PSPC 方式の X 線応力測定における回折線の補正[†]

大 谷 真 一* 吉 岡 靖 夫*

Correction of X-Ray Diffraction Profiles Measured by PSPC Method

by

Shin'ichi OHYA* and Yasuo YOSHIOKA*

When the X-ray stress analysis is performed by using a position sensitive proportional counter (PSPC), a parabolic (curved) background line is obtained on the X-ray diffraction profile because of geometrical problem of PSPC and absorption of X-rays. Since such phenomenon is especially remarkable in the broadened profile, it is necessary to correct it to a straight background for measuring a diffraction angle or a half-value breadth with high accuracy.

This paper analyzes such curvature of background line of the profile and suggests a correction method to linearize the background line.

The results obtained are summarized as follows:

- 1) The intensities at the both ends of effective length of the PSPC decreased because of the tilt incidence of X-ray beam.
- 2) The correcting factor for the linearization of the background line was essentially the inverse of background intensity. However, because the background is apt to scatter due to the statistical property of X-rays, such factor was determined by smoothing the inverse of the scattering X-ray intensity obtained from a glass plate.
- 3) By correcting the background line, the half-value breadth was able to be measured as a constant value wherever the starting points for determining the background line by digital calculation were positioned.
- 4) On the other hand, the correction was not necessary on the stress measurement.

Key words : X-ray stress measurement, Diffraction profile, Background, PSPC, Half-value breadth, Smoothing

1 緒 言

X 線応力測定は、通常は回折線のピーク位置の変化より巨視的応力を測定するが、この巨視的応力の測定過程で同時に測定される半価幅で表されるような回折線幅のパラメータは、材料の履歴や性質（熱処理の適否、塑性変形量、疲労の進行、かたさ等）を知ることができるので、巨視的な応力とともに重要なパラメータである。

X 線応力測定に位置検出型比例計数管（PSPC）が使われてから 10 年以上が経過しているが¹⁾、PSPC 方式は受光側にスリットがないので、分解能の高い回折強度曲線が得られ、応力測定のみならず半価幅をパラメータとするような研究にも適している。

しかし、PSPC 方式は X 線光学的にはフィルム法と同じために、X 線有感部が直線の PSPC では行路差や X 線の斜め入射の影響により回折強度曲線の両端におけるバックグラウンドが厳密には平坦にならず、曲線になる。特に半価幅が大きい場合や SN 比が悪い場合の回折強度曲線のバックグラウンドにおいては

この影響が顕著に現れる。このような回折強度曲線のバックグラウンド線は決定しにくいので、正確な半価幅およびピーク位置は得られない。

本研究では X 線有感部が直線の PSPC によって測定した回折強度曲線のバックグラウンドが直線とならない原因を検討し、回折強度曲線を実験的に補正する方法を提案し、応力測定と半価幅測定に対する回折強度曲線補正の効果について検討を行った。

2 PSPC の X 線強度分布の検討

Fig. 1 に PSPC 方式の応力測定装置の基本配置を示す。回折 X 線は試料上の X 線入射点より放射状に広がり検出器に到達する。一般のシンチレーション計数管のような 0 次元検出器による測定では X 線入射点を回転中心として検出器を走査させる（その軌跡は図中の円弧に相当）ので円弧上における散乱 X 線強度（バックグラウンド強度）は理論上一定である。

一方、PSPC 方式では X 線有感部が直線のため、通常は測定する回折線が PSPC の中央部にくるように設定する。したがって X 線入射点からの距離（X

[†] 原稿受理 昭和63年9月2日 Received Sep. 2, 1988

* 正 会 員 武蔵工業大学 東京都世田谷区玉堤, Musashi Institute of Technology, Tamazutsumi, Setagaya-ku, Tokyo

Fig. 1. Schematic layout of incident X-ray beam, specimen, diffracted X-rays and PSPC.

線到達距離)はPSPCの有感部中央が最短であり、PSPCの中央から端部に行くにしたがって(Fig. 1に示すように α を決めると、 α の絶対値の増加につれて)大きくなる。X線強度は距離の2乗に反比例することおよび空気中のX線吸収を考慮すると、有感部中央に比べて両端部はX線強度が低下する。

さらに、X線がPSPCに対して斜めに入射するための強度低下も生ずる。よってPSPCによって測定される散乱X線強度(バックグラウンド強度)は一定とならず、中央部で高く端部へ行くほど低くなる分布となる。

そこで、X線の到達距離の差およびX線斜め入射による強度変化について検討した。

2・1 X線の到達距離の差による強度の変化

試料表面から一定強度 I_0 のX線が入射したときの、PSPC有感部でのX線強度分布をX線到達距離の差から計算する。その仮定を以下に示す。

- 1) 空気中のX線吸収による強度は距離に対して指数関数的に低下する。
- 2) X線強度は距離の2乗に反比例する。

Fig. 1に示すように試料表面からPSPCへの到達距離 R' は

$$R' = R / \cos \alpha \quad (1)$$

である。ただし、 R は垂線の長さ(試料-PSPC間設定距離)である。

この R' 間で空気にX線が吸収され、PSPC部でのX線強度 I_1 は次式で表される。

$$I_1 = I_0 \cdot \exp[-\mu R'] \quad (2)$$

ここで μ は空気中のX線吸収係数である。

ところが、 R' の距離をX線が通れば強度は R' の2乗に反比例して低下するから、この効果を併せ考えた α 方向のX線強度 $I(\alpha)$ は次式で表される。

$$I(\alpha) = I_1 / R'^2$$

(1), (2)を代入すると

$$I(\alpha) = I_0 \cdot \cos^2 \alpha / R^2 \cdot \exp[-\mu R / \cos \alpha] \quad (3)$$

となる。

Fig. 2. Distribution of intensity ratio with tilt angle of incident X-rays on PSPC used.

試料表面のX線強度 I_0 は未知なので、試料-PSPC間距離の最短部($\alpha=0$)における強度を $I_{\max}$ とすると式(3)より α に対する強度比は次のようになる。

$$I(\alpha)/I_{\max} = \cos^2 \alpha \cdot \exp[-\mu R(1/\cos \alpha - 1)] \quad (4)$$

一例として $R=200$ mm, α の範囲を $\pm 14^\circ$, CrK α 線が空気を通じた場合のX線強度を計算すると、両端部で $I_{\max}$ に対して約8%程度の強度低下となる。

2・2 PSPCへのX線斜め入射による強度変化

X線がPSPCへ斜めに入射されると位置分解能が低下するために、計数効率が見かけ上低下する。(ただし、斜め入射でも直線性には影響がほとんどない)この低下は使用するPSPCに依存するので実測が必要である。今回、著者らが使用したPSPCは以前に報告したカーボンファイバを用いたアノード抵抗型である²⁾。X線斜め入射による計数効率の測定は次のように行った。

X線ビーム幅50 μ mにして、X線到達距離 R は α に関係なく常に200 mm一定として、 α 方向に対するX線を定時計数した。計数効率は最大計数値 $I_{\max}$ ($\alpha=0$ のときの計数値)に対する $I(\alpha)$ の比として求めた。

測定結果をFig. 2に示す。この結果より入射角度 $\alpha = \pm 14^\circ$ において55~60%の強度低下となっていることが観察された。したがってPSPCの端部における強度低下の要因としてはX線到達距離の差による影響よりもX線の斜め入射による強度低下の影響の方が大きいことが認められた。

PSPCで測定される強度分布が有効長さ方向で一定にならない要因をX線到達距離の差による強度低下およびX線斜め入射に対する強度低下を分けて考えた。しかし実際には両者の重畳効果と考える必要がある。すなわち式(4)で求められる強度比にFig. 2で求められた強度比を乗ずれば最終的な強度変化が求まる。

2・3 回折強度曲線の変化

一般のシンチレーション計数管のような0次元検出器走査方式で測定した回折強度曲線をガウス分布(半値幅 6°)に仮定して、前述の影響により回折強度曲

Fig. 3. Diffraction profiles simulated.

線がどのように変化するかをシミュレーションによって求めた。

その結果を Fig. 3 に示す。X 線到達距離の影響のみを考えた回折強度曲線では、バックグラウンドの両端部での大きな強度低下は観察されず、半価幅もほとんど変化していない。つぎに X 線到達距離および X 線斜め入射の影響を併せ考えた回折強度曲線は両端部でバックグラウンド強度の大きな低下およびバックグラウンドの非線形化が観察された。そしてこの回折強度曲線は実際に PSPC で測定される回折強度曲線に極めて類似した形状を呈する。この回折強度曲線の両端を結んだ線をバックグラウンド線として半価幅を求めたところ 6.67° となり、正確な半価幅を求め難い。

したがって、一定強度の X 線に対する PSPC の有感長さ方向の強度比が既知であれば、その値の逆数（得られた強度曲線のピーク計数値 $I_{\max}$ に対する α 方向の計数値の比）を何らかの関数などに近似して装置関数が求まる。そこでこの補正係数（装置関数）を PSPC 方式で測定した回折強度曲線に乗ずれば、平坦なバックグラウンドを有する回折強度曲線が推定でき、正確な半価幅が求まる。

しかし一定強度の X 線に対する PSPC の有感長さ方向の強度比は X 線到達距離の差および X 線斜め入射の影響を併せて得る必要があるため、実験的に求めなければならない。

そこで、まずブラッグ回折を伴わない散乱 X 線の強度分布を実験により求め、補正係数について検討した。

3 実 験

3・1 散乱 X 線の測定および補正係数の算出

本実験は先に著者らが別個に発表した PSPC 方式^{3),4)}の X 線応力測定装置により行った。いずれも CrK α 線で鉄鋼材料の (211) 面の回折線を測定することを

目的としており、使用した X 線管球および PSPC などと同じ形式である。PSPC の有感部長さ L は 100 mm、試料-PSPC 間の距離 R は 200 mm とした。また波高分析器のチャンネル数は 512 である。この PSPC の設定状態で測定角度範囲 $2\alpha_0$ (Fig. 1 参照) は 28° であり、チャンネルと角度の関係を較正した結果、1 チャンネル当り 0.0702° となっている。

散乱 X 線の強度分布を測定するためには、PSPC の有感領域内にブラッグ回折がないことが望ましいので非晶質のガラス板を試料位置に置いて散乱 X 線強度分布を求めた。Fig. 4 は測定結果の一例で X 線入射角 ϕ_0 が 0° の場合である。下図はピーク計数値を 1024 に、上図は 8192 に設定した散乱 X 線強度曲線である。ピーク計数値の大きい場合は測定に要する時間は長い。しかしピーク計数値の大小にかかわらず、強度分布の傾向はほぼ同じであり、中央よりやや左に小さな窪みが見られることも共通している。これは、アノードに微量な不純物が付着したために生じた現象である。

つぎにこの散乱 X 線強度曲線から各チャンネルの補正係数を算出する方法を検討した。

本来、散乱 X 線強度分布測定の際に大きなピーク計数値を設定すればノイズも少なく、第 n チャンネルの計数値 I_n でピーク計数値 $I_{\max}$ を割った値 ($I_{\max}/I_n$) を直接第 n チャンネルの補正係数にできる。しかし、そのためにはピーク計数値を 128 K カウント程度に設定した散乱 X 線測定が必要で、測定に長時間を要する。

しかし、例えばピーク計数値を 1024 カウントというような小さな値に設定すれば散乱 X 線強度曲線の測定時間は少なくなるが、強度曲線のノイズが大きくなり、求めた $I_{\max}/I_n$ 値もノイズを伴う。

Fig. 4. Distribution of scattering X-rays from glass plate.

Fig. 5. Correction of background line by parabolic regression.

そこでピーク計数値の小さい散乱 X 線強度分布を測定し、 $I_{\max}/I_n$ 値のノイズを除去して補正係数を算出する方法を検討した。

1) 放物線回帰による方法 (放物線回帰法)

各チャンネルの $I_{\max}/I_n$ 値を最小 2 乗法で放物線回帰して補正係数を算出した。この方法で求められた補正係数で散乱 X 線を補正した結果を Fig. 5 に示す。上図の点が $I_{\max}/I_n$ 値、実線が最小 2 乗法により求めた二次曲線である。これに対して下図は補正した散乱 X 線強度曲線であるが、平坦ではなく放物線回帰では補正が不十分であることが認められた。そのため、同じように 3 次および 4 次の多項式回帰を行ったが好結果が得られなかった。

2) 平滑化処理による方法

各チャンネルの $I_{\max}/I_n$ 値を Sevitzky-Golay の方法⁵⁾で 2・3 次多項式適合平滑化処理を行い補正係数を求めた。平滑化点数 $n=21$ で処理した結果を Fig. 6 の上図に示す。また得られた補正係数で散乱 X 線強

Fig. 6. Correction of background line by smoothing.

Fig. 7. Changes in correction factor under various smoothing points.

度曲線を補正したところ下図のような全域にわたりほぼ平坦な分布が得られた。したがって、補正係数の算出は放物線回帰法よりも平滑化処理による方法が精度の高い補正が可能である。

平滑化処理では、平滑化点数によりノイズ除去の程度および補正係数曲線のひずみの程度が異なる。そこで平滑化点数の影響について検討した。Fig. 7 に平滑化点数の相違による補正係数曲線を示す。ピーク計数値を 1024 カウントに設定した散乱 X 線強度分布から求めた $I_{\max}/I_n$ 値を一番上に示し、またピーク計数値が 8192 カウントの場合の $I_{\max}/I_n$ 値を一番下に示す。

ピーク計数値が 1024 カウントの場合の $I_{\max}/I_n$ 値に平滑化点数 $n=11, 21$ で平滑化した曲線はピーク計数値が大きい 8192 カウントの場合の $I_{\max}/I_n$ 値の曲線とほぼ一致した。したがってピーク計数値が小さい散乱 X 線強度分布からでも適切な平滑化点数で処理すれば、ピーク計数値が大きい散乱 X 線強度分布から得られる $I_{\max}/I_n$ 値の曲線と同等の値が得られる。

Fig. 8. Effect of tilt angle Ψ_0 of incident X-rays on distribution of scattering X-rays from glass plate.

つぎに応力測定を行うには、X 線入射角 ϕ_0 を変化させるので、X 線入射角度の相違による補正係数の変化について検討した。Fig. 8 に X 線入射角 ϕ_0 の相違による散乱 X 線強度分布を示す。 $\phi_0=45^\circ$ の散乱 X 線強度曲線は、 $\phi_0=0^\circ$ の場合と比較してピーク計数値を示す位置が高チャンネル側（高角度側）に移動することが観察された。

したがって散乱 X 線強度曲線は入射角 ϕ_0 に対して変化するので、もし応力測定時の回折強度曲線を補正するのであれば、すべての入射角 ϕ_0 に対して補正係数を求める必要がある。

3・2 回折強度曲線の補正例

本研究では鉄鋼材料を CrK α 線を用いて (211) 面の回折強度曲線の測定を目的としている。そこで組織的に安定しているかたさ基準片 (HV300 および HV600) を試料として用いた。

HV600 のかたさ基準片の回折強度曲線を Fig. 9 の下図に示す。この図よりバックグラウンドが中央に向かって勾配を持っていることが観察される。そこで図中の A-B、A'-B' 間の各々 21 チャンネル（各々ほぼ 15° 相当）、計 42 チャンネルを用いて直線回帰してバックグラウンド線を決定し、半価幅を求めると 4.35° となった。しかし A-B および A'-B' の設定位置により、求まる半価幅値が変化する可能性がある。

一方、平滑化処理 ($n=21$) した補正係数を用いて補正した回折強度曲線が Fig. 9 の上図である。補正した回折強度曲線のバックグラウンドは平坦となる。したがって、バックグラウンド内のどの部分を起点としてバックグラウンド線を決定しても半価幅は 4.25° となり、補正が有効なことが認められた。

そこで定量的な検討を行うため、バックグラウンドの起点を変化させて、半価幅およびピーク位置を求め

Fig. 9. Example of diffraction profiles with or without correction.

Fig. 10. Changes in peak position and half-value breadth according to width of channels for determination of background line on broadened profile. (HV600 standard hardness block).

た。バックグラウンド線は回折線ピーク位置から左右等間隔のチャンネル位置をバックグラウンドの起点とし、前述と同様の方法で決定した。補正の有無による回折強度曲線のピーク位置および半価幅の変化を Fig. 10, 11 に示す。

半価幅が大きい回折強度曲線 (Fig. 10) では、補正を行わないとバックグラウンド線を決定するチャンネル幅が大きくなるにしたがい、半価幅値が増加する。しかし、補正をすればバックグラウンドの決め方にあまり影響されず半価幅はほぼ一定となっている。しかし半価幅が小さい回折線の場合 (Fig. 11), バックグラウンド線を決定するチャンネル幅を大きくすれば、補正の有無にかかわらず半価幅値が 2.3° で両者一致している。

Fig. 11. Changes in peak position and half-value breadth according to width of channels for determination of background line on narrow profile. (HV300 standard hardness block).

Fig. 12. Example of 2θ - $\sin^2\Psi$ diagram with or without correction.

一方、ピーク位置は、補正の有無で絶対値に多少の差がある。しかしバックグラウンド線を決定するチャンネル幅の大小に関係なくピーク位置はほぼ一定である。

以上のことから半価幅が大きな回折強度曲線から半価幅を求めるには補正の必要性、有効性が認められた。

ただし、半価幅の絶対値が 2° 程度以下でかつ SN 比が良い回折強度曲線の場合には補正の必要性はあまりない。

3・3 補正の有無の応力測定への影響

Fig. 8 に示したように X 線入射角により補正係数は異なる。そこで、各 X 線入射角における回折強度曲線を補正し、応力測定値の補正の有無による影響について検討した。使用した試験片は HV600 のかたさ基準片である。補正は、ピーク計数値 1024 の散乱 X 線強度曲線より求めた補正係数（平滑化点数 11 点）を使用した。

Fig. 12 に 2θ - $\sin^2\psi$ 線図の一例を示す。補正の有無にかかわらず直線性は良く、応力値も次に示すようにほぼ同じ値であった。

補正無し -1055 ± 35 MPa

補正有り -1057 ± 41 MPa

ただし $\pm$ 以後の数値は 95 % 信頼限界である。

また平滑化点数 ($n=21$) の補正係数で補正を行っても $\sin^2\psi$ 線図の直線性が良くまた補正無しの応力値とほぼ同じ値であった。

したがって応力測定に関しては回折強度曲線の補正は必要ないことが認められた。

4 結 論

PSPC 方式で回折強度曲線を測定する際に生じるバックグラウンドの非線形化は主に PSPC への X 線斜め入射による影響が大きいたことが明らかとなり、実験的な補正法を提案した。また実際の回折強度曲線の補正を行い応力値および半価幅におよぼす影響について検討を行い以下のような結論を得た。

1) 半価幅を正確に求める場合は回折強度曲線の補正が必要であるが、応力測定に関しては補正の必要性はない。

すなわち半価幅値は補正を行うことによりバックグラウンド線の決定の際の起点をあまり厳密に決めなくとも一定値となる。ただし、半価幅が 2° 程度以内であれば補正の必要性はあまりない。

2) 回折強度曲線の補正係数は使用する PSPC の装置関数と考えれば良く、散乱 X 線強度測定により実験的に求めることができる。

3) 補正係数の決定は放物線回帰などの関数化よりは平滑化処理により求める方法が好ましい。

(昭和63年7月21日 第25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**, 216 (1978).
- 2) 吉岡靖夫, 松井久明, 師岡利政, 長谷川賢一, 中島哲夫, 材料, **35**, 755 (1986).
- 3) 大谷真一, 太田省三郎, 第24回 X 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 121 (1987).
- 4) 黄 華雄, 吉岡靖夫, 第24回 X 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 125 (1987).
- 5) 南 茂夫, “科学計測のための波形データ処理”, p. 90 (1986) CQ 出版社.