均一な角度分解能を有する位置検出型比例計数管 とステンレス鋼の残留応力測定*

吉 岡 靖 夫** 長 谷 川 賢 一*** 持 木 幸 一***

X-Ray Stress Analysis of Austenite Stainless Steel by a New Position-Sensitive Proportional Counter with Uniform Angular Resolution

by

Yasuo YOSHIOKA

(Musashi Institute of Technology, Tokyo)

Ken-ichi HASEGAWA and Koh-ichi MOCHIKI

(Faculty of Engineering, University of Tokyo, Tokyo)

A position-sensitive proportional counter suitable for the X-ray stress analysis has been developed and residual stress in austenite steel was measured with an apparatus which uses this PSPC system.

The detector was designed to have a good angular resolution overall the counter length for diffracted X-ray beams and a high counting rate. The mean angular resolution measured was about 0.2° in 2θ (FWHM), and the maximum allowable counting rate reached about 40 000 cps. The time required for the data accumulation was shortened to about one-tenth of that of the conventional counter method.

It is generally said that the X-ray stress measurement of austenite steel should be performed on its $\gamma\text{Fe}(311)$ diffraction plane by using Cr-K β radiation and the measurement on $\gamma\text{Fe}(220)$ should be avoided because the strain sensitivity on $\gamma\text{Fe}(220)$ diffraction plane is less than that on $\gamma\text{Fe}(311)$ one. However, the precision of stress determined on $\gamma\text{Fe}(220)$ was better than that on $\gamma\text{Fe}(311)$, if Bragg's angles were measured at many ϕ angles.

(Received Mar. 15, 1979)

キー・ワード：位置検出型比例計数管，X線応力測定，ステンレス鋼

1 緒 言

放射線位置検出型比例計数管 (Position-Sensitive Proportional Counter, PSPC) は入射する放射線を計数すると同時に、それがどの位置に入射したかを示す情報をもって出力する検出器で、X線のみならず中性子、 γ 線などの各種放射線のパターン測定に広く利用されようとしている。

この PSPC を X 線応力測定に用いると、計数管を走査させる必要がなくなり、かつデータ収集時間が普通の計数管法や写真法に比べて極端に短くなる。著者らは前に PSPC 方式による X 線応力測定法に関する研究成果を報告して、測定時間が計数管法の 1/10 以下になること、また測定誤差に関しては計数管法な

にすることは容易で、かつ幅の広い回折プロフィールでも精度を上げ得ることなどを報告し、将来、X線応力測定法の重要な技術となり得るであろうことを指摘した。

その後も検出器そのものの開発と、これに適した応力測定法の研究を行っているが、ここでは前に報告した PSPC の一つの改良型として均一な角度分解能を有する位置検出型比例計数管を作成したのでその動作および構造、性能などについて報告し、さらにこれを用いて行ったステンレス鋼の応力測定について報告する。

2 試作した位置検出型比例計数管

2・1 設計方針

応力測定用としては、一次元検出器で、高効率、高安定でピーク移動の測定精度の高い PSPC が必要である。さらに X 線回折では、回折 X 線は試料上の X 線

* 原稿受理 昭和54年3月15日

** 正 会 員 武蔵工業大学 東京都世田谷区玉堤

*** 東京大学工学部 東京都文京区本郷

線入射点より放射線状に広がることを考えると、一般に作られている PSPC は放射線が垂直に入射したときの分解能を問題にしているのに対して、この場合は斜め入射によっても分解能が低下しないことが望まれる。すなわち位置分解能とは検出器の有効長の範囲内で X 線ビームを垂直に入射したときの値をもって表すが、実際の回折 X 線では、検出器有効長の両端部に行くに従い斜め入射になり、実際の測定時における分解能は低下する。したがって実際には入射角度に対してどの程度の広がりをもつかで性能を表す方が合理的であるので以後は角度分解能にて分解能を表す。実例を Fig. 1 に示す。前報にて報告した試作 PSPC の第一号機（陰極の形によりストレート型と呼ぶ）の角度分解能を示してあり、PSPC 前方 200 mm の地点から X 線を入射している。位置分解能は有効長内ではほぼ 280 ~ 300 μm であるが角度分解能は入射角 α の増大につれて悪化していく。応力測定の場合、プロフィールのピークが $\alpha=0^\circ$ の近辺にくるようにすれば分解能の低

Fig. 1. Angular resolution in 2θ . (Straight type cathode¹⁾)

下によるピーク移動の誤差はあまり問題とはならないが、半価幅を正確に求めたい場合には角度分解能が均一なことが望ましい。さらに現在是有効長は 2θ で 20° の範囲にとどめているが、X 線分析などに使う目的で 2θ の範囲を広げかつその中にいくつもの回折プロフィールが含まれる場合などでは、均一な角度分解能が必要条件となる。そこで本研究では 2θ が 20° の範囲で均一な角度分解能を有する PSPC を作ることにした。

2・2 構造および動作

PSPC の方式としてはアノードに炭素被覆の水晶線を用いた抵抗線アノード方式と、カソードに誘起された電荷から位置検出を行うカソード検出方式があるが、後者はさらに抵抗方式、静電容量方式、ディレーライン方式に分けられる。著者らの開発した方式はカソードに抵抗線を用いたもので、2次元用に開発されたジグザグカソード抵抗線を改良したもので高安定な動作

をすることが特長である。

Fig. 2 に試作した PSPC の構造を示す。 2θ で 20° の範囲をカバーしてまた試料-PSPC 間距離を 200 mm とするので有効長は、70.5 mm に相当することになるが位置に対する出力の直線性を良好にするため有効長は 2θ で約 28° をカバーできるように大きくとっている。測定時には検出器中心が試料に入射する X 線に対して $2\theta_0$ に近い角度だけ傾いた線上にあるようにして、この線に対して検出器は垂直に配置する。

Fig. 2. Schematic illustration for the structure of PSPC.

検出器のカソードは Fig. 3 に示すように $40 \times 120 \times 2 \text{ mm}^3$ のアクリル板に $27 \mu\text{m}\phi$ の Ni-Cr 抵抗線（古河特殊金属製ニューマ）を扇状に前縁で 0.5 mm、後縁で 0.6 mm のピッチで 200 回巻いたものである。扇のかなめに当る部分は前縁から 200 mm の位置にあり、この位置が Fig. 3 の試料表面 X 線入射点となる。そうしてコイル中に点線で示した部分より下部 10 mm が有感領域である。このカソードは巻線の全抵抗を大きくするために有感領域 10 mm に対してカソードの幅を 40 mm にとっているが、これはこの PSPC の特長の一つである。この方式により全抵抗が 52 k Ω となり SN 比の良好な出力が得られる。また用いた線はポテンシオメータ用で長さに対する抵抗値が厳密に管理されているため、カソードの位置と抵抗の間の直線性が良好なものが容易に作られ得る。

次いで、アノードは $20 \mu\text{m}\phi$ 金めっきタングステン線を窓面より 2.5 mm および 7.5 mm の位置に二本

*1 厳密な意味では扇型ではないが、説明の容易さのために本論文では「扇」という表現を用いている。

Fig. 3. Detail of fan-shaped cathode.

Fig. 4. Spreading of angular resolution caused by arrangement of anode.

平行に張って高電圧を与えている。したがって角度分解能を決める要因のうちジオメトリーによるものはこの二本のアノードの配置によって定まる。Fig.4の左のように一本のアノードを有する検出器に α の角度で入射したX線が吸収されて生じた電子はアノードに加えられている電圧によってアノードに対して垂直に集められるから区間 $d \sin \alpha$ の間に分布することになる。すなわち分解能は α の増加につれて低下する。これに対して右のように二本のアノードを張れば分解能の低下は前者の1/2にとどまることになる。

X線の入射窓は $8 \times 100 \text{ mm}^2$ の寸法で 0.3 mm 厚の Be を貼ってあり、Cr-K α 線の測定ではさらにその前に 10 μm 厚の V 箔を貼って K β 線を除去している。

カソードの両端には前報で示したデータ処理回路が接続され最終的には512チャンネル波高分析器 (PHA) にデジタルデータとして回折強度分布が貯えられる。このデータはモニタスクリーン上に表示され、回折プロファイルの監視ができるとともに小型電子計算機にさらに接続してデータの読取からピーク位置の測定および

応力計算が一貫して行えるようになっている。

2・3 性能試験結果

試作 PSPC の性能試験項目として (1)最高計数率、(2)角度分解能、(3)直線性を選びそれぞれを測定した。

(1) 最高計数率

測定は 1 mm ϕ ピンホールを通した 30 kV-20 mA の Cr-K α 線を検出器窓部に置いた 100 μm 厚の鉄箔の重ね板を通して入れて、一定時間内における計数値より計数率を求めた。おのおの鉄箔は入射するX線量を、同じ割合だけ吸収するので対数目盛の計数率と箔の枚数に対する関係は数え落しが始まるまでは直線となる。結果は Fig.5 に示すが、約 40 000 cps が本実験での最高計数率であり、それ以上は測定不可能であった。しかしデータ処理系の処理時間は総合的には約 11 μs であり、これを計数率に直すと約 90 000 cps であるからだいたいこの 4 万 cps あたりが最高計数率と考えられる。また計数率の角度依存性については SUS 304 材の回折線バックグラウンドの形状から判定を行ったが実用上有効長内ではほとんどフラットのバックグラウンドが得られたことから角度依存性のないことが認められた。

Fig. 5. Linearity of counting rate measured by the X-ray beam passed through iron foils.

(2) 角度分解能

有効長中央の垂線上で PSPC より 200 mm の位置をX線入射点として 50 μm の幅の Cr-K α 線を垂線と α の角度で入射せしめプロファイルの半価幅を測定して 2θ 角に変換して角度分解能とした。Fig.1 は前述のように試作第一号機のもので角度分解能は入射角 α の増大につれて悪化しているが本研究で試作した扇型カソード、二本アノードの場合は Fig.6 に示すように α に依存せず角度分解能は一定であり設計意図どお

Fig. 6. Angular resolution in 2θ . (Fan-shaped cathode)

りの均一な角度分解能が得られた。

(3) 直線性

PSPC の直線性とは、位置分解能の測定と同様に有効長内で垂直に入射した X 線の入射位置と、PHA のチャンネル数 N との関係を求めることをいうが、ここでは入射角度 α に対する出力の関係を求めた。測定は(2)節の角度分解能と同じで、プロフィール半幅中点をピークとして Fig. 7 のように α に対してプロットした。1 チャンネルあたりのブラッグ角は 0.052° に相当し、また α と N との相関係数 R は図中にも示すとおり 0.9996 と高く、直線性が良好であることが認められる。なおこの PSPC の垂直入射による位置分解能は端部では悪化した直線性もよくないので垂直入射用としては当然のことではあるが不適である。

Fig. 7. Relation between channel numbers and positions of the collimated X-rays.

3 オーステナイト系ステンレス鋼の応力測定

前述の試作 PSPC によって種々の材料の応力測定を試みたが、ここではオーステナイト鋼の応力測定を行った結果を報告する。SUS 304 系の応力測定は X 線材料強度部門委員会の共同研究結果では Cr-K β 線による γ Fe(311) 面の応力を測定してはほぼ良好な結果

を得ている。⁸⁾しかしここでは PSPC 方式が短時間で応力測定が可能であるという特長を用いて γ Fe(220) 面の応力を測定して精度上からこの測定が決して劣るものでないことを明らかにした。以下その結果について報告する。

3・1 X線応力測定装置の構成

Cr-K α 線による γ Fe(220) 面の応力測定ではブラッグ角 $2\theta_0 \approx 128.8^\circ$ である。そのため一般には側傾法が用いられるが、装置によっては並傾法も可能である。すなわち $\eta \approx 25.6^\circ$ であるから $\psi_0 = -25^\circ$ より $\psi_0 = 20^\circ$ 程度までを数点測定すれば $\sin^2\psi$ の値は 0 から 0.5 までの間の値をとり、これは側傾法による $\psi = 0^\circ$ から 45° までの値とほぼ等価となる。そこで本研究では Fig. 8 に示す並傾法による測定を行った。側傾法の場合は照射域が長方形型となるようなソーラスリットは使用不可能なため 1 mm ϕ 程度のピンホールスリットを用いる必要があり、照射域が大きくて差支えない測定の場合不利である。しかし並傾法では照射面積をあまり大きくしなければ平行ビームスリットが使用可能のため発散角 1° のソーラスリットを用いている。その場合の試料上での照射面積は約 $2 \times 10 \text{ mm}^2$ である。装置は前報¹⁾に報告したものを一部改造したもので 30 kV-20 mA の X 線出力で測定を行った。プロフィールのピーク計数値は 4096 に設定した。なお、測定中は試験片に $\pm 3^\circ$ の揺動を与えている。

プロフィールのピークはデジタル半幅法⁹⁾によったがブラッグ角は前報の方法を簡略化した次の方法で決定した。

応力測定ではブラッグ角の絶対値が必要ではなく、 ψ 角の変化によるブラッグ角の変化を必要とする。そこでひずみの少ない材料のプロフィールを Fig. 8 のように $\psi_0 = -25^\circ$ でかつ入射 X 線と PSPC 垂線間の角 51° で求め、ピークチャンネル数 N_{51} を求める。次いでこの角を 50° および 52° にして再びピークを求め、それぞれのチャンネル数を N_{50} , N_{52} とすると、PHA 1 チャンネル当りのブラッグ角 $\delta 2\theta$ は

$$\delta 2\theta = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{N_{50} - N_{51}} + \frac{1}{N_{51} - N_{52}} \right) \quad (1)$$

となる。したがって、例えば $\psi = 0^\circ$ におけるピークチャンネル数 $N_\psi = 0$ を基準として他の ψ 角におけるチャンネル数 N_ψ との差を求めて、この角度差 $\Delta 2\theta_\psi$ と $\sin^2\psi$ の間の関係を求めれば応力が算出できる。

3・2 被測定材料

市販の 2 mm 厚の SUS 304 薄板より曲げ試験片を作成、機械的負荷応力と X 線の応力との対応を測定した。次いで引張強さ 65 kg/mm² の SUS 304 材を $8 \times 40 \times 60 \text{ mm}^3$ の大きさに機械加工後、表面をグライNDER加工 (WA 30)、超硬バイト仕上加工、グライ

Fig. 8. Arrangement for the X-ray stress analysis of austenite steel.

Fig. 9. Diffraction profiles of ground SUS304 steel.

ンダー加工後 #0/4 エメリー紙により乾式研磨した表面加工処理の異った三種の試験片を用意した。

3・3 実験結果と考察

3・3・1 (311) プロファイルと (220) プロファイルの比較 本研究での測定はすべて $\gamma\text{Fe}(220)$ 面のプロファイルを用いて行っているが、最初に $\text{CrK}\beta$ 線による (311) プロファイルと $\text{Cr-K}\alpha$ 線による (220) プロファイルの例を Fig. 9 に示す。試料はグラインダー加工材である。Fig. 9(a) の (311) プロファイルでは右側に加工誘起変態によると思われるマルテンサイトのプロファイルが見られバックグラウンドが非常に高い。これに対して Fig. 9(b) の (220) プロファイルはバックグラウンドが低く、ピークを半価幅法で測定するのが容易なプロファイルである。(311) プロファイルは被測定材料の状態により形状が著しく変化するため、 $\text{K}\alpha$ 線除去を行うなどの必要性もあるが (220) プロファイルはその点の配慮は必要がない。

しかしながら、ひずみ感度が (220) は $-63.32 \text{ kg/mm}^2/\text{deg}$ と (311) の $-37.26 \text{ kg/mm}^2/\text{deg}$ に比べて約半分であるため従来あまり使われることがなかった。しかし、X線応力測定での精度はひずみ感度によ

ってのみ決定されるものではなく、回折プロファイルの形状にも依存する。ここではひずみ感度とプロファイル形状の両面よりオーステナイト系ステンレス鋼の応力測定精度に関して検討を行う。

$\sin^2\psi$ 法による応力測定の誤差 $\Delta\sigma$ は次式で与えられる。

$$\Delta\sigma = K \cdot t(\alpha, n-2) \sqrt{\frac{\sum [Y_i - (AX_i + B)]^2}{(n-2) \sum (X_i - \bar{X})^2}} \quad (2)$$

ただし、 $X_i = \sin^2\psi_i$, $\bar{X} = 1/n \cdot \sum X_i$, $Y_i = 2\theta_i$ である。今、(311) 面での測定を並傾法で $\psi_0 = 0^\circ, 0^\circ, 15^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 45^\circ$ の計 6 点測定する。次いで (220) 面については、 $\psi_0 = -25^\circ, -15^\circ, -10^\circ, \dots, +20^\circ$ と計 9 点の ψ_0 角について並傾法で測定するときの $\Delta\sigma$ の比較を行う。ただし (2) 式中の $[Y_i - (AX_i + B)]$ は ψ によらず一定であると仮定して ΔY とおく。すると、

$$\frac{\Delta\sigma_{(220)}}{\Delta\sigma_{(311)}} \doteq 2.5 \frac{\Delta Y_{(220)}}{\Delta Y_{(311)}} \quad (3)$$

となるから、もし $\Delta Y_{(220)} = \Delta Y_{(311)}$ であれば精度的には (311) 面の方がはるかに優れている。

しかし ΔY はプロファイルの形状等に依存する量と考えられるのでこの点より ΔY がどの程度の値になるか

を実測値をもとに次に求めてみる。プロフィールの形状によるピーク測定値の誤差は計数管法では次式で与えられている。

$$\Delta Y = \frac{H_W}{\sqrt{I_P}} \sqrt{(1+2\beta^{-1}) \cdot V} \quad (4)$$

ただし, H_W : 半価幅, $\beta = I_P/I_B$, V : 計数管走査速度,

この式を PSPC 方式に書き直すと

$$\Delta Y = \frac{H_W}{\sqrt{I_P}} \sqrt{(1+2\beta^{-1}) \cdot \delta 2\theta} \quad (5)$$

となる。

ここで Fig. 9 で示したプロフィールについて, H_W (deg.), I_P , I_B (何れもカウント数) および β の実測を行うと Table I のようになる。なお, 本実験では (I_P+I_B) は 4096 カウントに設定してある。この値を用いて ΔY の比率を求めると (I_P+I_B) の一定としたときの値が次のように計算される。

Table I. H_X , I_P , I_B and β measured on the profiles shown in Fig. 9.

	$H_W(\text{deg.})$	I_P	I_B	β
$\gamma(311)$	1.56	947	3149	0.3
$\gamma(220)$	0.92	3097	999	3.1

$I_P+I_B=4096$ counts

$$\frac{\Delta Y_{(220)}}{\Delta Y_{(311)}} = 0.17 \quad (6)$$

(3)式に代入して,

$$\frac{\Delta \sigma_{(220)}}{\Delta \sigma_{(311)}} \div 0.43 \quad (7)$$

となり, 結果的には (220) 面の応力の方が精度的に有利となる。PSPC 方式は一つのプロフィール形成の時間が短く, 多くの ϕ 角についてプロフィールを求めることが時間的な面から普通の計数管法に比べて容易なため, このような測定に特に適している。また, ピーク計数値の設定が容易であるため ΔY を目的によって高めることも比較的容易である。

3・3・2 負荷応力と X 線の応力の対応 Fig. 10 に曲げ応力を与え X 線の応力を測定した結果を示す。多少のばらつきは見られるものの, 負荷応力と測定応力の対応関係は良好で最小二乗法によるこ配も 1.0 となっており, 前項に示したように (220) 面でも精度的に充分の測定値が得られることが認められる。なお, 測定時間は 1 プロフィールにつき約 30 秒であり ϕ 角 9 点より応力を決定したため約 5 分で一点の応力が求まっている。これを普通の計数管法で行うと 1 プロフィールに最低 3 分は要するから約 30 分の測定時間が必要となる。

3・3・3 加工による残留応力の測定例 Fig. 11 に

Fig. 10. Relation between mechanically applied stress and X-ray stress of SUS 304 steel.

Fig. 11. Distributions of residual stress of SUS 304 steels machined by grinder, by emery paper or by sintered carbide tool.

グラインダー加工, グラインダー加工後エメリーペーパー研摩および超硬合金バイト加工した SUS 304 材の表面近傍における残留応力分布を示す。グラインダー加工および超硬バイト加工では表面に引張残留応力が発生し, 内部に行くに従って減少していく。しかし, グラインダー研削による強加工では引張残留応力の影響層が大きく, これに対して超硬バイト加工の方が影響層の小さいことが認められる。また, グラインダー加工後表面をエメリー紙で研摩することにより残留応力

が引張から圧縮へ変化しており応力腐食の防止などにこのような処理が有効であろうことが推察される。

4 結 論

X線応力測定用の有効長全体にわたって角度分解能が均一になることを目的とした位置検出型比例計数管の試作を行い各種性能試験を行ったところ、最高計数率、角度分解能、直線性とも充分満足のいく性能が得られた。

つぎに、このPSPCを用いたX線応力測定装置によりSUS 304材の応力をCr-K α 線による $r\text{Fe}(220)$ 面で測定を行い、精度的にCr-K β 線による $r\text{Fe}(311)$ 面での測定に匹敵することを示し、測定時間の短縮化が測定精度の向上にも寄与するであろうことを示した。

本研究で試作したPSPCをさらに発展させることで有効角度範囲がさらに広く、かつその範囲内で均一な角度分解能が得られるようになれば数多くの回折線を記録するX線分析用にも使用が可能であり、今後はこの点についても研究を行う予定である。さらにフィルム法による測定しか行い得なかった微小領域での応力測定を短時間にて行える計数効率の高いPSPCの検出も今後開発する予定である。なお、試料をご提供いただいた(株)日立製作所日立研究所、中川雄策氏に謝

意を表する。

(昭和53年7月20日 日本材料学会第15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) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一, 材料, **27**, 294 (1978).
- 2) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一, 関口 晃, 非破壊検査, **27**, 744 (1978).
- 3) Borkowski, C. J., and M. K. Kopp, Rev. Sci. Instr., **39**, 10 (1968).
- 4) Allemand, R., and G. Thomas, Nuclear Instr. & Methods, 137 (1976).
- 5) Allemand, R., and G. Thomas, Note Tech. LETI/MCTE Nr. 1056 (1974).
- 6) Grove, R., *et al.*, Nuclear Instr. & Methods, 99 (1970).
- 7) Alberi, J., J. Fischer, V. Radeka, L. C. Rogers and B. Shoenborn, Nuclear Instr. & Methods, 127 (1975).
- 8) 有間淳一, 第14回X線材料強度に関する討論会前刷, 1 (1977).
- 9) 吉岡靖夫, 材料, **23**, 244 (1974).
- 10) 川辺泰嗣, 桐山貞夫, 材料, **27**, 221 (1978).