X線応力測定法のデータ処理の一方法*

吉 岡 靖 夫**

A Method of Data Treatment for X-Ray Stress Measurement

by

Yasuo YOSHIOKA

(Musashi Institute of Technology, Tokyo)

The standard method for X-ray stress measurement was recently established by the Committee on Mechanical Behaviour of Material, Japan. Thus, the stress determination by means of X-rays will be more widely used in the future at laboratories or factories on the basis of this standard, and the automatic measurement will be required as the numbers of measurement increase.

In "the standard method", the diffraction profile is recorded as the intensity-angle curve by means of a counter. The peak position of the profile, 2θ , is graphically determined by the half-value breadth method, and the stress σ is then calculated from the gradient of 2θ - $\sin^2\psi$ diagram.

In this paper presented is a half-value breadth method by digital computation to determine the peak position of profile, which is suitable for the automatic measurement of X-ray stress. Several examples are also shown. In this method, the diffraction intensities are converted to the digital values at equal intervals in the diffraction angle. The background line of profile is calculated from the data of both ends of the profile on the basis of correlation coefficient of linear regression. The half-value breadth line is then drawn parallel to the background line. The values at the intersections between the half-value breadth line and the profile are calculated approximately by the simultaneous equations, and the midpoint between two intersections is defined as the peak position.

The measurements of stress were performed by the standard method and this computation method on several carbon steel specimens. The measured values of peak position of profiles by these two methods almost agreed each other, and the difference of stresses by these methods was as small as under 1 kg/mm^2 .

(Received Aug. 30, 1973)

1 緒 言

X線応力測定法は、この十年程の間に飛躍的な進歩を遂げ、特に残留応力の測定に関しては最も一般的な測定法として取り扱われるようになった。そして、最近ではX線応力測定標準も制定され、その用途がさらに増大することが予想される。

このような現状で、さらに望まれることの一つは、測定を自動化して省力化を図るとともに、測定誤差を少なくすることである。自動化の試みは、すでにある程度は実行されているが、本格的な研究開発はこれからという段階である。

X線応力測定を自動化するにあたっては、i) 試料

の装置へのセット、ii) X線入射角、計数管の走査範囲の設定、運転などの測定プロセス、iii) データの集録および処理の三段階に一応分けて、そのおのおのについて自動化の方法を検討、さらにこの三つを有機的に結合することが必要である。この場合、i) の試料の装置へのセットに関しては、同一形状寸法の特定場所の測定というような場合を除いては、技術的に相当困難であり、またその必要性もあまりないようである。ii) の測定プロセスの自動化については、小型の電子計算機と装置の結合により比較的容易に実現することが可能であり、現に市販の装置にも取り付けられているものがある。

さて、iii) のデータ処理等に関しては、結果に直接影響を与えるためきわめて重要であるが、現在その方

* 原稿受理 昭和48年8月30日

** 正会員 武蔵工業大学 東京都世田谷区玉堤

式は定まったものが見当たらない．今まで，最も多く用いられX線応力測定標準でも採用されている方法は，自記録した回折強度曲線のピーク位置を半価幅法で求め， $\sin^2\psi$ 法により応力を算出するものである．このプロセスが最も時間を要し，また，誤差の入る確率の多い部分である．このプロセスを電算機を導入して自動化するためには，上述のようなアナログデータは不適当であり，回折強度曲線を何らかの形でデジタル型のデータとして表わして処理することが望ましい．この種の処理を行なう場合，よく採用される方法は，定時計数法で，回折線ピーク付近の強度を三点あるいは五点測定して放物線近似を行ないピーク位置の算出を行なう方法であった．しかしながら，X線応力測定では，測定する材料により回折線幅は狭いものから広いものまでを取り扱わねばならず，その形状によっては放物線近似がしがたい場合や，バックグラウンドの補正が必要になることがある．また，応力測定標準で制定されている方法による測定値との対比もあり検討がされていない．そうして，自動化して応力を測定するにしても，できるだけ応力測定標準に沿って行なうことが，データの互換性の点からも望ましい．

そこで，本報告では，回折強度を回折角 2θ 上で等間隔に記録して，ピーク位置を電算機を用いて半価幅法で測定する方法を考え，自動データ集録装置をX線応力測定装置に結合させ，集録したデジタルデータより応力を求め，測定標準による結果と比較検討したところ好結果を得たのでその方法および実測結果などを報告する．

なお，本報では，測定標準による応力測定法をアナログ法，本報で報告するデジタルデータによる測定法をデジタル法と以下呼ぶことにする．

2 デジタルデータによるピーク位置決定法

Fig. 1 は，半価幅法によるピーク位置決定法を図式に示したものである．まず(1)両端の回折線スノ部分よりバックグラウンド A を求める．(2)バックグラウンドに平行で回折線最高位置に接する線 B を引く．(3) A と B の $1/2$ の位置を通る線 C を引き回折線との交点をそれぞれ D ， E とする．(4)線分 DE がいわゆる半価幅で

Fig. 1. Determination of peak position by half-value breadth method.

Fig. 2. Half-value breadth method by digital data.

あり，この中点 F が求めるピーク位置である．これがX線応力測定標準で採用されているピーク位置決定法であり，前述のように本報ではアナログ法と呼ぶ．

つぎに，この操作をデジタル計算によって行なうことを考える．回折強度曲線の代わりに，Fig. 2 のように，回折角上に等間隔に回折強度 I_i を測定する．まず，Fig. 1 のバックグラウンド線 A の決定である．通常のプロファイルは $K\alpha$ 二重線，吸収などのため非対称であり，また装置の回折角 2θ の走査範囲の制約などから，低角側と高角側のバックグラウンドの長さが等しくなるとは限らない．また，応力測定ではプロフィール幅の狭いものから広いものまでを取り扱うため，あらかじめバックグラウンド長さを決めておくことも困難である．そこで上記の諸条件を考慮して低角側より高角側への回折強度を $I_1, I_2, \dots, I_{N-1}, I_N$ とした際両端の三点ずつ，すなわち I_1, I_2, I_3 および I_{N-2}, I_{N-1}, I_N の6個の値をもって仮のバックグラウンド線

$$y = A' \cdot 2\theta + B' \quad (1)$$

を求めた．ついで各回折角 $2\theta_i$ における回折強度 I_i と仮のバックグラウンド強度 y_i の偏差自乗 $(I_i - y_i)^2$ を求め，この値の小さい順にデータ $(2\theta_i, I_i)$ を並べかえ，この順序にデータを6個とりバックグラウンド

$$y = A \cdot 2\theta + B \quad (2)$$

および相関係数 R を求めた．そうして， R の値がある設定値より小さくなるまで，データ数を順次1個ずつ加えて， A ， B ， R を再計算してバックグラウンドを決定する． R の値は，図式にバックグラウンドを引いた際，回折曲線が，この線より離れ始める点，すなわち Fig. 1 の G ， H 点より外側のデータが A ， B の決定にすべて使われるように設定すればよい．したがって実測によってあらかじめ決めておく必要がある．

ついで，回折強度の最大値 $I_{\max}$ を探し，(2)式より半価幅線 C を求める． $I_{\max}$ に対応する回折角を $2\theta_{\max}$ とすれば，半価幅線の方程式は

$$\begin{aligned} y &= A \cdot 2\theta + \frac{I_{\max} - A \cdot 2\theta_{\max} + B}{2} \\ &= A \cdot 2\theta + C \end{aligned} \quad (3)$$

となる。この半価幅線がプロフィールと交わる点をそれぞれ D , E とするが、近似計算によって求めた^{*1} Fig. 2 のプロットしたデータのうち、低角側交点は J と K の間に、高角側交点は P と Q の間に存在する。そこで、この2点間は直線とみなし、この直線と半価幅線 C との交点を D , E とした。この2点の 2θ 座標をそれぞれ $2\theta_D$ と $2\theta_E$ とするとピーク位置 $2\theta_F$ は次式で与えられる。

$$2\theta_F = (2\theta_D + 2\theta_E) / 2 \quad (4)$$

データの読み込みおよび以上のプロセス、さらに $\sin^2\psi$ 法による応力計算を行なうプログラムを作成して、ピーク位置および応力を求めた。この方法を本報ではデジタル法と呼ぶ。実際にはX線応力測定装置にデジタル型データ集録装置を取り付け、X線出力をテープアウトさせ、プログラムを実行させたので以下その方法、結果について報告する。

3 デジタルデータ集録装置

従来、X線強度分布をデジタルデータとして記録する場合は、ステップスキャンニングによる定時計数法或は、定計数時間測定法が採用されることが多い。この方法は、X線強度のばらつきによる誤差が少なく、また、時定数をもたないため、正確な回折強度を求めるには適した方法であるが、測定に要する時間が、一般のアナログ的な自記記録法に対してきわめて多いのが欠点である。

一方、X線応力測定を行なうとき、記録された回折強度曲線を観察することにより、材料の状態、たとえば熱処理の適否、かたさ、脱炭層の有無、結晶粒の大小、異方性の有無などもある程度判定することが可能であり、応力値とともに、これらの観察結果は材料強度研究上重要な資料となる。しかし、出力データがデジタル型の場合は、上述のような材料状態を目視によりただちに判定することは困難な場合が多い。そこ

Fig. 3. Block diagram of equipment for X-ray stress measurement by digital computation.

*1 内部ひずみが少なく $K\alpha$ 二重線がよく分離する回折線については、半価幅線と回折線の交点が四点あるいは三点となる可能性もあるが、応力測定では平行ビーム法を用い、またスリット発散角も大きいものを使用することにより内部ひずみの少ないものでも明確な回折線の分離がされがたく半価幅線と二点 DE のみで交わると仮定している。

で、従来の測定装置にデジタルデータ集録装置を装着して、アナログ図形を従来どおり記録させるとともに、等間隔ステップでX線強度をデジタル化させる形式を採用した。Fig. 3は、装置のブロック図である。比例計数管よりのX線出力はレートメータを経て、通常どおりレコーダへ送られる。一方、レートメータ出力はアナログ-デジタル変換型電圧計へも送られ、デジタル電圧に変換される。そうして、ゴニオメータに取り付けられた回折角検出装置により、回折角上 0.1° 間隔でサンプリング信号をA-D変換器に送り、X線強度のサンプリングを行ない、テープへさん孔させた。サンプリング信号は、ゴニオメータ駆動軸が一回転で 2θ の 1° に相当するので、Fig. 4のような円板を駆動軸に外から取り付け、円周上に等分に10個の $1\text{ mm}\phi$ の穴を明け、フォトトランジスタで 0.1° ごとに回折角の検出を行なった。A-D変換器等の主な特性を Table I に示す。

Fig. 4. Photoelectric detector for sampling of diffraction angle.

Table I. Specifications of A-D converter.

$\Delta 2\theta$ Detector	
Detector	Phototransistor
Count speed	50 ms
Sampling interval	0.1°
A-D Converter	
Range	$0 \sim +9,999 \text{ mV}$
Number of figures	Four figures
Accuracy	$\pm 0.1\% + 1 \text{ digit.}$
Resolving power	$1 \mu\text{V}$
Sampling speed	200 ms

4 実 測 例

まず、回折強度データの自動集録を行なうに先立って、自記記録した回折線プロフィール上で、回折強度を

読み取りこれよりピーク位置，応力を求めた．ついで，試作した装置によりデータをA-D変換してテーブアウトしたものについて計算を行なった．

4・1 使用材料および実測条件

回折線プロファイルの幅の狭いものから広いものまで，四種の炭素鋼試料をそろえた．Table II に材料の化学組成，熱処理，かたさ，半価幅を示す．

Table II. Chemical composition of materials and condition of heat treatment, hardness and half-value breadth of profile.

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
A, A', B	0.33	0.22	0.70	0.017	0.008	0.13	0.05	0.07
C, D	0.59	1.78	0.86	0.013	0.034	0.15	0.07	0.21

Specimen	Heat treatment	Hv	β
A, A'	900°C, 40 min, FC	180	1.6°
B	900°C, 20 min, OQ, 300°C, 1 hr.	717	3.6°
C	850°C, 30 min, OQ, 600°C, 2 hr, OQ	324-327	2.0°
D	850°C, 30 min, OQ, 300°C, 2 hr, OQ	645-650	5.5°

測定機器は平行ビーム式X線応力測定装置であり，Table III に示す条件にてプロファイルを描かせた．応力測定はいずれも $\sin^2\psi$ 法によったが，試料 A, A' および B は ψ 固定法 ($\theta-2\theta$ 法)，C および D は ψ_0 固定法 (X線入射角固定) を採用した．回折強度の読取間隔は，A, A' および C については 0.2° おきに，B, D については 0.5° おきにして，自記させたプロファイルより強度を読み取った．

ついで，データ自動集録装置により回折強度を 0.1° おきに記録したものについてピーク位置および応力を

Table III. Conditions for stress measurement by X-rays. (Diffraction intensities were measured from profile recorded.)

Characteristic X-ray	V-filtered Cr-K α				
Diffraction plane	α -Fe (211)				
Tube voltage	30 kV				
Tube current	2-10 mA				
Irradiated area	$2 \times 10 \text{ mm}^2$				
Slit divergence	0.70°				
Scanning speed	$2^\circ/\text{min.}$				
Chart paper speed	40 mm/min.				

Specimen	Counter	Count range (CPS)	Time const (SEC)	Scanning range	Sampling interval
A, A'	P C	1 000	8	$148^\circ-164^\circ$	0.2°
B	P C	1 000	8	$148^\circ-166^\circ$	0.5°
C	S C	4 000	16	$148^\circ-165^\circ$	0.2°
D	S C	2 000	16	$140^\circ-170^\circ$	0.5°

Table IV. Conditions for stress measurement by X-rays. (Diffraction intensities were converted to digital values from ratemeter output voltage by the A-D converter.)

Characteristic X-ray	V-filtered Cr-K α
Diffraction plane	α -Fe (211)
Tube voltage	30 kV
Tube current	2-8 mA
Irradiated area	$2 \times 10 \text{ mm}^2$
Slit divergence	0.70°
Counter tube	PC tube
Count range	1 000 cps
Time constant	8 sec.
Scanning speed	$2^\circ/\text{min.}$
Scanning range	$148^\circ-164^\circ$
Chart paper speed	40 mm/min.
Sampling interval	0.1°
Number of samples	160

測定した．X線装置は上述のものと同一で，主な測定条件を Table IV に示す．ただ，回折線幅の最も広い試料Dについては，装着したX線装置では測定ができないので除外した．

4・2 実測結果

4・2・1 回折プロファイルよりの測定結果 Fig. 5 に自記記録した回折プロファイルより強度を 0.5° おきに測定，プロットした一例を示す．目測によりバックグラウンドを引き，回折線がバックグラウンドと離れる点 G, H を求めると，G が 151° ，H が 162.5° となった．一方，仮のバックグラウンドを(1)式により求め， $(I_i - y_i)^2$ を計算，この値の小さい順に I_i のデータを並べ換えた結果が角度マーク上の数字である．ほぼ低角側と高角側に等分に並び，G は15，H は14でありこれより小さい番号のものは外側に存在する．そこでこの番号1より15までのデータにより(2)式の計算を行なうと

$$A=0.2098, B=-28.8254, R=0.9773$$

となった．R の値は，バックグラウンドの凹凸，決定に用いたデータ数に依存するが，凹凸を同一とするとデータ数が多くなるほど，R の値が小さくなる．した

Fig. 5 Relation between diffraction intensities and diffraction angles

Fig. 6. Change in peak position of profile with number of data for determination of background line.

がってサンプリングの間隔とバックグラウンド決定のデータ数により R の設定値を設ける必要がある。しかし、Fig. 6 に示すように、横軸にバックグラウンド決定に用いたデータ数を、縦軸にピーク位置および相関係数 R の値をプロットすると、ピーク位置はデータ数の大小にはあまり関係がない。通常の応力測定では、回折角 2θ の精度は小数点以下二桁までで充分であるので、あまり、バックグラウンド決定のためのデータ数を厳密に考える必要はないようで、したがって R の設定値についてもおおよそその値で充分と考える。

半価幅法によるピーク測定の特長は、バックグラウンドと回折線強度最大点の間の $1/2$ の高さに正確に半価幅線がなくともピーク位置測定結果に与える誤差があまり大きくないことである。今回測定した回折線についても、回折強度最大点とバックグラウンドの間の高さの $\pm 5\%$ 半価幅線を上下にずらしてもピーク位置の変化は 0.005° 程度までにおさまった。したがって、バックグラウンド決定のデータ数の多少の差はピーク位置決定には、ほとんど影響を与えないものとする。

ついで、ピーク位置および応力値の測定結果を Table V に示す。応力値について、アナログ法とデジタル法の差は、 A' , B を除いては 0.7 kg/mm^2 以内になっている。 A' は $2\theta - \sin^2\psi$ 関係の直線性の悪いものを選んだための結果であり、 B の場合は、 ψ が 18° の場合のピーク位置が、アナログ法では 156.53° 、デジタル法では 156.497° となっていることに起因する。これは、Fig. 2 の PQ 点の間が実際のプロフィールでは直線ではなく、少し高角度側へふくらんでいるためにアナログ法によるピークが高角度側へあるためである。しかし、読取間隔を細かくすることによりこの種の誤差は防ぎうるものと考えられる。

以上のように、プロフィールから読み取ったデータに

Table V Values of peak position and stress.

Specimen	A		A'		B	
ψ	A	D	A	D	A	D
8°	156.30	156.296	156.20	156.207	156.58	156.574
18°	156.28	156.266	156.22	156.186	156.53	156.497
28°	156.20	156.202	156.23	156.201	156.43	156.421
36°	156.15	156.158	156.23	156.209	156.35	156.345
43°	156.10	156.055	156.20	156.244	156.28	156.269
53°	156.03	156.035	156.20	156.216	156.18	156.171
$\sigma \text{ (kg/mm}^2\text{)}$	13.5	13.7	0.5	-1.5	15.6	19.3
R	0.9977	0.9826	0.3175	0.6282	0.9993	0.9963

Specimen	C		D	
ψ	A	D	A	D
11.59°	156.58	156.556	156.08	156.075
11.59°	156.55	156.551	156.05	156.069
26.59°	156.56	156.584	156.13	156.139
41.59°	156.65	156.638	156.18	156.185
56.59°	156.73	156.717	156.28	156.312
56.59°	156.73	156.719		
$\sigma \text{ (kg/mm}^2\text{)}$	-7.8	-7.6	-9.4	-10.1
R	0.9735	0.9955	0.9894	0.9875

A Analogue method D Digital method

よる測定は充分満足のいくものであったが、自動集録の場合には、 A - D 変換器の直線性や変換速度なども測定精度に影響を与えられらるのてつぎにその測定結果を報告する。

4.2.2 データ自動集録装置による測定結果 用いた A - D 変換器によって求められたデジタル測定値が、自記したプロフィールと一致するかがまず問題となるので、できるだけ回折線幅が狭く立ち上がりの急なプロフィールについて変換特性をチェックした。Fig. 7 はその結果の一例である。プロットしてある黒丸は変換して得られた電圧に相当する。原プロフィールとはほとんど同じ電圧が変換後にも得られている。ただよく観察すると回折線の立ち上がりが大きい部分ではわずかなではあるが、変換電圧の方が低い電圧であり、立ち下りの急な部分では逆に高くなっている。これは変換器の時定数のために生じたものと考えられるが、問題とはならない程度のものである。このデータで、アナログ法で求めたピーク位置は 156.375° 、デジタル法では 156.376° であり前述のプロフィールより直接求めたものと同様よい一致をみた。

ついで、材料 A , A' , B および C さらに他の材料についてアナログ法とデジタル法によってピーク測定を行ない測定値の偏差を求め、78個のサンプルにつき平均値を求めたところ、 0.003° であった。

さらに、試料 C については、既知の曲げ応力を与えその際の X 線応力をアナログ法とデジタル法の双方で測定して比較を行なったが、その結果を Fig. 8 に示

Fig. 7. Plots of converted digital values of diffraction intensity to profile.

Fig. 8. Relation between applied stresses and X-ray stresses by analogue and digital methods. (Specimen C)

す. いずれの場合も応力測定値の差は 1 kg/mm^2 以内であり測定誤差を考慮すればきわめて良い一致が得られたものと考えられよう.

5 結 論

X線応力測定を自動化する場合を考え、半価幅法による回折線ピーク位置測定をデジタル計算で求める方法を考え、従来の回折強度分布曲線より図式に求める方法と比較した.

その第一として、プロフィールより直接測定した回折強度についてピーク位置を求め、さらにプロフィール信号電圧をアナログ-デジタル変換型電圧計で自動的

に変換したものについても同様な測定を行なった.

測定結果はいずれの場合も図式に求めたものときわめて良い一致が得られた. そうして応力値についても, 1 kg/mm^2 以内の差に納まっていることが明らかになった. この方法は, X線応力測定法標準で採用されている方法がそのまま適用できるため測定値の比較・検討にも便利でまた回折線プロフィールも同時記録できるため, 回折線プロフィール観察による材料の種々の情報も同時に得られる利点がある.

本報告では, 測定法および, データの自動集録による結果のみにとどまったが, X線入射角の設定, 計数管の走査範囲の設定, 運転を自動化して本装置と結合すれば, 試料セットが完了すればあとは測定結果までが人手を経ずに完了させられよう.

さらに, 測定精度を非常に要求し, 吸収因子やかたより因子の補正などが必要となる場合にも, このようなデータの集録方法は, その目的にかなうものと考ええる.

なお, 計算は, 武蔵工業大学電子計算機 FACOM 270/30 によった.

(昭和48年8月22日 第1回材料の力学的挙動に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) X線材料強度委員会, X線応力測定標準 (1973).