はん点状回折環を生ずる場合のX線応力測定*

蒲 地 一 義** 谷

昇***

A Method of Stress Measurement from Some Spotty X-Ray Diffraction Rings

by

Kazuyoshi KAMACHI and Noboru TANI

(Faculty of Engineering, Yamaguchi University, Ube)

To measure residual stress in a large construction by X-ray method, it is convenient to use a simple and small apparatus with the photographic system. Generally, these structural steels have a coarse grained structure which provides spotty diffraction ring, thus preventing the accurate measurement of ring radius. To avoid this difficulty, several attempts such as oscillating the film or moving the specimens have been made. But these methods have their own limitation.

In the present paper, a method of determining ring radius from spotty X-ray diffraction rings obtained from a fixed specimen is presented. The method is basically to average the radial distance of each spot from the diffraction ring of the standard substance coated on the specimen surface. An automatic measuring device of these spotty rings is also discussed in the paper.

(Received Aug. 22, 1972)

1 結 言

X線による応力測定技術と装置は、この二、三年に急速に進歩し、測定値の信頼性がきわめて高く、他の測定法による測定結果との差は、以前にはX線の手法によるものと考えられていたが、それが物質の状態の差によるものであることが明らかとなってきた。X線応力測定法の困難な点は、被測定対象の形状寸法と装置の適合性の問題がその一つであり、もう一つは、回折環がはん点状になる場合である。前者は機械要素の測定にしばしば問題となるが後者は構造用鋼の場合の問題である事が多く、大型構造物その溶接部などの測定の場合に遭遇する。

はん点状回折環の場合、その半径が通常の方法では求め難く、計数管法によるときはピークの形状が異常となる。このような困難を克服すれば、X線応力測定法の利用範囲は飛躍的に増大し、構造物強度の考え方に寄与するところ大であると考えられる。小長らによる振動結晶法¹⁾もその一つの方法であるが、大型構造物等に適用する点において構造物の揺動、または装置の揺動が行なわれ難いのではないかと考えられる。

ここに述べるはん点状回折環の測定は写真法による場合と計数管法による方法と二通りの方法に分たれ、その両者を含むものであるが、大型構造物等では、軽便小型の写真法が便利なが多いのでまず写真法に

ついて述べる。計数管法については装置の完成時に詳述する。

2 方法の原理

10^{-3}cm 平均直径以上の粗大結晶粒試料の場合には一般にはん点状デバイ環となる。はん点状デバイ環となったとき、その半径の測定が困難なのは各はん点が

Fig. 1. Discontinuous X-ray diffraction rings.

* 原稿受理 昭和47年 8月22日

** 正 会 員 山口大学工学部 宇部市常盤台

*** 学生会員 山口大学工学部 宇部市常盤台

半径方向にあるバラツキを示すことにある。^{*1} このバラツキは波長の広がりや各結晶粒の回折角度範囲の幅に起因するものである。Fig. 1 (a)のごとき場合は試料を揺動もしくはフィルムを揺動すれば(b)のごとく多少不均一ながら連続環に近くなる。しかし(c)または(e)のごとき数十 μ の大きさの結晶の場合、フィルム揺動では当然(d), (f)のごとき孤の集団となるのであって測定はできない。しかし個々のはん点は各結晶粒からの反射である事は当然であり、Braggの反射角 θ を中心として、 $\pm 4\theta$ の反射範囲内における統計分布をするはずであるから、その半径の相加平均は反射位置の平均値であり、次のように考えることができる。すなわち半径 r を求めるのに、各はん点のバラツキがあるので各はん点の中心からの半径線上の距離を $r_1, r_2, \dots, r_N$ とすると、平均半径 $\bar{r}$ は

$$\bar{r} = \frac{\sum_{i=1}^N r_i}{N} \quad (1)$$

それぞれの標準偏差

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (r_i - \bar{r})^2}{N}}$$

から分布函数

$$f(x) = \frac{K \cdot N}{\sqrt{2\pi} \cdot \sigma} \cdot \exp \left\{ -\frac{(r_i - \bar{r})^2}{2\sigma^2} \right\} \quad (2)$$

K ; Const.

を求めればはん点の個数に対する分布曲線が得られるであろう。この分布曲線 (Fig. 2) のピークは、回折強度と同じ意味ではない。回折強度曲線と同じ内容とするためには、各はん点の強度の重みつき平均をとらねばならない。しかし、強度の重みつき平均は粒子の大きさと表面からの深さの逆自乗に比例して種々の複雑な process が必要であるので、簡単に個数の平均とする方がよい。実際に数えるのは粒子の数であり、その分布が必要なのであって、応力に対する、粒晶の寄与がその大小または表面からの深さによって、どう影響するかという事と別問題である。

3 実 験

(1) 試験方法

炭素量0.15~0.26%の軟鋼板から引張試験片をきり出し、適当な熱処理を施して10~100 μ の平均粒径を有する試験片とした。電解研磨を施した後、裏面に抵抗線ひずみゲージをはり、引張試験機に装置して、この試験機を背面反射カメラにセットした。 $\sin^2\psi$ 法により、 $0^\circ, 15^\circ, 30^\circ$ および 45° 方向からX線を入射し、加荷重下の応力を測定した。ゲージは伸びひずみを読みとるためである。精確な測定のために、Cr標準粉末を併用し、CrK α 線による(211)面反射および

^{*1} 半径方向のバラツキがなければ、フィルムのわずかな揺動で測定ができる。

Fig. 2. (a) Distribution of spots.

Fig. 2. (b) Actual distribution of spots.

CoK α による(310)面反射を測定した。

かくて得られたスポットリングの各はん点と標準物質より得られた標準デバイ環との半径の差 Δr をコンパレータを用いて読んだ。この測定にあたって、 Δr の測定が常に中心を通る半径線上で行なわれることに留意した。

(2) X線の条件

CoK α およびCrK α による(310), (211)の回折環を撮影した。それぞれFeおよびVのフィルターを用い、コリメータは1mm ϕ および0.5mm ϕ の平行スリットとした。これは回折線のはん点性を強調するためである。

標準物質は、材料学会仕様のCr標準粉末を用いた。

4 実験の結果と考察

(1) 回折環の形状とはん点のバラツキ

Fig. 3(a), (b)に示すのは、平均粒径 10μ の試料から得られた連続環である。○は無応力、●はストレンゲージのひずみを応力に換算して 31.5 kg/mm^2 の値に対する回折環である。横軸は Δr を mm 単位で記入してある。当然のことながら、 $\psi_0=0^\circ$ では真円形

を示し、 $\psi_0=45^\circ$ になると $-\eta$ 側が収縮し、 $+\eta$ 側は膨れた形となり、円ではない。応力がないときは円である事は当然である。

しかしはん点状回折環についてみると、各はん点は半径方向のバラツキがはなはだしいので円とはならない。Fig. 4(a)~(d)に示すのは、はん点状回折環上における各はん点のバラツキ状況と回折環の形状を示す。

Fig. 3. The shape of diffraction rings (continuous).

Fig. 4. The shape of diffraction rings and scattering distribution of spots (a)~(d).

Fig. 5. The shape of diffraction rings and scattering distribution of spots (a)~(d).

図中の○は各 $K\alpha_1$ 環上にあるはん点で、 10° の中心角に相当する弧上のはん点を、一つの半径直線上に並べてバラツキを見やすくしたものである。●はこれらの平均位置を示す。Fig. 5(a)~(d)も同様な図である。

この様なバラツキを示す原因については、きわめて古い研究歴があり、Bragg および Lipson, 1938年, Ekstein, Siegel (1949年) Frohnmayer (1951年), Kockamovska (1947年) 等による研究があるが、Gay および Kelly 達が1954年にこれらの幾何学的考察を行なっている。要するに、波長の広がり、格子ひずみ等による反射角度範囲の広がりによるものである。入射X線の発散角はもちろん最も広い範囲を与えるものである。

(2) ピーク位置の決定と応力の測定

Fig. 1(a)のような場合には、フィルムを揺動すれば(b)のごとく連続環のようになるので半径の測定はできる。(c)のような場合は、(d)のように弧の集まりになって、半径は求めにくい。(e)も同様である。ここで(e)に例を示すが、フィルム揺動によって、強度の高い大きいはん点は明らかに弧になるが、強度の低い小さいはん点はフィルム揺動によって消えてしまう事がある。

(g)は Laue はん点の範ちゅうに属するものであって、フィルム揺動によって細かいはん点が消え、大きいはん点のみがたとえ円弧を作っても今の場合なんらの意味はない。つまり、(a)のごとく揺動範囲より遙かに密な分布で充分回折環上に存在し、その分布函数が回折線強度分布と同様の意味をもつ場合以外のフィルム揺動は必ずしも正しい測定を与えない。すべてのはん点が前述の理由によってバラツキときのピーク測定はそれらの平均位置をとらねばならず、先に述べた理由からははん点の強弱、大小にかかわらず、数えられるはん点の平均位置を求むべきである。かくて求めたピーク位置または標準物質の回折環からの半径の差 $\Delta\psi$ から応力を求めるため " $\Delta\psi - \sin^2\psi$ " 線図を引く。" $\Delta\psi - \sin^2\psi$ " 線図の一例をFig. 6に示す。各点から最小自乗法によって直線を求めたものである。

(3) 新型マイクロフォトメータ

現在の測定は各はん点の標準物質の回折環からの半径線上での距離をコンパレータで読んでいる。相当数のはん点を目読することは相当の時間を要する。Fig.

Fig. 6. (a)(b) " $\Delta\psi$ - $\sin^2\psi$ " diagrams obtained from spotty ring (slit dia. 0.5mm ϕ).

Fig. 7. Method of measurement of the distance from the standard substance to each spot on the film.

7 に示すごとく走査運動をするマイクロフォトメータを用いれば自動測定ができる。すなわちFig. 7(b)の 1,

2, 3, …… n で示す半径線上で黒化度をとれば Fig. 8 のごとくなる。Fig. 8 に示す左側の小ピークの集団は、各はん点を示し、数多くのピークが出るのはFig. 7(b)のとき測定操作を繰返して重ねたものであって、標準 Cr のピークからの距離 1, 2, 3, …… n の平均を計算すればよい。Fig. 8(b)は試料からのこれらの小ピークすべてを重ねて平均したプロファイル(点線)である。

マイクロフォトメータの機構としては“0-1”の測定が終ると旧位置にかえり、“0-2”を測定し、以下同様のスキャンニングを行なうものである。0-1, 0-2, ……0- n , の角度間隔は粒子径によって可変である。目下開発中である。

5 結 論

以上の実験から次の事が要約される。

(1) spotty ring は、回折線半径線上でははん点の位置にバラツキがある。その理由は波長の広がり、格子不整に基づく回折角度範囲の広がり、入射 X 線の発散による。

(2) 平均ピーク位置より離れた所に生ずるはん点が弱いとは限らない。回折環上のはん点の強弱は、結晶粒子の大小、表面からの深さと反射角度範囲によってきまる。したがって、フィルムを揺動して弱いスポットが消失したり、あるいは特定の強大なはん点に注目して、そのピーク位置を測定するのは適当でない。

(3) はん点状回折環を示す場合、フィルム試料間距離、照射面積、X 線入射角度等によって、はん点の状況は異なるが、本実験では約 70 μ までの平径結晶粒径の試験片の応力測定が可能であった。多少の不確定要素は、バラツキによって生ずるが、構造物等は物体が大きく、応力の場所的不均一もはなはだしい事、許容応力が設計上小さくとってある事、構造部表面状況は、X 線的に悪い場合が多い事等の理由から、高精度少数の測定より、多くの測定点をとる事の方が望まし

Fig. 8. Profiles of spotty rings by microphotometer.

い。したがって構造物の測定には携帯型の軽小な写真法が望ましく、構造用材としての粗結晶の問題が本方法によってある程度解決されるなら、X線応力測定範囲は飛躍的に広がるであろう。

(昭和47年5月30日 日本材料学会第21期総会講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 小長哲郎, “微小焦点X線回折ならびに細束X線回折技術”, p. 53 (1970) 日本材料学会
- 2) Peiser, H.S., H.P. Rooksby, and A.J.C. Willson, “X-Ray Diff. by Polycryst”. Met. p. 454 (1960) Chapman and Hall Ltd., London
- 3) Gay, P., and A. Kelly, Acta Cryst., **6**, 165 (1953).