ガウス曲線パラメータを用いた X 線回折による 塑性ひずみの測定*

栗田 政 則**, 宮 川 松 男**
千 秋 謙 三***, 坂 本 勲**

The Measurement of Plastic Strain by X-Ray Diffraction Using the Gaussian Curve Parameter

by Masanori KURITA, Matsuo MIYAGAWA,
Kenzo CHIAKI, and Isao SAKAMOTO

When annealed metals are cold worked, their diffraction lines broaden due to nonuniform lattice strain and small particle-size. The broadening of the diffraction line caused by plastic deformation was measured by using the Gaussian curve parameter (GCP), which is a constant in a Gaussian curve fitted to the diffraction peak and can be determined from only five to fifteen X-ray intensities around the diffraction peak. Annealed mild steels were plastically deformed by tension, compression, and torsion. The GCP increases with increasing logarithm of equivalent strain along a straight line for all the specimens. The use of the GCP allows a rapid and nondestructive measurement of plastic strain in annealed mild steels. The relationship between the GCP and the half-width is also given.

Key Words: Plastic Strain, Strain Measurement, Plasticity, X-Ray Diffraction, Mild Steels, Nondestructive Test, Plastic Working, Material Testing

1. 緒 言

一般に、金属は加工過程に複雑な塑性変形を受ける。金属の塑性加工では、この加工過程におけるひずみ量を定量して最適加工工程を設定し、加工限度を高めることが要求されている。金属は塑性変形を受けると、格子ひずみが不均一になって転位密度が増加するとともに、結晶粒が微細化したり積層欠陥が生じ、これによって X 線回折線が広がることはよく知られた実験事実である⁽¹⁾。これに着目して、引張りおよびねじりによる塑性ひずみと回折線半価幅との関係を明らかにした研究⁽²⁾がすでに行われている。

著者らは前報⁽³⁾⁻⁽⁵⁾において、回折線の広がり、回折線ピークに当てはめたガウス曲線のもつ定数、すなわちガウス曲線パラメータ(GCP)によっても測定できることを明らかにした。この GCP は、回折線のピーク付近のみの X 線強度から求め得るので、半価幅測定に要する時間の 1/3 以下の短時間で測定できる。また、マルテンサイト組織をもつ焼入れ鋼のように回折

線が著しく広がると、半価幅測定に必要な回折線バックグラウンドを決定することは不可能になる⁽⁶⁾。これに対して、GCP は回折線ピーク付近の X 線強度のみから求め得るので、このような幅広い回折線に対しても有効であるという長所をもっている⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。

本研究は、金属の受けた塑性ひずみを X 線回折によって非接触に迅速に測定するための基礎的研究として、焼なました軟鋼に引張り、圧縮およびねじりの塑性変形を与え、塑性ひずみと GCP との関係を初めて明らかにしたものである。

2. ガウス曲線パラメータ

GCP の求め方については前報⁽³⁾に詳しく説明したので、ここではその概要のみを述べる。GCP は回折線ピークに当てはめたガウス曲線のもつ定数で、このガウス曲線を正規確率密度関数と考えたときの密度関数の広がりを表す標準偏差 σ に相当する値である。なお本論文では X 線計数値(カウント)を簡単のために X 線強度と呼ぶ。

ここで、 x を回折角とし、X 線強度の実測値 y (カウント)をバックグラウンド(BG)強度 y_0 および LPA 因子(ローレンツ・カタより・吸収因子)で補正した値を z とすれば

* 昭和 61 年 6 月 27 日 北陸信越支部北陸地方(金沢)講演会において講演、原稿受付 昭和 61 年 1 月 6 日。

** 正員、長岡技術科学大学 (〒940-21 長岡市上富岡町 1603-1)。

*** 日本光学工業(株) (〒100 東京都千代田区丸の内 3-2-3)。

$$z = l(y - y_0) \dots\dots\dots (1)$$

となる。ただし、 l はLPA因子の逆数である。本研究では回折線バックグラウンド強度 y_0 は回折線の両端の $x=140^\circ\text{C}$ および 170° に対するX線強度 y の2点を直線で結んで求めた⁽³⁾⁽⁶⁾。回折線ピーク付近の n 個の点 (x_i, z_i) に最小二乗法を用いてガウス曲線を当てはめて求めたGCPを α' とすれば、 α' は

$$\alpha' = \frac{k}{\sqrt{-\sum_{i=1}^n T_i \ln z_i}} \dots\dots\dots (2)$$

となる。ただし、 c はステップ幅で

$$k = c\sqrt{n(n^2-1)(n^2-4)/30}$$

$$T_i = 12t_i^2 - n^2 + 1$$

$$t_i = i - (n+1)/2$$

$$(i=1, 2, \dots, n)$$

である。

式(1)の z を求める際に、BG補正を省略して、 y をLPA因子のみで補正した値を再び z で表せば

表1 X線による測定条件

Characteristic X-rays	Chromium K α
Diffraction plane	(211) plane of ferritic phase
Filter	Vanadium foil
Divergence angle of collimator	1°
Irradiated area, mm ²	5×7
Preset time, s	5, 10
Step width c	$0.05^\circ, 0.10^\circ$
X-ray incident angle ψ_0	0°
Tube voltage, kV	30
Tube current, mA	8

図1 引張試験片

図2 圧縮試験片

図3 ねじり試験片

図4 バックグラウンドおよびLPA因子で補正した回折線ピークのガウス曲線近似(焼なましした軟鋼SS41)

図5 LPA因子で補正した回折線ピークのガウス曲線近似(焼なましした軟鋼SS41)

$$z = ly \dots\dots\dots (3)$$

となる。この z で表した回折線のピークも同様にガウス曲線で近似できることが実験的に明らかにされており⁽⁶⁾⁽⁷⁾、これから GCP を求めることもできる。このようにして求めた GCP を α で表す。すなわち、 α は式(2)の z に式(3)の z を代入すれば求まる。

後にも述べるが、多くの鋼材に対して式(3)の z の最大値 $z_{\max}$ の少なくとも 80 % 以上のピーク付近の各点は、ガウス曲線でよく近似できることが実験的に明

らかにされている⁽⁶⁾⁽⁷⁾。回折線ピークがガウス曲線で近似できる限界値を $Rz_{\max}$ ($0 < R < 1$) で表すと、BG を補正すると回折線ピークの対称性は BG を補正しない場合に比べてやや向上し、 R は 0.8 よりも小さい値をとることが多い⁽⁶⁾⁽⁷⁾。本研究では GCP α および α' を計算する際に、計算の便宜上、式(3)の z の最大値 $z_{\max}$ の 80 % 以上の各点を共通に用いた。

なお、GCP の計算に用いる回折線ピーク付近の回折角 x の狭い範囲内における LPA 因子の変化は小さく、LPA 因子はほぼ定数と考えられるので、GCP α' および α を計算する際に、式(1)および(3)の LPA 因子の逆数 l は省略しても GCP の値はほとんど変化しないことが明らかにされている⁽³⁾。したがって、本研究で GCP の計算に用いた $z \geq 0.8z_{\max}$ (z は式(3)) の各点、 $y \geq 0.8y_{\max}$ の各点に相当する。

3. 実験方法

図 1～3 には、用いた試験片の形状を示した。図 1 の引張試験片は一般構造用圧延鋼材 SS 41 の板材より、また図 2、3 の圧縮試験片およびねじり試験片はみがき棒鋼 SGD 3 より製作した。圧縮試験片は、試験片の大きさの影響を調べるために、図 2 に示したように高さの異なる 2 種類の試験片を用いた。いずれの試験片も、試験片加工後 890℃ で真空中で焼なましした。890℃ における保持時間は、引張試験片に対しては 30 min、圧縮およびねじり試験片は冷間引抜きの影響を少なくするために 3 h とした。引張試験片のみは、焼なまし後、表面を化学研磨によって約 100 μm 除去した。圧縮試験片の上下面は、市販の乾性被膜潤滑材を塗布して、圧縮試験による試験片のバルジ発生を防いだ。

図 6 バックグラウンドおよび LPA 因子で補正した回折線ピークのガウス曲線近似 (引張塑性変形した軟鋼)

図 7 LPA 因子で補正した回折線ピークのガウス曲線近似 (引張塑性変形した軟鋼)

図 8 自動 X 線応力測定装置による GCP α の測定例

各試験片は、塑性ひずみを与えた後、塑性変形に伴う回折線の広がりを測定した。回折線の広がりは主として GCP を用いて測定したが、比較のために従来から広く用いられてきた半価幅も用いた。GCP は市販の X 線装置では測定できないので、X 線による測定はすべて著者らの開発したパーソナルコンピュータを用いた自動 X 線応力測定装置⁽⁸⁾を用いて行った。表 1 には、X 線による測定条件を示した。GCP および半価幅は、引張試験片に対しては試験片中央部を 1 回測定した。圧縮試験片は上面と下面の中央部をそれぞれ 1 回ずつ測定し、その平均値をとった。またねじり試験片に対しては、試験片の中央部とそこから左右に 10 mm 離れた 2 箇所の合計 3 箇所測定し、その平均値をとった。

なお、試験片上の一点のひずみは方向によって異なる値をとるが、GCP と半価幅は方向によらずほぼ同一の値が得られる。したがって、本研究では GCP および半価幅とひずみの関係は、試験片に与えたひずみの

最大値に対して示した。

4. 実験結果と考察

4.1 回折線ピークのガウス曲線近似 図 4, 5 は、焼なましした圧延鋼材 SS 41 の回折線ピークをガウス曲線で近似した結果を示す。図 4 の縦軸の z には、BG を補正した式(1)を、また図 5 には BG を補正しない式(3)をとってある。図 4, 5 の曲線は、いずれも最小二乗法を用いて $0.8z_{\max}$ 以上の点から計算したガウス曲線である。

x の高角度側の各点は、X 線強度が低下するとともに、 $\text{CrK}\alpha_2$ 線による回折線の影響を受けて右側にずれ、回折線は非対称となるが、約 $0.8z_{\max}$ 以上の回折線ピークは、ガウス曲線でよく近似できることが図 4, 5 からわかる。また $\text{CrK}\alpha_1$ 線による回折線と考えられる図 4 の回折線の左側の各点は、回折線のすそ野近くまでガウス曲線でよく近似されている。この結果は、理論的にも明らかにされているように⁽⁹⁾、 $\text{K}\alpha_1$ 単波長の X 線による回折線は、ガウス曲線でよく近似できることを実験的に裏づけている。

図 6, 7 は、焼なましした圧延鋼材 SS 41 に、29% の引張りの対数塑性ひずみを与えた回折線である。図 6, 7 に示した曲線も、図 4, 5 と同様に $0.8z_{\max}$ 以上の点

図 9 引張塑性ひずみと GCP の変化

図 10 引張塑性ひずみと半価幅の変化

図 11 圧縮塑性ひずみと GCP の変化

図 12 セン断塑性ひずみと GCP の変化

を用いて計算したガウス曲線である。図 6, 7 の回折線は、塑性変形によって広がった $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ の回折線が重なって、図 4, 5 の焼なまし材の回折線に比べ

て対称性がよくなり、回折線がガウス曲線で近似できる範囲が広がっている。

図 8 には、著者が開発した自動 X 線応力測定装置⁽⁸⁾による GCP α の測定例を示した。

4.2 塑性ひずみと GCP の関係 図 9~12 は、引張り、圧縮およびねじりによる塑性ひずみと、GCP α および α' 、または半価幅 B との関係を示した結果である。図 9, 11, 12 からわかるように、GCP α は α' よりもやや大きい値をとるが、塑性ひずみの増加とともに同様な傾向で増加する。また、最初は塑性ひずみの増加とともに回折線は急速に広がり GCP が大きくなるが、塑性ひずみが大きくなるにつれて GCP の変化が小さくなる。図 11 の圧縮試験では、図 2 に示したように高さの異なる 2 種類の試験片を用いたが、結果はほとんど変わらず、試験片寸法の影響はほとんどないことを示している。図 10 には、参考のために、引張試験による対数ひずみ ϵ と半価幅 B との関係を示した。 ϵ とともに B が大きくなる傾向は、図 9 に示した GCP の結果とほぼ同様である。

図 13, 14 は、引張り、圧縮およびねじりによる塑性ひずみを相当対数ひずみ ϵ_{eq} で表して、 ϵ_{eq} と GCP α または半価幅との関係を示した結果である。 ϵ_{eq} は、次式により求めた。

$$\epsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}(\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2 + \epsilon_3^2)} \quad \dots\dots\dots (4)$$

ただし、 $\epsilon_1, \epsilon_2, \epsilon_3$ は主ひずみである。

図 13 相当対数ひずみに対する GCP α の変化

図 14 相当対数ひずみに対する半価幅の変化

図 15 GCP α' と半価幅との関係

図 16 GCP α と半価幅との関係

図 17 GCP α と α' の直線的関係

式(4)の ϵ_1 は、引張試験片に対しては変形後の標点間の伸びを読み取り顕微鏡で測定して求めた。また圧縮試験片では、試験片の変形後の高さをマイクロメータで測定して求めた。 ϵ_2 と ϵ_3 は、引張試験片に対しては板幅と板厚の変化を、また圧縮試験片に対しては、直径の変化をマイクロメータで測定して求めた。直径は互いに直角方向に2箇所測定し、その平均をとった。ねじり試験片に対しては、標点間のねじれ角からせん断ひずみ γ を求め、 $\epsilon_1 = \gamma/2$, $\epsilon_2 = -\gamma/2$, $\epsilon_3 = 0$ を式(4)に代入して得られた $\epsilon_{eq} = \gamma/\sqrt{3}$ を用いた。

図13, 14で、 ϵ_{eq} が0.02付近で各点の傾斜が急変し、折れ曲がり点を生じている。引張試験によって調べた結果、この点は試験片のフィレット部から生じたすべり線がひずみの増加とともに試験片の平行部全域に広がり、それ以後は試験片全体が一様に塑性変形し始める点にほぼ一致することが明らかになった。なお図13, 14には示していないが、この折れ曲がり点よりも左側のひずみの小さい範囲では、当然のことながらすべりが発生した部分としない部分があり、場所によってGCP α および半価幅の大きい差が見られた。1本の試験片に対して3箇所を測定したねじり試験片の場合を例にとれば、三つのGCP α の範囲は、 ϵ_{eq} が0.02以上では0.01から0.09°であったのに対して、 ϵ_{eq} が0.02以下の2点に対しては0.12°と0.17°であり、かなり大きい値をとった。

図13, 14から分かるように、折れ曲がり点よりも右側の一様伸びの範囲では、GCP α および半価幅 B は、引張り、圧縮およびねじりのいずれの塑性変形に対しても、 ϵ_{eq} の対数に対してほぼ直線的に増加している。図13, 14で板材を用いた引張試験片のGCPと半価幅が、丸棒を用いた圧縮およびねじり試験片の値

よりもやや大きい値をとっているが、これは試験片の材質の相違によるものではないかと考えられる。引張りおよびねじりの塑性変形を与えた試験片を用いた後藤の研究⁽²⁾によれば、半価幅 B は八面体せん断ひずみ $\gamma_{oct} (= \sqrt{2} \epsilon_{eq})$ の対数に対して、1本の直線に従って増加するという結果が得られている。本研究でも、傾向としては後藤による実験結果とほぼ一致している。

4.3 GCP α , α' および半価幅 B との関係

図15には、GCP α' と半価幅 B との関係を示した。前報⁽³⁾⁽⁴⁾でも述べたように、もし回折線の高さの少なくとも半分までが、回折線ピークに当てはめたガウス曲線で表せるならば、理論上、次式が成り立つ。

$$B = 2.35\alpha' \dots\dots\dots (5)$$

図15から分かるように、 B が約2°以上 ($\alpha' \geq 0.85^\circ$) になると式(5)がほぼ成り立つが、それ以下では半価幅 B は式(5)の値よりも大きくなる。これは図4, 5から分かるように、回折線が鋭くなると $K\alpha_2$ 線による回折線の影響によって、実際の回折線の中腹は回折線ピークに当てはめたガウス曲線よりも幅広くなるためである。図16はGCP α と B との関係で、図15の結果と比べると、各点が少し右側にずれているほかは、まったく同様な値向を示している。

図17には、GCP α と α' との関係を示した。最小二乗法を用いてこれらの点に当てはめた直線の式を求めたところ、次式が得られた。

$$\alpha' = 0.940\alpha + 0.006 \dots\dots\dots (6)$$

各点はこの直線にかなりよく乗っており、 α' は式(6)を用いれば α より求め得ることを示している。回折線のピーク付近のX線強度のみから求め得るGCP α は、回折線のバックグラウンド補正を必要とするGCP α' よりも短時間で測定および計算ができる。しかも、GCP α' は式(6)を用いればGCP α より求め得るので、実用上はGCP α は α' よりも有効である。

5. 結 論

焼なましした軟鋼の試験片に、引張り、圧縮およびねじりの塑性変形を与え、回折線ピークの広がりを表すガウス曲線パラメータGCP α と塑性ひずみとの関係を調べた結果、得られた主な結論は次のとおりである。なお、回折線のバックグラウンド強度を補正したX線強度から求めたGCPをGCP α' とし、この補正を省略したX線強度から求めた値をGCP α とした。

(1) ガウス曲線パラメータGCP α を用いて、塑性ひずみを測定することができる。

(2) 焼なましした軟鋼の回折線のような鋭い回折線に対しても、回折線の高さの約20%の回折線ピーク

ク付近は、ガウス曲線でよく近似できる。

(3) GCP α および半価幅 B と相当ひずみ ε_{eq} との関係を表す線図は、 ε_{eq} が 0.02 付近で折れ曲がるが、引張試験片による観察の結果によれば、この折れ曲がり点は試験片の平行部の全域が降伏し、試験片が一樣に伸び始める点に対応する。

(4) 試験片が降伏を完了した後の一樣伸びの範囲では、GCP α は相当ひずみ ε_{eq} の対数とともにほぼ直線的に増加する。

(5) GCP α' は次式を用いれば、バックグラウンド補正を省略した GCP α より求めることができる。

$$\alpha' = 0.940\alpha + 0.006$$

(6) GCP α および α' と半価幅 B との関係を明らかにした。

本研究は、文部省科学研究費補助金(一般研究 B)で

行った。

文 献

- (1) Cullity, B. D., *Elements of X-Ray Diffraction*, 2nd ed. (1978), 285-291, Addison Wesley.
- (2) Goto, T., *Proc. 1973 Symp. Mech. Behavior Mater.*, (1974), 265, Soc. Mat. Sci. Japan.
- (3) Kurita, M. and Hirayama, H., *J. Test. Eval.* 12-1 (1984), 13.
- (4) 栗田・井原, 材料, 34-379 (昭60), 449.
- (5) Kurita, M., ほか2名, *J. Test. Eval.*, 14-1 (1986), 33.
- (6) Kurita, M., *J. Test. Eval.*, 9-5 (1981), 285.
- (7) 栗田, 非破壊検査, 27-3 (昭53), 186.
- (8) 栗田・ほか3名, 機論, 52-480, A (昭61), 1921.
- (9) Klug, H. P. and Alexander, L. E., *X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*, (1974), 291, 635, John Wiley.