G_{\psi_1} \cdot \operatorname{cosec} \theta_2}{\operatorname{cosec} \theta_0} \right) \quad (11)$$

ここに、 $\operatorname{cosec} \theta_0$ は無応力状態での値であり、 $\operatorname{cosec} \theta_1$ 、 $\operatorname{cosec} \theta_2$ はそれぞれ ψ_1 、 ψ_2 における値である。

(11)式は揺動時の $\operatorname{cosec} \theta$ が $\sin^2 \psi$ に対して直線関係にないことを示している。そこで、このような揺動の影響を実験的に調べるために、負荷中の応力を測定した。測定に用いた試料は SCM-5 (焼入れ、焼もどし材、半価幅 2.6°) であり、測定格子面は $\{211\}$ である。公称応力が 0 の場合、 71.3 kg/mm^2 の場合について、揺動角度 $\pm 15^\circ$ 、 $\pm 10^\circ$ および静止における $\operatorname{cosec} \theta - \sin^2 \psi$ の関係を求めた。

Fig. 8 は揺動角度 $\pm 15^\circ$ の場合および静止の場合の $\operatorname{cosec} \theta - \sin^2 \psi$ 線図を示す。 $\pm 15^\circ$ と大きな揺動角度を選んでも、外応力が 0 の場合には、静止と揺動で

Fig. 8. $\operatorname{cosec} \theta - \sin^2 \psi$ diagrams obtained from conventional method and the oscillating method.

$\operatorname{cosec} \theta$ の値に差が認められない。外応力を $+71.3 \text{ kg/mm}^2$ あるいは -71.3 kg/mm^2 加えた場合には若干の差を示した。引張応力の場合、 ψ が 0° に近い側で揺動時に $\operatorname{cosec} \theta$ の値が大きくなり、 ψ が 45° に近い側では小さくなる。逆に圧縮応力の場合、 ψ が 0° に近い側で揺動時に $\operatorname{cosec} \theta$ の値が小さくなり、 ψ が 45° に近い側では大きくなる。揺動角度が $\pm 10^\circ$ の場合には、静止と揺動で差が認められなかった。揺動時の $\operatorname{cosec} \theta$ は厳密には $\sin^2 \psi$ に対して直線関係はないが、実験的にはよい直線関係がみられる。 $\operatorname{cosec} \theta - \sin^2 \psi$ 線図を用いて応力値を求めてみると、公称応力に対する X 線の応力は機械的弾性常数と X 線の弾性常数の相違によって若干少ない値を示した。また、 $\pm 15^\circ$ 揺動時の応力は、静止の場合と比べて $4\% \sim 6\%$ 低くなるが、揺動角度がさらに小さくてよい場合、あるいは応力が

小さい場合には、揺動による測定値の誤差として、 $\pm 2 \text{ kg/mm}^2$ 程度を見込むことにより $\operatorname{cosec} \theta - \sin^2 \psi$ 線図を用いることが実用上有利と考えられる。

5 応 用 例

入射 X 線揺動法は粗大結晶粒試料で、しかも、X 線照射面積が大きくとれない場合の応力測定に有効と考えられる。そこで、結晶粒径が約 40μ の SPC-1 材をスポット溶接し、ナゲット部近傍の曲げ負荷中の表面応力を測定した。Fig. 9 は X 線測定位置における顕

Fig. 9. Microstructure of the specimen (SPC-1).

微鏡写真である。局所的な応力測定を必要としたため、X 線照射面積は応力測定方向に 1.2 mm 、それに直角な方向に 2.2 mm とした。揺動角度 $\pm 6^\circ$ 、ソーラスリット開き角度 0.35° 、検出器走査速度 $1^\circ/\text{min}$ 、タイムコンスタント 16 sec の各条件を用い、Cr-K α による Fe $\{211\}$ の測定である。揺動角度は回折ピーク強度まで正常化することはできないが、回折ピーク位置のばらつきを充分にとりのぞくだけの大きさを選んだ。

測定結果を Fig. 10 に示す。 $\operatorname{cosec} \theta - \sin^2 \psi$ 線図を用い 7 点の X 線入射角度における $\operatorname{cosec} \theta$ を最小自乗法で整理し、応力値を算出した。X 線による測定応力は $\pm 1 \text{ kg/mm}^2 \sim \pm 2 \text{ kg/mm}^2$ の誤差範囲をもち、弾性範囲内では公称応力とよい直線関係を示した。この直

Fig. 10. Relation between stress measured by X-ray and nominal stress in spot welded specimen (SPC-1).

線の傾きは $\Delta\sigma_x/\Delta\sigma_M=1.1$ となって若干大きな値を示しているが、これは測定位置が応力集中の影響のあるナゲット端近傍であるためである。

6 結 言

入射X線揺動法を用いた応力測定における揺動角度の決定基準を検討し、回折強度曲線あるいは応力値への揺動の影響を調べた。その結果、次のようなことが明らかとなった。

(1) 揺動は装置の幾何学的な条件によって生ずる回折強度曲線の形の異常を減少させ、同時に、回折にあずかる結晶数を増加させる。揺動角度範囲が半価幅の2倍以上になると、回折ピーク位置が容易に決定でき、回折ピークのばらつきも小さい。

(2) 揺動角度を大きくすると、回折強度曲線上に周期的なうねりが目だつようになる。しかし、揺動角度に応じた適当なタイムコンスタントを選べば、このうねりをのぞくことが可能である。

(3) 揺動時の $\operatorname{cosec} \theta$ は $\sin^2\psi$ に対して理論上直線関係にないが、実用される揺動角度範囲においては直線からのはずれは微小であった。 $\pm 15^\circ$ の揺動時に

Fe{211} の応力値は、 $\operatorname{cosec} \theta - \sin^2\psi$ 線図で整理すると、若干小さい値を示すが、測定値の誤差として $\pm 2 \text{ kg/mm}^2$ 程度を見込むならば、実用的に $\sin^2\psi$ 法を用いることが有利である。

(4) 入射X線揺動法を用いると、平均結晶粒径が約 40μ と粗い結晶試料について、X線照射面積が $1.2 \times 2.2 \text{ mm}^2$ の場合にも、 $\pm 2 \text{ kg/mm}^2$ 程度の精度で応力を測定することができた。

この他に、揺動の影響として、回折強度の変化や半価幅の変化が応力値との関連で現われるが、これについては別に検討が必要である。

(昭和45年7月17日 第9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) 並川宏彦, 青山威恒, 知久健夫, 材料, **18**, 1040(1969).
- 2) Cullity, B. D., (松村源太郎訳) “X線回折要論”, p. 211 (1968) アグネ
- 3) たとえば, 日本材料学会編, “X線応力測定法”, p. 87 (1966) 養賢堂