回折線半価幅による表面応力勾配の測定[†]

大 谷 真 一* 太 田 省 三 郎* 御 園 茂 和**

Measurement of Stress Gradient on Surface by Half Value Breadth of Diffraction Profile

by

Shin'ichi OHYA*, Shozaburo OHTA* and Shigekazu MISONO**

When stress gradient exists in the irradiated area of X-ray diffraction measurement on the surface of a specimen, the half value breadth of diffraction profile (Hw) increases in comparison with that without stress gradient (Hw_0).

When the stress distribution in the irradiated area is uniaxially linear, the change of stress in the irradiated area is proportional to the difference of diffraction angle or peak shift in the area because the diffraction angle at each position in the irradiated area changes linearly. Furthermore, the half value breadth of the profile with stress distribution must be related to the peak shift because the diffraction profile with stress distribution is measured as the integrated sum of the profile at each position in the irradiated area.

In the present study, the quantitative relation between the half value breadth ratio Hw/Hw_0 and the peak shift of profile in the irradiated area was analyzed numerically and experimentally. And a technique to measure simultaneously the stress gradient by using the half value breadth ratio and the X-ray stress was proposed.

Cyclic stress was applied on a thin steel specimen, and the X-ray stress and stress rate as dynamic stress gradient were measured as the mean values during a time interval for the measurement of diffraction profile. And it was verified that the measurement of stress gradient with high accuracy required the incident angle of X-ray beam as large as possible and the error of stress gradient increased with decreasing change of stress in the irradiated area.

Key words : Half value breadth, Diffraction profile, Stress gradient, PSPC, Stress rate

1 緒 言

X 線回折強度曲線の半価幅の変化を材料の塑性変形、熱処理状態あるいは疲労損傷の評価などに使用する試みは多くみられる。回折線半価幅の絶対値は X 線測定条件や装置によっても異なり、また X 線照射面内に応力勾配が存在する場合にも半価幅は変化する。平、林は応力勾配により回折線幅が変化することを利用して回折線の積分幅の変化から X 線照射面積内の¹⁾ 応力勾配を写真法で測定している。この方法を $\sin^2\psi$ 法による X 線応力測定法に適用すれば、1 回の X 線応力測定で応力と応力勾配を求めることが可能であり、例えばき裂先端や応力集中部の応力測定に極端に小さな X 線照射面積を用いなくても応力状態が評価できる。

X 線照射面内に応力変化がない場合の回折線半価幅と応力変化がある場合の回折線半価幅の関係が明確

であれば、X 線応力測定時のある ψ 角における回折線半価幅の変化から X 線照射面内の表面応力変化量が推定できる。X 線照射面内の表面応力勾配はその応力変化量を X 線照射面の長さで除せば得られる。また X 線照射面の応力が時間的に変動するような場合はその推定された応力変動量を測定時間で割れば時間的応力勾配 (応力速度) が求まる。

そこで本研究は、まず X 線照射面内に応力勾配がない場合の回折線半価幅 Hw_0 と応力勾配がある場合の半価幅 Hw の比 (以後半価幅比と呼ぶ) と応力変化量の関係を数値解析および実験により明らかにした。また鋼の薄板試験片の繰返し 4 点曲げ試験を行い、時間的応力勾配を測定し、測定精度についても検討を行った。

2 応力勾配測定原理と数値解析

X 線照射面内の応力変化と X 線回折角の関係を

[†] 原稿受理 平成元年 9 月 11 日 Received Sep. 11, 1989

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

** 学生会員 武蔵工業大学大学院 東京都世田谷区玉堤, Graduate Student, Musashi Institute of Technology, Tamazutsumi, Setagaya-ku, Tokyo

Fig. 1. Schematic explanation of incident X-rays, diffracted X-rays and irradiated area with stress distribution.

Fig. 1 に示す。

試験片表面が平面応力状態の場合、応力と回折角 $2\theta_\phi$ の関係は次式で表される。

$$2\theta_\phi = \frac{1}{K} \cdot \sigma_x \left(\sin^2 \phi - \frac{\nu}{1+\nu} \right) + 2\theta_0 - \frac{1}{K} \cdot \frac{\nu}{1+\nu} \cdot \sigma_y \quad (1)$$

ここで、 K : X 線応力測定定数, ν : ポアソン比

$2\theta_0$: 無ひずみ状態の回折角

ある X 線入射角の時、X 線照射面内に応力変化があれば X 線照射面各位置の応力値によって決まる回折角 $2\theta_\phi$ が位置によって異なる。したがって X 線照射面内に応力変化がある場合の回折線は X 線照射面各位置の回折線を積分した状態として測定される。

X 線照射面内での表面応力が単軸状態で直線変化する場合 (Fig. 1 参照), 式 (1) を微分すると

$$d2\theta_\phi = \frac{|\sin^2 \phi - \nu/(1+\nu)|}{K} \cdot d\sigma_x \quad (2)$$

となる。この式より ϕ を決定すれば応力変化量 $\Delta\sigma_x$ と回折角移動量 $\Delta 2\theta_\phi$ は比例関係である。

一方、回折角移動量 $\Delta 2\theta_\phi$ が大きくなるにしたがい測定される回折線の半価幅は大きくなることが予想される。ここで $\Delta 2\theta_\phi$ を応力変化がある場合の回折線の半価幅 Hw および応力変化がない場合の半価幅 Hw_0 の関数で表すことができれば、式 (2) より応力変化量 $\Delta\sigma_x$ は次式で表せる。

$$\Delta\sigma_x = \frac{K}{|\sin^2 \phi - \nu/(1+\nu)|} \cdot f(Hw, Hw_0)$$

そこで回折角移動量 $\Delta 2\theta_\phi$ と応力変化がある場合の回折線半価幅 Hw および応力変化がない場合の半価幅 Hw_0 の関数を求めることを目的として数値解析を行った。

応力変化がある場合の回折線は応力変化がない場合の回折線のピーク位置を $\Delta 2\theta_\phi$ だけ移動させ積分して得られる。したがって種々の $\Delta 2\theta_\phi$ および Hw_0 を設

(a) Diffraction profile without stress gradient assuming ferrite (211) plane at Cr X-ray radiation.

(b) Diffraction profile with stress gradient simulated by accumulation of one without stress gradient.

Fig. 2. Simulation processes of diffraction profiles for numerical analysis.

定し応力変化がある場合の回折線をシミュレーションで作成し Hw を半価幅法で求めた。

回折線の作成条件を Fig. 2 に示す。

(1) 応力変化がない状態の回折線は特性 X 線 Cr-K α 線, α Fe (211) 面を想定し CrK α_1 , CrK α_2 の合成波形とした。

(2) 合成の条件は CrK α_1 , K α_2 のおのおのの回折線はガウス曲線とし、回折 X 線強度比は $I_{K\alpha_1} : I_{K\alpha_2} = 2 : 1$ とした。またおのおのの半価幅は同値、CrK α_1 と CrK α_2 のピーク位置の差は 0.933° とした。(Fig. 2(a) 参照)

(3) 応力変化がある場合の回折線の作成は $\Delta 2\theta_\phi$ を 400 等分し、上述の回折線のピーク位置を順次変化させ、400 個の回折線の和として求めた。(Fig. 2(b) 参照)

応力変化がある場合の回折線半価幅 Hw と応力変化のない回折線半価幅 Hw_0 の比 $R = Hw/Hw_0$ と回折角移動量 $\Delta 2\theta_\phi$ の関係を Fig. 3 に示す。

おのおのの Hw_0 で半価幅比は $\Delta 2\theta_\phi$ の 2 乗の関数となっている。また同じ $\Delta 2\theta_\phi$ に対して Hw_0 が小さ

Fig. 3. Relation between half value breadth ratio of profile simulated and peak shift.

Fig. 4. Change in coefficient C of the expression for half value breadth.

いほど半価幅比は大きいことが観察された。この結果より半価幅比から応力変化量を求めるには半価幅 Hw_0 が小さいものほど応力変化の検出能が高いことがわかる。

つぎに半価幅比 R を次式のように表し、係数 C と Hw_0 の関係を求めた。Fig. 4 に結果を示す。

$$R = Hw/Hw_0 = 1 + C \cdot (\Delta 2\theta_\phi)^2 \quad (3)$$

式(3)の係数 C は Fig. 4 より Hw_0 のべき乗で示されることがわかる。この乗数を調べた結果乗数はほぼ -2 となった。したがって C は次のように表せる。

$$C = 0.237/(Hw_0)^2 \quad (4)$$

したがって式(3)は以下のように示すことができる。

$$R = 1 + \frac{0.237}{(Hw_0)^2} \cdot (\Delta 2\theta_\phi)^2 \quad (5)$$

式(5)より $\Delta 2\theta_\phi$ は

$$|\Delta 2\theta_\phi| = 2.054 \cdot Hw_0 \sqrt{(Hw/Hw_0 - 1)}$$

となり、式(2)に代入すると応力変化量 $|\Delta \sigma_x|$ は次式となる。

$$|\Delta \sigma_x| = \left| \frac{K}{|\sin^2 \phi - \nu/(1+\nu)|} \right| \cdot 2.054 \cdot Hw_0 \sqrt{(Hw/Hw_0 - 1)} \quad (6)$$

ただし $\Delta \sigma_x$ および $\Delta 2\theta_\phi$ は以後絶対値の記号を省略する。

数値解析により半価幅比と回折角移動量 $\Delta 2\theta_\phi$ の関数関係が明らかとなり、応力変化がある場合の回折線半価幅 Hw を測定し半価幅比を求めれば応力変化量が算出でき、測定区間(例えば X 線照射面の長さ)で割れば平均的応力勾配が求められる。

ただし応力勾配を求める際に留意する点は $|\sin^2 \phi - \nu/(1+\nu)|$ が可能な限り大きくなるような ϕ 角を選ぶことが重要である。また本方法は応力勾配の正負の判定ができない。しかしき裂先や応力集中部のような応力漸増あるいは漸減する箇所であれば応力測定場所を少しずつ移動して応力測定を行い、その応力の分布から応力勾配の正負を判定することは可能である。

3 実 験

3・1 試験片の X 線的特性

本実験に供した材料は市販の高張力鋼 HT80 (板厚 16 mm) で機械加工を行い試験片とした。使用した鋼材の降伏点は 853 MPa, 引張強さは 902 MPa である。試験片形状を Fig. 5 に示す。なお試験片は板厚 3 mm, 4 mm の 2 種類とした。

この試験片に静的 4 点曲げ試験機で 700 MPa まで 100 MPa ごとに付加応力を与え、 $2\theta - \sin^2 \phi$ 線図を作成した。付加応力は試験片の X 線照射側の面にひずみゲージ (G.L.=2 mm) を貼り検出した (Fig. 5 参照)。X 線応力測定装置は位置検出型比例計数管 (PSPC) 方式の装置で波高分析器のチャンネル数は 512 である。角度とチャンネルの関係は 1 チャンネル当たり 0.0707° となっている。応力測定の設定ピーク計

Fig. 5. Shape and dimensions of a specimen used.

Table I. Conditions of X-ray measurement.

Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction plane	α Fe (211)
Tube voltage	30 kV
Tube current	10 mA
Divergent angle	0.34°
Irradiated area	$1.5 \times 10 \text{ mm}^2$, rectangle
Filter	Vanadium foil

Fig. 6. 2θ - $\sin^2\psi$ diagram.

数値は 2048 カウントで行い、他の X 線測定条件を Table I に示す。

得られた 2θ - $\sin^2\psi$ 線図 (板厚 4 mm) を Fig. 6 に示す。

この線図上のすべての測定値を用いて式 (1) を以下のように示し、未知数 A_1 ~ A_4 を SIMPLEX 法により非線形最小 2 乗法解析を行った。

$$2\theta_\psi = A_1 \cdot (\sigma_a + A_2) \cdot (\sin^2\psi - A_3) + A_4$$

$$A_1: 1/K, A_2: \text{残留応力}, A_3: \nu/(1+\nu)$$

$$\sigma_a: \text{付加応力}, A_4: 2\theta_0 - 1/K \cdot \nu/(1+\nu) \cdot \sigma_y$$

結果は以下に示すとおりである。

$$K = -354 \text{ MPa/deg} \quad \nu = 0.261$$

$$\text{残留応力 } \sigma_r = -59.9 \text{ MPa}, A_4 = 156.168 \text{ deg}$$

$$\nu/(1+\nu) = 0.207$$

この式から応力変化に対する回折角移動量は

$$d2\theta_\psi/d\sigma_a = -1/354 \cdot (\sin^2\psi - 0.207) \quad (7)$$

となる。この値の絶対値が大きくなるような ψ 角を選択した方が同じ応力変化量に対して回折角移動量が大きくなり、半価幅比 (Hw/Hw_0) が大きくなる。そこで本実験では $\psi = 54^\circ$ ($\sin^2\psi = 0.655$) を用いることにした。

また Fig. 6 の各半価幅は、 $\sin^2\psi$ の値で異なるが、同一の $\sin^2\psi$ 値であれば付加応力に関係なくほぼ一定の値であった。

$\psi = 54^\circ$ の半価幅は以下のとおりである。

$$t = 3 \text{ mm}, Hw_0 = 1.847 \pm 0.0056 \text{ (68.3\% 信頼限)}$$

$$t = 4 \text{ mm}, Hw_0 = 1.899 \pm 0.0037 \text{ (68.3\% 信頼限)}$$

3・2 数値解析結果の実験的検討

半価幅比 R と回折角移動量 $\Delta 2\theta_\psi$ の関係は数値解析により式 (5) で表せることが明らかとなった。そこで実際に半価幅比 R が $\Delta 2\theta_\psi$ の 2 乗の関数となっていることを実験的に検証した。

まず試験片に直線の応力勾配を与える方法を検討し

Fig. 7. Applied stress on a specimen and the interval for measurement of diffraction profile.

た。平滑試験片に一定速度で負荷を与えれば、X 線照射面内全体の応力は時間に対して直線的に変動し、その間の回折 X 線を測定すれば応力勾配を有する場合の回折線が得られる。そこで前述の試験片に繰返し 4 点曲げ試験を行い、付加応力がほぼ直線となる区間の回折 X 線を測定した。

使用した繰返し 4 点曲げ試験機は偏心カムを回転させて試験片に正弦波の引張応力を付加する方式で、Fig. 7 に偏心カムと付加応力の関係を示す。図中の斜線の区間であれば外部付加応力は時間に対してほぼ直線的に変動し、応力変動量 $\Delta\sigma$ は応力全振幅の 1/2 となる (以後時間的な応力変化量を応力変動量と呼ぶ)。

またこの区間の回折線測定には著者らが先に報告した回折 X 線の間欠測定法を用いた。

試験片は板厚 3 mm, 4 mm の 2 種類とした。半価幅測定条件は $\psi = 54^\circ$ でその他の条件は Table I と同じである。繰返し応力の周期は 82 秒とし、1 回当りの回折 X 線測定時間は約 13.7 秒である。応力変動がない場合の半価幅 Hw_0 は Fig. 7 の σ_m において静的に回折線を測定して求め、回折角移動量 $\Delta 2\theta_\psi$ は $\sigma_{\min}$ お

Fig. 8. Relation between half value breadth ratio and peak shift obtained by the experiment.

Fig. 9. Logarithmic relation between $H_w/H_{w0}-1$ and peak shift.

および $\sigma_{\max}$ 時のおおのの回折角の差として求めた。

半価幅比 R と回折角移動量 $\Delta 2\theta_\phi$ の関係を Fig. 8 に示す。おおのの板厚の試験片において、半価幅比は $\Delta 2\theta_\phi$ のべき乗の曲線で表されることが観察される。また板厚 3 mm の試験片では板厚 4 mm に比較して同じ $\Delta 2\theta_\phi$ に対して半価幅比が若干大きくなった。板厚 3 mm の試験片の半価幅 H_{w0} は板厚 4 mm の値より小さく、数値解析結果 (Fig. 4) と同様の傾向が現れている。Fig. 8 の各半価幅比が $\Delta 2\theta_\phi$ のべき乗の曲線上にあることが確認できたので式 (5) を考慮してその乗数を検討した。Fig. 9 に $(R-1)$ と $\Delta 2\theta_\phi$ の両対数グラフを示す。図中の直線は $\Delta 2\theta_\phi$ が 0.2° 以上のデータを回帰した結果で、直線の傾きは試験片の H_{w0} に関係なくほぼ 2 となった。

$\phi=54^\circ$ の実験による半価幅比 R と $\Delta 2\theta_\phi$ の関係は数値解析の結果の式と同一の関数で表せることが確認できた。

Fig. 10 に半価幅比 R と付加応力変動量 (ひずみゲージ測定値) $\Delta\sigma$ の関係を示す。図中の実線は、半価幅比の平方根で回帰した結果である。半価幅比が小さい領域を除けば各データはほぼ回帰線に一致している。得られた回帰式は次式のように表せる。

$$\Delta\sigma = A \cdot \sqrt{(H_w/H_{w0}-1)} \quad (8)$$

ただし、 $t=3\text{ mm}$ のとき $A=3425\text{ MPa}$

$t=4\text{ mm}$ のとき $A=3577\text{ MPa}$

式 (6) より A は

$$A = \left| \frac{K}{[\sin^2\phi - \nu/(1+\nu)]} \right| \cdot C_A \cdot H_{w0} \quad (9)$$

ただし、 $C_A=2.054$ (回折線シミュレーション結果) と表せ、本試験片の K 、 ν および半価幅 H_{w0} を代入して A を求めると

Fig. 10. Relation between applied stress range in irradiated area and ratio of half value breadth.

$t=3\text{ mm}$ のとき $A=3000\text{ MPa}$

$t=4\text{ mm}$ のとき $A=3085\text{ MPa}$

となる。回帰式の A は式 (9) より算出した A より 15% 程度大きくなっている。この原因としては式 (9) の C_A 値 (2.054) が数値解析の結果から得られた値であり、回折線をシミュレーションした際の仮定が影響しているためである。したがって C_A を定数として扱うには今後広範囲の半価幅 H_{w0} を選択し、半価幅測定の統計的変動も加味した上で実験により決定すべきである。

しかし応力変動量を半価幅比から推定する際に、その絶対値をさほど重視しない場合には式 (9) により A を決定しても差し支えない。

3・3 時間的応力勾配の測定

板厚 4 mm の試験片を用いた正弦波の繰返し 4 点曲げ試験における最小付加応力から最大付加応力時までの回折 X 線を計数し、X 線応力および時間的応力勾配を測定した。付加応力範囲 $\Delta\sigma$ は 683 MPa で、繰返し応力の周期は 82 秒である。

X 線応力測定結果を Fig. 11 に示す。時間的な応力

Fig. 11. The X-ray stress and stress gradient measured between minimum and maximum applied stress.

変動を有する状態で測定した応力値 (269 MPa) は付加応力範囲の中央における静的な X 線応力値 (285 MPa) とほぼ一致しており、応力勾配を有する状態での応力測定値は回折線測定区間内の平均応力であることが確認できた。また Fig. 11 で、矢印の両先端の応力差が $\psi = 54^\circ$ の回折線半価幅比から求めた応力変動量を示し、矢印の傾きは応力勾配を表している。

応力変動量 $\Delta\sigma$ を半価幅比 ($R=1.039$) を用いて式 (8) から算出すると、680 MPa となり、ひずみゲージで測定した付加応力範囲 683 MPa と一致した。したがって本実験のように測定区間の応力変動量が大きい場合には半価幅比から推定される応力勾配は測定区間の平均的な値として高い精度で測定できる。

つぎに平均付加応力を中心に回折線測定時間を変化させ、その半価幅比より応力勾配を求めた結果を Fig. 12 に示す。図中の実線は付加応力の正弦関数から求めた応力勾配値である。回折線測定時間が大きい (Δt がほぼ 15 秒以上) 場合はひずみゲージから求めた応力勾配とほぼ一致している。しかし回折線測定時間が小さくなるに従い、応力勾配の測定値のばらつきが大きくなることが観察される。この図に示した応力勾配値は半価幅比から推定される測定時間内の応力変動量を測定時間で割って得られた値である。回折線測定時間 Δt が大きい場合は測定区間内における回折角移動量 $\Delta 2\theta_\psi$ が大きいために、再現性のある半価幅比が得られる。したがって半価幅比から推定される応力変動量のばらつきは小さくかつ測定時間が大きいので、得られた応力勾配値はひずみゲージから求めた値とほぼ一致している。一方、回折線測定時間 Δt が小さい場合は、応力変動量が小さいために回折角移動量 $\Delta 2\theta_\psi$ が小さくなり、 Hw と Hw_0 の値にほとんど差がなくなる。

このような場合、回折線半価幅の測定誤差により半

Fig. 12. Stress gradients measured during various intervals for counting diffracted X-rays.

価幅比が大きくばらつき、信頼し得る応力変動量が推定しにくくなる。さらに除する値である測定時間が小さいことから応力勾配値が大きくばらつく。

Fig. 12 の応力勾配の測定値がばらついているのは応力変動量が 150~200 MPa 程度 (ひずみゲージ値) 以下のときであり、本試験片の半価幅および本実験の X 線測定条件においては回折線測定区間内に 150~200 MPa 程度以上の応力変動が存在しないと応力勾配の測定精度は低下することが確認できた。

4 結 言

$\sin^2\psi$ 法により応力測定を行うと同時に、回折線半価幅比から表面応力勾配を求める方法を検討し、繰返し 4 点曲げ試験中の時間的応力勾配を測定した結果、以下のことが明らかとなった。

(1) X 線照射面内で一定の応力勾配がある場合の回折線半価幅 Hw は応力勾配がない場合の回折線半価幅 Hw_0 より大きくなり、その半価幅比 Hw/Hw_0 は測定区間内の応力変化に伴う回折角の移動量 $\Delta 2\theta_\psi$ の 2 乗の関数で示される。

(2) X 線照射面内の応力が単軸状態で直線的变化をする場合、応力変化量 $\Delta\sigma$ と半価幅比 Hw/Hw_0 は次式で表される。

$$|\Delta\sigma_x| = \left| \frac{K}{|\sin^2\psi - \nu/(1+\nu)|} \right| \cdot C_A \cdot Hw_0 \cdot \sqrt{(Hw/Hw_0 - 1)}$$

ただし、 C_A は被測定材料の回折線によって決定される定数

したがって応力変化を有する場合の回折線半価幅 Hw を測定し半価幅比を求めれば応力変化量が算出でき測定区間 (例えば X 線照射面の長さ) で割れば、応力勾配が求められる。なお応力勾配の測定精度を考慮した場合、半価幅測定は $|\sin^2\psi - \nu/(1+\nu)|$ が可能な限り大きい ψ 角で行うのが好ましい。

(3) 繰返し 4 点曲げ試験中の X 線応力測定および時間的応力勾配を求めた結果、測定応力値は測定区間内の平均的応力であり、半価幅比から求めた応力勾配も測定区間内の平均的応力勾配であることが確認された。

(4) 半価幅比による表面応力勾配の測定法は測定区間内に大きな応力変化がある場合には高い精度で測定が可能である。しかし測定区間内の応力変化が小さい場合には回折線半価幅の測定誤差のために応力勾配の測定精度は低下する。

(平成元年 7 月 21 日 第 26 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) 平 修二, 林 建吉, 材料, **14**, 972 (1965).
- 2) 南 茂夫, “科学計測のための波形データ処理”, p. 191 (1986) CQ 出版
- 3) 大谷真一, 太田省三郎, 材料, **38**, 847 (1989).