新型側傾法用装置による粗大結晶試料のX線応力測定*

川 辺 泰 嗣** 関 口 晴 男***
 桐 山 貞 夫****阿 部 野 信 行*****

X-Ray Stress Measurement of Coarse Grain Materials by New Type of the Apparatus for Side Inclination Method

by

Yasushi KAWABE, Haruo SEKIGUCHI, Sadao KIRIYAMA and Nobuyuki ABENO
 (Shimadzu Seisakusho, Ltd., Kyoto)

A new X-ray diffraction stress analyzer is described in this paper. It has the following features; (1) Measurements can be switched between the conventional method or the side inclination method, (2) the side inclination method has η a compensating mechanism, (3) the goniometer is oscillated at right angles to the plane on which the X-ray incident angle is changed during the side inclination method (x -axis oscillation).

X -axis oscillation and Y -axis oscillation (which means the oscillation around the same axis as rotation of Ψ) were experimentally compared for several coarse grained α -iron (211), of which sizes are 15~300 μ .

The results are summarized as follows. (1) The accuracy of the stress measurement for coarse grained specimens depends on the standard deviation of the half value width of the peak profile in every Ψ . (2) X -axis oscillation makes the standard deviation smaller than Y -axis oscillation and has a better effect in oscillation.

(Received Oct. 1, 1975)

1 緒 言

側傾法によるX線応力測定は、歯車の歯底をはじめとする切欠き部の残留応力測定を容易にする方法として注目されてきた。また近年側傾法は普通法に比較して、試料によるX線吸収の影響が小さく測定精度が向上することが明らかになった。同時に側傾法における η 補正の必要性も論じられている。今後、側傾法は広く利用される傾向にあるが、特に粗大結晶試料に必要な入射角揺動機構については普通法と同じ機構ではその揺動効果が少ない。

したがって、このほど側傾法および普通法に適用できる揺動効果の大きい機構を開発したので、二、三の粗大結晶粒試料についてこの機構を採用して測定を行った場合の揺動効果を述べるとともに、各X線入射

角における回折X線プロファイルの半価幅標準偏差と揺動効果に相関性があることを実験的に証明したので報告する。

2 側傾法によるX線応力測定

2・1 η 補正機構

Fig. 1 に普通法と側傾法の原理を示す。図のような凹形状試料の σ_x を測定する場合、両法ともにそのX線入射角は XOZ 面内で回転される。異なる点は検出器の走査方向が直交していることである。すなわち普通法ではデバイ環を XOZ 面で切る方向であり、側傾法ではこれと直角な面で切る方向である。したがってX線入射角が大きくなると、同じX線入射角度でも普通法の方が側傾法より、その検出器の位置がより試料側側にあり、X線吸収因子の影響をより大きく受ける。

一方、側傾法のみについていえば、入射X線を普通法と同じく XOZ 面で試料に入射すると、その回折面法線は XOZ に対して角度 $\eta(=90^\circ-\theta)$ だけ傾き、測定される応力には σ 、成分も含まれることになる。これを避けるには、回折面法線を XOZ 面と一致させる必要があり、入射X線を XOZ 面から角度 η 傾けて入

* 原稿受理 昭和50年10月1日
 ** 正 会 員 (株)島津製作所科学計測第三工場
 京都市中京区西ノ京桑原町
 *** (株)島津製作所科学計測第三工場
 京都市中京区西ノ京桑原町
 **** 正 会 員 (株)島津製作所中央研究開発部
 京都市中京区西ノ京桑原町
 ***** (株)島津製作所中央研究開発部 京都市中京区西ノ京桑原町

Fig. 1. Principle of X-ray stress measurement by the conventional method and the side inclination method.

Fig. 2. Photograph of the X-ray diffraction stress analyzer SMX-50.

射させる機構が必要で、以下に補正機構とよぶ。

2・2 普通法-側傾法両用X線応力測定装置

普通法-側傾法両用X線応力測定装置 SMX-50 形を、

Fig. 2 に示す。図の側傾法アームを除いてゴニオメータ部、X線発生制御部、計数記録部およびゴニオメータコントローラは普通法X線応力測定装置 SMX-50 形と全く同じものである。Fig. 3 はそのゴニオメータ部を示す。検出器の走査回転軸 (x 軸) と ψ 回転軸 (y 軸) は直交し、その交点に試料面をセットしなければならない。また補正をするために、X線入射回転が x 軸でもできるようにしている。この x 軸回転は普通法における ψ_0 に相当する。したがって本機構では、 y 軸方向の応力を普通法で、 x 軸方向の応力を側傾法で試料を固定のままで測定することができる。

Fig. 3. Goniometer with η a compensating mechanism in the side inclination method.

3 粗大結晶試料のX線応力測定

3・1 側傾法用入射角揺動の原理

X線入射角揺動によって回折にあずかる結晶数が増加し、回折線プロファイルの異常がなくなり測定精度が向上するという結果が普通法で得られている²⁾。側傾法も普通法と同じくX線入射角を揺動させると、X線分光用平行スリットが検出器走査方向に並んでいるために、普通法とは直交する軸の回りに揺動され、その効果が小さくなる。すなわち Fig. 4 において普通法と同じようにX線入射回転軸 (y 軸) の回りに揺動さ

Fig. 4. Parallel beam method in X-ray stress analysis.

せた場合, 側傾法ではソーラスリットの分解能のない方向に揺動される。また普通法に比べて試料に照射されるX線は x 方向に制限されており, 回折されたX線はその結果 x 方向に発散するため, 揺動効果はさらに小さくなる。これを補うために検出器の受光面積を制限すると, 通常のX線管は Fig. 4 のように y 方向にその焦点が長くないので, 普通法に比してX線強度が小さいのに, さらにその損失が大きくなる。

3・2 新しい入射角揺動機構

本装置では, 3・1 の原理により, Fig. 3 において, X線入射角回転軸 (y 軸) ではなく検出器走査回転軸すなわち η 補正回転軸 (x 軸) の回りに揺動させている。ただし, 普通法の場合この x 軸はX線入射角回転軸にもなる。すなわち x 軸回転軸は普通法における ψ_0 回転, 側傾法における η 補正, およびX線入射角揺動の三つの目的を兼ねている。揺動角度幅は $\pm 2.5^\circ$ あるいは $\pm 5^\circ$ で, 揺動速度は $3^\circ/\text{sec}$ 一定である。Fig. 5 にブロックダイアグラムを示す。本機構の特長は揺動角度幅の設定にタイマを使用している点である。タイマだけで揺動させるとその揺動中心が移動するので, Fig. 5 の角度目盛板に設けた切欠きを揺動中心として, 毎回揺動はモータの正転および逆転時間をタイマで決

Fig. 5. Block diagram of oscillation control circuit.

めていて, 揺動中心にもどる時間は自由にするようにしている。

4 実 験

4・1 供試材

試料は SPC-1 材 (3.2t) である。熱処理条件を変化させ, おおのこの結晶粒径が JIS No. 9, No. 2.5, No. 1.5, No. 0 に相当する 4 種類について加工し, 表面加工層を電解研磨で除去した後試験に供した。平均結晶粒径はそれぞれ 15μ , 100μ , 160μ , 300μ であ

TP NO	Specimen	Heat treatment	Grain size
A	SPC-1	900°C 1 hr O, Q	JIS, No 9 (max 30μ)
B	"	900°C-1 hr F, C, -10% strain -900°C-1 hr F, C	JIS, No 2.5 (max 150μ)
C	"	900°C-1 hr F, C, -5% strain -900°C-6 hr F, C (twice)	JIS, No 1.5 (max 200μ)
D	"	900°C 1 hr F, C, -10% strain -900°C 6 hr F, C (twice)	JIS No 0 (max 500μ)

Fig. 6. Condition of heat treatment and microstructure of the specimens.

る。処理条件および組織写真を Fig. 6 に示す。測定は $\text{CrK}\alpha$ 線を用い、 $\alpha\text{-Fe}(211)$ 面について行ない、半価幅法でピーク位置を決定した。Table I に測定条

Table I. Condition for X-ray stress measurement.

Characteristic X-ray	$\text{CrK}\alpha$	
Filter	V	
Diffraction plane	(211)	
Tube voltage	30 kV	
Tube current	10 mA	
Irradiation area	$2 \times 2 \text{ mm}^2$	
Divergent angle of soller slit	0.6°	
Incident angle of X-ray	$0^\circ, 25^\circ, 35^\circ, 45^\circ$	
Scanning speed of detector	4	2 deg./min
Time constant	4	8 sec
Chart speed	80	40 mm/min
Full scale	10K	10 K cps
	No oscillation	Oscillation

件を示す。

4・2 実験方法

使用した装置は普通法-側傾法両用形島津X線応力測定装置 SMX-50 形および入射角揺動装置である。結晶粒径の異なる試料について、揺動しない場合、 x 軸揺動した場合および y 軸揺動した場合を比較するために、揺動しない場合と x 軸揺動についてはSMX-50 形の入射角揺動機構を用い、 y 軸揺動については、揺動試料台により試料の方を揺動した。ただし、揺動試料台は偏芯カムによる揺動方式であるが、揺動角度幅はSMX-50 形と同じく $\pm 2.5^\circ$ で、その平均速度も同じく $3^\circ/\text{sec}$ にした。

5 実験結果

5・1 結晶粒径 30μ 以下

30μ 以下の結晶粒径の試料に対してはX線入射角揺動を必要としないといわれている。³⁾ ここでは入射角揺動した場合測定誤差に与える影響を調べた。

Fig. 7 は平均結晶粒径 $15\mu\text{SPC-1}$ 材を x 軸揺動(c),

Fig. 7. X-ray diffraction profiles of 15μ grain size specimen by (a) no oscillation, (b) y -axis oscillation and (c) x -axis oscillation.

5・2 結晶粒徑 30μ 以上

線の強度の方が $K\alpha 2$ 線のそれより強い。このことから x 軸揺動の方が y 軸揺動よりもその揺動効果が大いことがわかる。

Fig. 10 は 4 種の試料について測定した結果を $20 - \sin^2\psi$ 線図にまとめたものである。No. A 試料では揺動してもしなくても差はないが、No. B, C で揺動しない場合は値がばらつく。No. D のように偶然に線図によくのことがあるが、焼なまし試料なので、 -83 kg/mm^2 という応力を得るはずがない。y 軸揺動の場合でも結晶粒径が 160μ をこえる No. C, D 試料ではバラツキが大きく、ほとんど測定は不可能である。No. D のように無理に応力をもとめると -62 kg/mm^2 の応力値を得ることになる。一方 x 軸揺動では 4 種の試料についてすべてよい結果を得ている。このことから揺動の方法は、いわゆる X 線入射角 (ψ) の回転軸まわりに揺動するのではなく、スリットの走査回転軸のまわりに揺動する方がその効果が大きいといえる。

6 考察

粗大結晶試料の X 線応力測定精度について考える場合、 2θ - $\sin^2\psi$ 線図の回帰線からのバラツキだけで判断

Fig. 8. X-ray diffraction profiles of 160 μ grain size specimen.

Fig. 9. X-ray diffraction profiles of 300μ grain size specimen.

できないケースがある。すなわち、Fig. 10の No. D 試料のように、揺動しなくても線図によくのるが応力値は間違っている場合があり、 $\sin^2\psi$ 線図の直線性だけでは不十分である。「X線応力測定標準」では、応力測定誤差を予測するのに $K\alpha$ 二重線のピーク強度と半価幅をもとに統計変動パラメータを算出し、結晶粒径の小さい焼入焼もどし材についてよい相関性が得られている。しかし、このパラメータを用いて溶接材の粗粒域を入射角揺動しないでX線応力測定した場合には相関性がなく、各X線入射角における半価幅の標準偏差 $S(H_w)$ あるいは半価幅の最大誤差の方が、⁴⁾ 測定誤差 (4σ) とよい相関性を示すと報告されている。もともと統計変動パラメータは回折線プロファイルの形として、理想的な $K\alpha$ 二重線を前提としているため、Figs. 8, 9 の揺動しない場合のようなひずんだプロファイルには適用できない。また揺動したとしても ψ 軸揺動のようにその効果が不十分で Figs. 8(b), 9 (b) のようであると、やはり適用できないで、 x 軸揺動によって得られる回折線プロファイルの場合にはじめて有効となる。この意味で x 軸揺動のような揺動効果の大きい

機構を用いることが必要である。

半価幅の標準偏差 $S(H_w)$ が有効なパラメータであるかどうかを確かめるために、Fig. 11 (a)(b)に示すように $S(H_w)$ -結晶粒径および 4σ - $S(H_w)$ で整理した。すなわち $S(H_w)$ は揺動しない場合で結晶粒径とともに増加しており、 ψ 軸揺動でも同じ傾向であるがそのこ配は小さく、 x 軸揺動では結晶粒径に無関係にほぼ一定である。この結果は揺動効果と $S(H_w)$ がよい相関関係にあることを示している。特に No. D 試料 (300μ) は揺動しない場合で $\sin^2\psi$ 線図には偶然によくのっているが測定値は間違っていることを $S(H_w)$ を測定することによりチェックできることは、 $S(H_w)$ がパラメータとして有効であることを証明していると考えられる。

信頼限度95%として計算した 4σ も $S(H_w)$ とよい相関をもっている。この結果はまた、揺動しない場合で、半価幅の標準偏差 0.05 deg 。以下であれば応力測定誤差は 5 kg/mm^2 程度以下になるという報告ともよい一致を示している。⁴⁾

7 結 言

Fig. 10. 2θ - $\sin^2\psi$ diagram.

Fig. 11. (a) Standard deviation of half value width vs. grain size. (b) Standard deviation of stress vs. standard deviation of half value width.

以上の結果をまとめると次のとおりである。

(1) 粗大結晶試料のX線応力測定のために新しい入射角揺動機構を開発した。本機構は従来の装置では普通法の場合にのみ有効であるのに対して、側傾法でもよい揺動効果をもつ機構を有している。

(2) 本装置はまた普通法におけるX線入射角自動設定、側傾法における η 補正および入射角揺動がプッシュボタンで容易に切り替えられる機構を有している。

(3) 平均結晶粒径が15~300 μ の4種のSPC-1熱処理材について(i)揺動しない場合、(ii)従来と同じ ψ 軸まわりの揺動(ψ 軸揺動)の場合および(iii)本機構のスリットの走査回転軸まわりの揺動(x 軸揺動)の場合の三つについて比較した。その結果、応力測定精度は(i), (ii), (iii)の順番によくなっており、本機構の揺動効果が一番よい。

(4) 従来の揺動方式である ψ 軸揺動での測定は、結晶粒径100 μ 位までであり、これを超えると測定精度が低下するが、 x 軸揺動では粒径300 μ でも充分測定できた。粗大結晶試料についても x 軸揺動で充分測定が可能と考える。

(5) 粗大結晶試料のX線応力測定は 2θ - $\sin^2\psi$ 線図の直線だけからその精度を判断できない。半価幅の標準偏差 $S(H_w)$ が測定精度を決定する有効なパラメータである。

(昭和50年7月18日 第12回材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参考文献

- 1) 吉岡靖夫, 第12回材料強度に関するシンポジウム前刷, p. 24 (1975) 日本材料学会
- 2) 知久健夫, 青山威恒, 並川宏彦, 颯田耕三, 岩永省吾, 多田雅昭, 材料, **19**, 1028 (1970).
- 3) 材料強度部門委員会応力測定分科会, “X線応力測定標準” (1973) 日本材料学会材料強度部門委員会
- 4) 平 修二, 林紘三郎, 蒲田政信, 材料, **23**, 2 (1974).