

位置検出型計数管による
動的X線応力測定法の開発研究

大谷真一

①

位置検出型計数管による
動的X線応力測定法の開発研究

大谷真一

位置検出型計数管による動的 X 線応力測定法の開発研究

目 次

| | |
|--|----|
| 第 1 章 序 論 | 1 |
| 1 章 参考文献 | 5 |
| 第 2 章 位置検出型計数管による回折強度曲線の評価 | |
| 2.1 緒言 | 6 |
| 2.2 位置検出型比例計数管を用いた X 線応力測定装置 | 8 |
| 2.2.1 緒言 | 8 |
| 2.2.2 X 線応力測定原理と応力測定装置 | 8 |
| 2.2.3 PSPC 方式の X 線応力測定装置の設計・製作 | 12 |
| 2.2.4 X 線回折強度曲線の解析法 | 19 |
| 2.2.5 信号処理装置のメモリーチャンネルと角度の校正方法 | 22 |
| 2.2.6 まとめ | 23 |
| 2.3 位置検出型比例計数管によって測定された回折強度曲線の補正 | 24 |
| 2.3.1 緒言 | 24 |
| 2.3.2 PSPC の X 線強度分布の検討 | 24 |
| 2.3.2.1 X 線の到達距離の差による X 線強度変化 | 25 |
| 2.3.2.2 PSPC への X 線斜め入射による X 線強度変化 | 27 |
| 2.3.2.3 回折強度曲線の変化 | 27 |
| 2.3.3 回折強度曲線の実験的補正法 | 28 |
| 2.3.3.1 回折強度曲線補正原理 | 28 |
| 2.3.3.2 散乱 X 線の測定および補正係数の算出 | 29 |
| 2.3.3.3 回折強度曲線の補正例 | 34 |
| 2.3.3.4 補正の応力測定への影響 | 36 |
| 2.3.4 結言 | 37 |
| 2.4 硬き基準片の X 線回折による観察 | 39 |
| 2.4.1 緒言 | 39 |
| 2.4.2 硬き基準片 | 40 |
| 2.4.3 半価幅・残留応力測定方法 | 41 |
| 2.4.4 半価幅の面内分布 | 41 |
| 2.4.4.1 鏡面仕上げ面 | 41 |
| 2.4.4.2 ラップ仕上げ面 | 43 |
| 2.4.5 残留応力の挙動 | 43 |
| 2.4.6 考察 | 45 |

| | |
|--|----|
| 2.4.7 結言 | 47 |
| 2.5 結言 | 48 |
| 2章 参考文献 | 49 |
| 第3章 位置検出型計数管による応力測定法の疲労強度研究への適用 | |
| 3.1 緒言 | 50 |
| 3.2 回折線間欠測定法を用いた疲労試験中の応力測定法 | 53 |
| 3.2.1 緒言 | 53 |
| 3.2.2 繰返し応力付加中の回折強度曲線の測定方法 | 54 |
| 3.2.3 実験装置および測定システム | 56 |
| 3.2.3.1 繰返し4点曲げ試験機 | 56 |
| 3.2.3.2 回折X線強度の改善 | 57 |
| 3.2.3.3 応力測定システム | 60 |
| 3.2.4 繰返し4点曲げ試験中の応力測定 | 61 |
| 3.2.4.1 試験片および繰返し4点曲げ試験機の精度 | 61 |
| 3.2.4.2 回折角・応力測定精度と測定条件 | 63 |
| 3.2.5 繰返し4点曲げ試験中の応力分布の測定 | 68 |
| 3.2.6 結言 | 70 |
| 3.3 疲労試験中の単一入射法によるX線応力の連続測定法 | 72 |
| 3.3.1 緒言 | 72 |
| 3.3.2 単一入射法によるX線応力測定 | 72 |
| 3.3.2.1 単一入射法による応力測定原理 | 73 |
| 3.3.2.2 小型位置検出型比例計数管の試作および信号処理方法 | 75 |
| 3.3.2.3 信号処理装置のメモリーチャンネルと測定角度の校正方法 | 81 |
| 3.3.2.4 単一入射法の応力測定精度 | 81 |
| 3.3.3 単一入射法による繰返し4点曲げ試験中のX線応力の連続測定 | 83 |
| 3.3.3.1 応力の連続測定方法 | 83 |
| 3.3.3.2 繰返し4点曲げ試験中のX線応力の実測 | 86 |
| 3.3.4 結言 | 90 |
| 3.4 結言 | 92 |
| 3章 参考文献 | 94 |
| 第4章 回折線半幅変化による応力速度の測定 | |
| 4.1 緒言 | 95 |
| 4.2 表面応力勾配の測定法 | 97 |

| | | |
|-----------|--|-----|
| 4.2.1 | 緒言 | 97 |
| 4.2.2 | $\sin^2\phi$ 法による応力勾配測定原理 | 97 |
| 4.2.3 | X線照射面内の応力変化に伴う回折角移動量と半価幅比の関係 | 98 |
| 4.2.4 | 応力勾配測定上の留意点 | 104 |
| 4.2.5 | 結言 | 105 |
| 4.3 | 単一X線入射角での応力速度の測定 | 107 |
| 4.3.1 | 緒言 | 107 |
| 4.3.2 | 単一X線入射角での応力勾配測定原理 | 107 |
| 4.3.3 | 試験片のX線の特値 | 107 |
| 4.3.4 | 応力変動量測定条件の検討 | 109 |
| 4.3.5 | 回折角移動量 $\Delta 2\theta$ と半価幅比 Rの関係の実験的検証 | 110 |
| 4.3.6 | 繰返し4点曲げ試験中の応力速度の測定 | 113 |
| 4.3.7 | 結言 | 115 |
| 4.4 | $\sin^2\phi$ 法による応力速度の測定 | 117 |
| 4.4.1 | 緒言 | 117 |
| 4.4.2 | 繰返し4点曲げ試験中の応力速度の測定 | 117 |
| 4.4.2.1 | 試験片および実験条件 | 117 |
| 4.4.2.2 | 試験片-PSPC間距離変動の応力変動量に及ぼす影響 | 119 |
| 4.4.3 | 引張応力除荷中の応力速度の測定 | 121 |
| 4.4.3.1 | 試験片および実験方法 | 121 |
| 4.4.3.2 | 応力変動量の測定精度およびC _v 値の検討 | 123 |
| 4.4.4 | 応力集中部の応力勾配および応力速度の実測 | 125 |
| 4.4.4.1 | 試験片 | 125 |
| 4.4.4.2 | 応力勾配および応力速度の実測結果 | 126 |
| 4.4.5 | 結言 | 129 |
| 4.5 | 結言 | 131 |
| 4章 | 参考文献 | 133 |
| 第5章 今後の展開 | | |
| 5.1 | 緒言 | 134 |
| 5.2 | 溶接残留応力発生過程観察への適用 | 134 |
| 5.3 | き裂先端近傍の応力状態評価への適用 | 136 |
| 5.3.1 | 応力拡大係数の測定 | 136 |
| 5.3.2 | 動的き裂開閉口の測定 | 140 |
| 5.3.3 | 実構造物での有効応力拡大係数範囲の測定 | 141 |

| | |
|---------------|-----|
| 5.4 結言 | 143 |
| 5章 参考文献 | 143 |
| 第6章 結 論 | 144 |
| 付 録 | |

第 1 章

序 論

機械工学や材料工学の立場から見た材料強度研究の主な目的の1つは機械・構造物の設計や加工あるいは寿命管理のために種々の使用環境下における材料の変形・破壊機構の解明を行い材料の破壊・破損基準値を決定することである。そして材料強度研究の対象は圧力容器などの構造物から集積回路までの広範囲にわたり、材料も鉄鋼材料、非鉄金属あるいは最近ではセラミックスまで多岐にわたる。

近年、機械・構造物の性能向上が要求され、その設計が極限設計に近づくに従い、使用環境は過酷化しており規模の大小を問わず不測の原因による破損・破壊事故が起こっているのが現状である。なかでも材料の疲労破壊に代表される動的負荷状態下の破壊・破損は最近重要な問題となっており、その破壊・破損の機構解明には実際の動的負荷状況下で機器や構造物に発生している応力（以後実働応力と呼ぶ）の状態を把握することが不可欠となってきている。近年、機器や構造物の応力解析に有限要素法などの数値解析の手法が積極的に導入されており、これを用いた実働応力の評価は極めて有望である。しかし実際の使用環境における施工時の強制応力や残留応力の評価が難しいために多くの場合は有限要素法などの手法のみでは実働応力の把握は不十分であり、実働応力とその変化を直接実測する実験的応力解析法の併用が必須である。

実験的応力測定法にはひずみゲージに代表される機械的計測法と音弾性法、電磁気法およびX線回折法のような物理的計測法がある。ひずみゲージ法はゲージ長さの変化からひずみを測定するという直接的な応力測定法であり、試験片などに貼った時点からの応力付加分が測定可能である。したがってそれ以前の残留応力を含む実働応力測定を行うには現在負荷されている応力を解放して測定する方法（破壊法）を用いざるを得ない。

また音弾性法や電磁気法は応力に伴う材料の物性変化例えば音波の伝播速度や透磁率などを非破壊的に計測し、応力値を推定する間接的な測定法である。これらの方法は内部応力の有力な測定手段として充分期待できるが、現在その測定技術の確立段階にあり実用的な手段としては不十分である。

本研究で取り上げたX線応力測定法は残留応力や静的負荷状態下の応力測定法として、従来より材料強度研究に最も広く用いられている手法である。この方法は多結晶材料のX線回折現象を利用して、X線回折強度曲線のピーク位置の変化から測定物表面に存在する結晶格子面間のひずみを求め弾性論に基づいて巨視的な応力を算出する直接的な応力測定法であり、得られる応力はまさに実働応力である。しかもX線回折強度曲線のピークの広がり（半価幅）から材料の塑性・結晶状態などの情報が同時に得られるという

利点がある。

X線回折法は物理学や化学の分野では基礎的研究に用いられている技術であるが、その測定対象は粉末や限定された形状・寸法のものであったり、研究目的上取り扱い易い材料（例えば単結晶や低転位密度材料）が大部分である。しかし材料強度分野におけるX線回折技術では取り扱う測定対象物の寸法や形状が大型構造物から超小型部品の範囲にわたり、多結晶材であるのが一般的である。この点で物理学や化学の分野と大きく異なり、その技術・測定装置が独自に発展してきた。

工業用金属材料のような多結晶材料は特性X線に対してブラッグの法則に従い回折現象を示す。この回折X線はX線照射面内に多くのランダム方位の結晶が存在すれば回折環（デバイ環）を構成する。そして回折環の半径方向の回折X線強度分布を回折強度曲線（あるいは回折線）と呼んでいる。このような回折X線の1次元データである回折強度曲線や2次元データである回折環から次のような材料強度に関する情報が得られる。

- (1) 回折強度曲線のピーク位置(回折角)は回折にあざかった相の格子面間隔の均一ひずみにより変化し、巨視的応力が算出できる。
- (2) 回折強度曲線の広がり(半価幅あるいは積分幅など)は転位や折出物近傍の応力の擾乱などの組織的不均質による不均質ひずみにより変化し、材料の微視的応力評価が行える。
- (3) X線回折環の形態(連続性、環の太さなど)は結晶粒度や集合組織のような結晶の状態に変化する。さらに入射X線を細束化し分解能を向上させて回折する結晶数を減らすと、その不連続な回折環の斑点の大きさや数量から副結晶粒径や方位差などの微視的結晶構造に関する量が検出できる。

現在、材料強度研究に適用されている主なX線回折技術としては、材料の巨視的応力の測定はX線応力測定法、微視的応力評価は半価幅測定そして結晶の評価にはX線回折パターンの観察という3通りの手法が発達してきた。

X線応力測定法は1925年に G. Sachsらによってその可能性が発表されて以来¹⁾、いくつかの重要な研究が行われ^{2) 3)}、現在ではWacherauchらによって提案された $\sin^2\psi$ 法のX線応力測定法⁴⁾が標準的な方法として定着している。我国におけるX線応力測定法の研究は1937年に西原、小島によって始められた。⁵⁾その後日本材料学会にX線応力測定部門委員会(後にX線材料強度部門委員会に改称)が設立され、その組織的な活動結果として「X線応力測定法標準」が著された。⁶⁾現在でもX線応力測定法の我国における

唯一の標準として利用されている。この間、平行ビーム法というような我国独自の技術が開発され、これを適用した専用のX線応力測定装置の開発がなされた。これを機に従来の試験片や小型機械部品を対象としたX線応力測定のみでなく、実構造物の応力測定を行える現場用X線応力測定装置の開発も行われ始めた。現在、X線応力測定は残留応力の非破壊的応力測定法として鉄鋼材料については現場技術として定着しており、基礎的研究の段階から実機の測定や生産管理面への実用化の局面を迎えている。

一方、半価幅を材料強度評価に用いる先駆的研究は1950年ごろOrwanによって行われ、半価幅により鋼のへき開破壊時の塑性仕事を評価した⁷⁾。我国でも平、本田が半価幅を用いて疲労過程の観察を行い、半価幅が疲労損傷の検出と寿命予測のパラメータになる可能性を示唆した。⁸⁾ その後半価幅測定は写真法から回折装置・X線応力測定装置による測定へと変遷し、半価幅をより実用的な材料評価法に用いようとする努力がなされた。現在では疲労損傷評価⁹⁾ はもちろん非破壊的な硬さ試験法^{10) 11)} としての使用など実機に対する寿命保証、品質管理の領域にまで適用範囲が広がっている。

このようにX線応力測定や半価幅測定の適用範囲が実機や製品検査まで及ぶにしたがい、小型可搬式の装置や測定時間短縮などのX線応力測定装置の機能・性能向上の要求が高まってきた。従来より専用のX線応力測定装置には、シンチレーション計数管や比例計数管などの0次元X線検出器を測定表面を中心に回転走査させて回折X線強度曲線を測定する方式（以後0次元検出器走査方式あるいは従来法と呼ぶ）が採用されている。そしてこの方式のX線応力測定装置は小型X線封入管球の搭載などの改良を重ね既に完成の域に達しており、機構の簡略化や測定時間の改善に関して大きくは期待できない状況である。

1970年代になって加速器、核物理実験あるいは中性子散乱の分野で開発、使用されてきた位置検出型比例計数管線（以後 Position Sensitive Proportional Counter PSPC と呼ぶ）をX線応力測定装置に使用する試みが行われ、^{12) 13)} 静的なX線応力測定の大規模な測定時間の短縮と自動化による測定能率の向上が実現された。現在、X線応力測定装置に用いられている1次元X線検出器としてはPSPCが主流であり、PSPCを用いた実験室的なX線応力測定装置が市販されるまでに至っている。またPSPCは単に測定時間の短縮という意味で応力測定に用いられているだけでなく、高計数率という特徴を利用した微小領域の応力測定¹⁴⁾ への使用や機構の簡略化が可能な点を活かした現場測定用のX線応力測定装置への搭載など、その使用範囲が発展してきている。

X線応力測定法は動的負荷状態下であっても回折強度曲線が瞬間測定できれば原理的に非破壊で実働応力の測定が行え、動的な材料強度評価技術として極めて有用な手法となる。そして最近の電子技術の発展により高速の信号処理技術が進歩し、この技術と位置検出型比例計数管を組み合わせることにより回折強度曲線の瞬間測定が有望で、動的負荷状況下でのX線応力測定という要求に答えられるようなシステム構成の可能性が想定された。

そこで本研究は位置検出型比例計数管を使用したX線応力測定法と半価幅測定法を動的な材料強度評価に用いることを目的とし、従来全く行われてなかった疲労試験中のX線応力測定や回折線半価幅の変化から応力速度を測定する方法といった動的X線応力測定法の提案を行い、その測定精度や有用性そして材料強度評価への適用法について検討した。

本論文は以下の6章から構成されている。

第1章は序論である。

第2章では直線型の位置検出型比例計数管を使用することにより生じる回折X線行路差とX線斜め入射に伴う回折強度曲線のひずみを実験的に補正する方法を提案した。

また標準半価幅基準片の確立のために硬き基準片を転用することを検討した。

第3章では疲労試験中における実働応力の動的測定法として特定付加応力時の応力測定法および単一入射法によるX線応力の時分割連続測定法について述べた。

第4章ではX線照射面内における弾性応力の空間的変化量や時間的変化の推定に回折線半価幅の変化を用い、X線照射面内の空間的応力勾配測定法および動的負荷状況下の時間的応力勾配（応力速度）測定法について述べた。

第5章は本研究で提案した動的X線応力測定法や応力勾配測定法が今後の材料強度研究へどのように応用できるのかその期待できる適用例について述べた。

そして最後の第6章は第2章から第5章までに得られた結論についてまとめた。

第1章参考文献

- 1) G. Sachs and Schiebold, Z. Metallk., 17, 400 (1925)
- 2) R. Glocker, B. Hess and O. Schaaber, Stahl & Eisen, 58, 1045 (1938)
- 3) A. Schaal, Archiv für das Eisenhüttenwesen, 46, 445 (1955)
- 4) E. Macherauch and P. Müller, Z. angew. Physik, 13, 305 (1961)
- 5) T. Nishihara and K. Kojima, Trans. Japan. S. M. E., 4, 110 (1938)
- 6) 日本材料学会X線材料強度部門委員会, "X線応力測定法標準", (1973)
- 7) E. Orowan, "Fatigue and Fracture of Metals", p. 135 (1952), MIT Press
- 8) 平修二, 本田和男, 日本機械学会論文集, 26, 926 (1962)
- 9) 林建吉, 夏目喜孝, 材料, 21, 1118 (1972)
- 10) Y. Yoshioka and H. Majima, "Fracture Mechanics and Technology", Vol. II, p. 1573 (1977),
SIJTHOFF AND NOORDHOFF INTERNATIONAL PUBLISHERS
- 11) 栗田政則, 井原郁夫, 材料, 34, 449 (1985)
- 12) M. R. James, J. B. Cohen, Advances in X-ray Analysis, Vol. 19, 695-708 (1975)
- 13) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一, 材料, 27, 216 (1978)
- 14) 夏目喜孝, 材料, 36, 630 (1987)

第2章

位置検出型計数管による 回折強度曲線の評価

2. 1 緒言

機械工学で取り扱う工業材料の大部分は多結晶体であり、特性X線に対してブラッグの法則に従い回折現象を示す。この回折強度曲線から得られる情報は回折角（回折線ピーク位置）と回折線幅（積分幅や半価幅）がある。

X線応力測定法はこの特定結晶格子面における回折強度曲線のピーク位置の相対的变化から巨視的な応力を算出する方法である。また回折線幅（半価幅あるいは積分幅など）は転位や析出物近傍の応力の擾乱などの組織的不均質などの不均質ひずみや結晶粒径の大きさにより変化し、材料の熱処理状態、硬さあるいは塑性変形状態などの材料状態の把握に適用できる。

これら材料評価のためのX線応力測定や半価幅測定はX線分析とは異なり、回折角が高角度の特定結晶面の回折強度曲線のみを測定対象としてX線応力測定装置と呼ばれる専用の回折装置が使用されている。X線応力測定装置としてはシンチレーション計数管や比例計数管などの0次元X線検出器を測定表面を中心に回転走査させて回折強度曲線を測定する方式（以後0次元検出器走査方式あるいは従来法と呼ぶ）のものが多く使用されてきたが、X線応力測定や半価幅による材料評価の適用範囲拡大に伴い、測定の高速度が大きな課題となってきた。

1970年代後半になってX線応力測定の大規模な時間短縮を目的として応力測定装置に1次元検出器の使用が試みられた。1975年 Cohenらが位置検出型比例計数管PSPCを用いた応力測定装置を初めて試作し¹⁾、その後間もなく我国でも1978年に吉岡、長谷川、持木によってPSPCを使用したX線応力測定が行われた。²⁾ その結果、PSPCの使用により従来法のX線応力測定と比較して計測時間は約1/20程度で済むことが報告され、以来X線応力測定装置に用いられている1次元X線検出器としてはPSPCが主流となっている。

このPSPCを用いたX線応力測定値の精度については従来より検討が行われているが、PSPCにより測定された回折強度曲線の半価幅といった回折強度曲線の評価に関してはあまり検討されていない。一般に直線型のPSPCで測定した回折強度曲線の非干渉性成分の部分（以後バックグラウンド部と呼ぶ）は平坦でなく、このためX線検出器走査方式による回折強度曲線の半価幅と比較して半価幅値が異なってくる。そして特に回折線幅が大きな場合この傾向が顕著に現れることが指摘されている。³⁾ 現在、検出器走査方式による半価幅測定値とPSPC方式による半価幅測定値の互換性がないことが問題であり、PSPCにより得られた回折強度曲線を検出器走査方式で得られた回折強度曲線と同等に比

較できるような補正法が要求されている。

また半価幅値は回折X線の検出方式の相違により変化するだけでなく、同一の装置であってもX線測定条件により異なってくる。このようなX線測定条件の相違による半価幅の変化は、材料強度と半価幅の関係を検討した過去の貴重な多くの研究成果を有効に利用する際の大きな障害になっている。もし半価幅基準片が存在すれば所有の測定装置や測定条件ごとの校正が常時行え、半価幅値の互換や応力の測定精度検定が可能となる。

そこで本研究ではまず直線型PSPCを使用することにより生じる幾何学的問題点、つまり回折X線行路差とX線斜め入射が測定された回折強度曲線のピーク位置と半価幅におよぼす影響を検討した。そしてこの影響を除去するための実験的な回折強度曲線補正法を提案し、その有効性について検討した。

また標準半価幅基準片の確立を目的として、材質の均一性および経年変化に対する安定性が考慮されている硬さ基準片を半価幅基準片として転用することの可否について検討した。

本章の構成は次のようである。2.2節で1次元X線検出器として直線型のPSPCを用いた試作したX線応力測定装置の概要および回折強度曲線解析法を述べた。2.3節ではPSPCにより測定された回折強度曲線のひずむ原因を検討し、PSPCによる回折強度曲線の実験的補正法を提案した。2.4節では厳格に生産管理されている硬さ基準片が半価幅基準片として採用できるか否かについて検討した。そして2.5節で本章で得られた結論を述べた。

2. 2 位置検出型比例計数管を用いたX線応力測定装置

2.2.1 緒言

回折強度曲線の測定は一般にX線検出器を走査させる方式の装置を用いて行われているが、この測定角度範囲に1次元X線検出器を配置すれば検出器を走査せず測定角度範囲内の回折X線をほぼ同時に計数できるため測定時間の大幅な改善や装置の機構・構造を簡略化できる。

現在、X線応力測定装置に用いられている1次元X線検出器としては位置検出型比例計数管PSPCが主流となっており、PSPCを用いた自動X線応力測定装置が市販されるに至っている。

本研究では以後の章で述べる「動的X線応力測定法」の開発を目的としており、市販のPSPCを用いたX線応力測定装置では、PSPCの寸法や有感部長さが限定されるなどの多くの制約があるので、X線応力測定装置を試作した。

本節ではX線応力測定法の原理、製作したPSPC方式のX線応力測定装置、PSPCで測定した回折強度曲線の解析方法およびメモリーチャンネルと測定角度の校正方法について述べる。

2.2.2 X線応力測定原理と応力測定装置

X線応力測定法は基本的には物体に存在するひずみを2点間の距離の変化より測定しこれに弾性定数を乗ずることにより応力を算出する方法である。すなわち2点間のゲージ長として結晶の格子面間隔を用い、回折X線を背面反射法により精密に測定して格子面間のひずみを求め、弾性論から応力に変換する。したがってX線応力測定法の特徴は被測定物表面の実働応力が非破壊的に測定できる点にある。またX線応力測定に必要な条件は被測定物がランダムな方位を有する多結晶体で、X線照射面内に充分な数の結晶が存在し、特性X線を使用することが要求される。

以下にX線応力測定法の原理を述べる。

多結晶材料に特性X線(波長 λ)を入射するとブラッグの法則に従って回折が生じるが、結晶の(hk ℓ)面の格子面間隔 d と回折角 θ との間にはつぎの関係がある。

$$\begin{aligned}\lambda &= 2d \sin \theta \\ d &= a / \sqrt{(h^2 + k^2 + \ell^2)}\end{aligned}\quad (2.1)$$

ここで a は格子定数、分母の $\sqrt{(h^2 + k^2 + \ell^2)}$ は立方晶の時

材料表面の結晶が応力 σ_x により無ひずみ状態の格子面間隔 d_0 から $d_0+\Delta d$ に変化した場合、式(2.1)を全微分し、 $\Delta\lambda=0$ として整理すると

$$\Delta\theta = \theta - \theta_0 = -\tan\theta_0 \cdot (\Delta d/d_0) \quad (2.2)$$

となり、無ひずみ状態からの回折角の変化 $\Delta\theta$ を測定すれば格子面間のひずみ $\Delta d/d_0$ を定めることができる。

つぎにこの格子面間のひずみを弾性論を用いて応力に変換する必要がある。図2.1に示すように格子面の方向を考慮したとき測定物表面の垂線から σ_x 方向に ϕ 傾いたOP方向の格子面間隔 d がX線回折により測定できるので、その ϕ 方向の格子ひずみ ϵ_ϕ は以下のように表せる。

$$\epsilon_\phi = \Delta d/d_0 = -1/2 \cot\theta_0 (2\theta_0 - 2\theta) \quad (2.3)$$

ここで実際の測定では 2θ を測定するので表現を θ から 2θ に代えてある。また図中の $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ は点Oに作用している主応力である。 $(\sigma_x + \sigma_y = \sigma_1 + \sigma_2, \sigma_z = 0)$

材料は等方均質体で、材料の表面では平面応力状態であり、X線侵入深さ方向に応力勾配を持たないという仮定の基では格子ひずみ ϵ_ϕ と応力 σ_x との関係はつぎのように示すことができる。

$$\epsilon_\phi = \frac{(1+\nu)}{E} \cdot \sigma_x \cdot \sin^2\phi - \frac{\nu}{E} (\sigma_x + \sigma_y) \quad (2.4)$$

あるいは式(2.3)を代入して

$$2\theta_0 = -\frac{2(1+\nu)}{E \cdot \cot\theta_0} \sigma_x \cdot \sin^2\phi + \frac{2\nu}{E \cdot \cot\theta_0} (\sigma_x + \sigma_y) + 2\theta_0 \quad (2.5)$$

ここでEはヤング率、 ν はポアソン比である。

これらの式は ϵ_ϕ あるいは $2\theta_0$ が $\sin^2\phi$ に対して直線関係があることを示している。式(2.5)を微分すると次のようになる。

$$\frac{\partial 2\theta_0}{\partial \sin^2\phi} = -\frac{2(1+\nu)}{E \cdot \cot\theta_0} \cdot \sigma_x \quad (2.6)$$

よって2つ以上の回折面法線方向 ϕ の位置で回折角 $2\theta_0$ を測定し、 $\sin^2\phi$ に対して $2\theta_0$

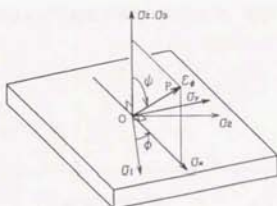


図 2.1 ひずみと応力の座標系

をプロットした線図(以後 $2\theta - \sin^2\psi$ 線図または $\sin^2\psi$ 線図と呼ぶ)を作成して、傾き M を求めれば応力 σ_x は次式で求まる。

$$\sigma_x = K \cdot M, \quad K = -\frac{\pi}{180} \cdot \frac{E \cdot \cot\theta_0}{2(1+\nu)} \quad (2.7)$$

ここで K は X 線応力定数(単位 MPa/deg)と呼んでいる。

残留応力がほとんどない高張力鋼 HT80 の試験片に既知の付加応力を与えたときの $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の実測例を図 2.2 に示す。図中の①は付加応力なしの場合で線図の傾き M から試験片の残留応力が求まる。●○はそれぞれ引張応力・圧縮応力を付加した状態で、矢印の方向へ行くほど付加応力の絶対値が大きい。傾き M は引張で負、圧縮で正となり、付加応力の絶対値の増加に伴い傾きの絶対値も増加している。

また $\sin^2\psi$ 法の X 線応力測定誤差は $2\theta - \sin^2\psi$ 線図のばらつきから推定することができる。⁴⁾

いま測定応力値 σ_x 、その信頼限界値を $\Delta\sigma_x$ とすると、式(2.7) から以下のように示すことができる。

$$\sigma_x \pm \Delta\sigma_x = K \cdot (M \pm \Delta M)$$

したがって信頼限界値 $\Delta\sigma_x$ は ΔM より算出できる。

$$\begin{aligned} \Delta\sigma_x &= K \cdot \Delta M \\ &= K \cdot t(\alpha, n-2) \cdot \sqrt{\left[\frac{\sum [2\theta_i - (A + M \cdot \sin^2\psi_i)]}{(n-2) \cdot \sum (\sin^2\psi_i - 1/n \cdot \sum \sin^2\psi_i)} \right]} \quad (2.8) \end{aligned}$$

ここで n : X 線入射角点数 $A = 2\theta_0 - M \cdot \sin^2\psi_0$

$t(\alpha, n-2)$: 自由度 $(n-2)$ 、信頼限度 $(1-\alpha)$ の t 分布の値

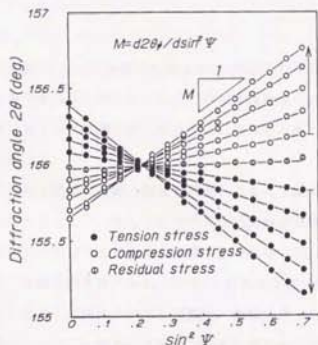


図 2.2 $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の実測例

X線応力測定を実際に行う際には被測定物材料の回折面と特性X線の組み合わせを考慮することが重要となる。式(2.3)より同じ ϵ_s に対して α_0 が大きい程 $2\theta_0$ が大きくなり、ひずみの測定精度が向上する。したがってX線応力測定に適した回折面および特性X線の選択はつぎの3点に留意する必要がある。

- 1) 回折角 2θ ができるだけ 180° に近い
- 2) 回折X線強度が高い
- 3) 近傍に他の回折線がない

例えばフェライト系鉄鋼材料では特性X線にCrK α 線(荷重平均波長 $\lambda=2.29093 \text{ \AA}$)を用いると $\epsilon_{Fe(211)}$ の無ひずみ状態の回折角 $2\theta_0$ は 156.40° となり、この回折角近傍には他の回折面は存在しない。したがってフェライト系鉄鋼の応力測定にはこの特性X線と回折面の組み合わせが一般的に使用されている。⁵⁾

以上のことからX線応力測定の実験的操作は数点のX線入射角を選択して ϕ 角を変え、それぞれの回折角 2θ を測定することにほかならない。そして専用のX線応力測定装置として具備すべき構造としてはX線の入射角を設定する機構と高角度(2θ が 140° ~ 170°)側で回折線を検出する機能が要求される。X線入射方法には ψ 一定法(入射角固定法)と ϕ 一定法(回折面法線一定法)があり、また回折X線検出方向には並傾法、側傾法の2つがある。⁵⁾ これらの詳細については述べないが、一般的なX線応力測定装置は ψ 一定、並傾法を標準的に採用している。図2.3に比例計数管(PC)やシンチレーション計数管(SC)などのような0次元検出器を走査させる方式の装置における並傾法X線光学系の概略図を示す。 ψ 一定法とは回折強度曲線測定中にX線入射角 ψ を変えない方法であり、

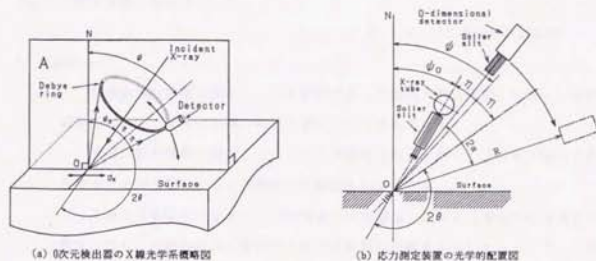


図 2.3 並傾法X線光学系

また並傾法とは被測定物表面の法線ONと測定したい応力 σ を含むA面内でX線入射点Oを回転中心として検出器を走査させる方法である。このときの回折面法線と垂線ONがなす角 ψ は $\psi = \psi_0 + \eta$ と表すことができる。

2.2.3 PSPC方式のX線応力測定装置の設計・製作

1次元X線検出器として直線の位置検出型比例計数管PSPCを用いた $\sin^2\psi$ 並傾法X線応力測定装置の設計・製作について述べる。X線応力測定装置にPSPCを用いる場合、図2.3(b)に示した0次元検出器の走査角度範囲(測定角度範囲 2α)にPSPCを配置すれば良く、図2.4にPSPCを用いた応力測定装置のX線光学系概略図を示す。 $\sin^2\psi$ 法の応力測定で回折強度曲線を測定する際、通常の0次元検出器走査方式のX線応力測定装置では平行ビーム法(入射X線側および検出器前方にソーラスリットを設ける方法)が用いられており、試験片表面とX線入射角 ψ_0 を設定するための回転中心がさほど厳密に一致していなくても測定応力値に影響は与えない。しかしPSPCを検出器として用いる場合には受光側にソーラスリットを取り付けられないのでX線入射角 ψ_0 を設定するための回転中心と試験片の設定を厳密に行う必要がある。この点を留意してPSPC方式のX線応力測定装置の設計を行った。

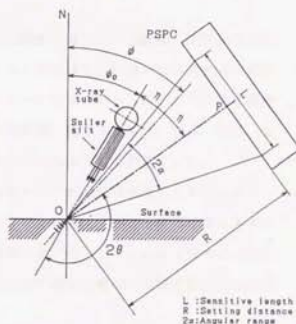


図 2.4 PSPCの光学系概略図

1) 設計方針

- ・ 被測定物は鉄鋼に限定し、日本材料学会「X線応力測定標準」に従い、測定回折面 $\alpha\text{Fe}(211)$ 面。特性X線はCr管球を用いる。
- ・ 被測定物を鉄鋼に限定したとしても半幅幅は約 1.5° から 7° 程度まで幅広く取り扱うことが予想されるので測定角度範囲を可変とする。
- ・ X線封入管球のパワーアップは現状では困難なことから、十分な回折強度を得るために、可能な限りX線管球と測定表面間の距離を小さくすることで、入射X線強度を大きくし、また測定表面とPSPC間距離を極力小さくして回折X線の強

度を向上させる。

- ・ X線入射光学系は、ピンホールスリット、ゾーラスリットの両者とも使用可能とする。
- ・ 試験片設定距離の測長は非接触型の光学式の装置で行い、ゴニオメータ回転中心と試験片表面の誤差を極力小さくする(0.1mm以内)。
- ・ X線照射は下向きとし、装置の形式は回転軸を有するタイプとする。また回転軸を有するタイプでは測定可能な試験片寸法に制約を受けるので、可能な限りふところ深さを長くする。
- ・ X線入射角設定、回折X線計数制御、回折強度曲線の解析、X線応力の算出をコンピュータで行う。

2) X線光学系の基本設計

鉄鋼材料のX線応力測定および半価幅測定には特性X線としてCrK α 線、回折面は α Fe(211)面が推奨されている。先にも述べたがこのX線管球と回折面の組み合わせの無ひずみ状態の回折角は $2\theta=156.40^\circ$ である。したがって鉄鋼材料のX線応力測定や半価幅測定に適したPSPCの配置はX線入射線に対して回折角の補角である $2\eta=23.6^\circ$ 傾け、さらにPSPCの有感部の中心を図2.4の線OPと一致させて設置するのが望ましい。

試験片からのPSPC設定距離Rは回折X線の強度および測定角度範囲に大きく影響し、有感部長さLのPSPCの設定距離を小さくすれば回折X線強度・測定角度範囲は大きくなる。しかしPSPCをあまり近寄せ過ぎるとX線管球およびスリットが回折X線を遮ることになる。一方、半価幅の小さい被測定物の場合は回折強度曲線の測定精度の点から測定角度範囲を小さくすることが有効となる。

直線型PSPCを使用する場合、円弧型のPSPCのように検出器の円弧中心をX線照射位置と正確に一致させる必要はなく、PSPCの設定距離を可変にすれば測定角度範囲を容易に可変にすることができる。したがって本装置はPSPCをOP方向(図2.4参照)に移動できる方式とした。またX線管球-試験片表面間距離は取り扱う試験片がすべて平滑ではないので、ある程度の距離が必要となり本装置では120mm固定とした。

つぎに具体的なPSPCの設定距離を検討する。半価幅7°程度の被測定物を考慮した場合、測定角度範囲 2α は30°内外の値が要求される。一方、PSPCの有感部長さLは製作上の困難さから100mm程度が望ましい。図2.4で測定角度範囲は $2\alpha=2\tan^{-1}(L/2R)$ で表され、設定距離Rを180mm~240mmと決定した。

図 2.5に本装置のX線管球（理学電機製 HT133-Cr）、スリットおよびPSPCの光学的配置を示す。計算上、設定距離180 mmのとき回折角測定範囲は $156.4 \pm 15.5^\circ$ 、また設定距離 240mmのときは $156.4 \pm 11.8^\circ$ となる。

3) 位置検出型比例計数管PSPC

PSPCをX線応力測定や半価幅測定に用いる場合、要求される特性はチャンネルドリフトが小さいことと有感部全長にわたって直線性が良好なことが挙げられる。

すなわちX線応力測定では回折角の変化を精度よく測定する必要があるため位置分解能を小さくするよりも直線性の良好なことの方が必要である。

このことからPSPCおよび信号処理方式として安定度および製作の容易さから電荷分割型を採用した。

製作したPSPCは直線のアノード抵抗線方式の電荷分割型であり、その構造の概略図を図 2.6に示す。

コの字型のカソード（黄銅）の中央に、陽極として直径 $7\mu\text{m}$ （公称）、長さ110mmのカーボンファイバー（ $5\text{k}\Omega/\text{cm}$ ）を一本張っており、その両端は信号処理装置へ接続されている。

またアノードの片端にはガス増幅のための高電圧（約1000V）が印加されている。X線検出の窓は Al を蒸着したマイラフィルム（厚さ $27\mu\text{m}$ ）を用いており、この検出器内部には測定中PRガス（ $\text{Ar}90\%$, $\text{CH}_410\%$ ）を常時流入させている。

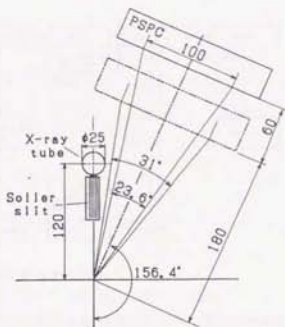


図 2.5 試作応力測定装置の光学的配置

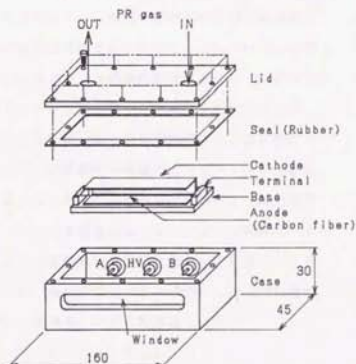


図 2.6 アノード抵抗型PSPCの構造

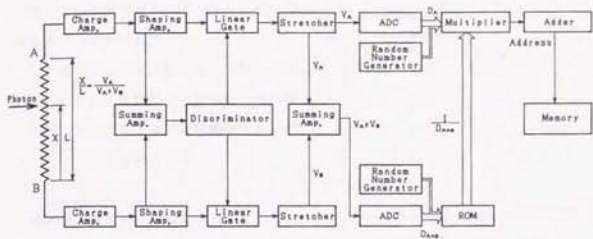


図 2.7 電荷分割型位置検出システム

つぎに本研究に使用した電荷分割型位置検出システムを図 2.7 に示す。電荷分割法による位置検出原理は以下のとおりである。

いま X 線がアノード下端から X の点に入ったとすると、X 線によりガス増幅された電荷はそれぞれのインピーダンスの逆比として内分され、両端に接続された電荷増幅器に入力される。それぞれの電荷増幅器における出力電圧を V_A 、 V_B とすると $V_A / (V_A + V_B)$ の割算を行うことにより X 線の入射位置 (X/L) が求まる。本装置の割算器はテーブル参照デジタル方式であり、拡張ビット付き高速デジタル割算器システム³⁾を採用している。

信号処理回路を概説すると、分子信号である V_A は一端の電荷増幅器出力を波形整形することで作られ、また分母信号である $(V_A + V_B)$ は両端の増幅器の出力をアナログ加算器に入力しこの出力を波形整形することにより作られる。分母信号が波高弁別の設定範囲内であれば分子・分母信号ともにリニアゲートを通しストレッチャーで時間ピークの波高値が保持され各々 AD 変換される。この AD 変換値に乱数発生器からの拡張ビットを加えてデジタル信号 D_n および D_{n+1} が得られ、分母のデジタル信号 D_{n+1} は ROM に書き込まれているテーブルを参照し逆数 $1/D_{n+1}$ を得る。つぎに乗算器により

$$A d s = (\text{メモリーフルスケール}) \times (D_n) \times (1/D_{n+1})$$

の演算および有効数字の処理後、 $A d s$ の値に該当するメモリーアドレスの内容に 1 が加えられる。したがって一定時間回折 X 線の計数を繰り返せば回折強度曲線はメモリーチャンネル (アドレス) に対する X 線計数値のヒストグラムとして得ることができる。

図 2.8 に本装置によって得られた回折強度曲線の一例を示す。

この信号処理装置は回折線の定時の計測終了、定ピーク計数値での計測終了が可能であり、また回折 X 線の計数開始、停止がコンピュータで制御できる。

PSPC および信号処理装置の仕様を以下に示す。

P S P C (本章で使用した検出器)

| | |
|---------|-------------------|
| 隔極抵抗線長さ | 110mm |
| 有効窓長さ | 100mm |
| 検出器外形寸法 | 幅160×高さ37×奥行45 mm |

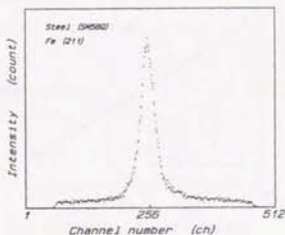


図 2.8 回折強度曲線の実測例

信号処理装置

電荷増幅器

| | | |
|-------|-------------|-----------|
| 入力 | 0~0.2V Max | パルス入力 |
| パルス整形 | 1μsec~1μsec | 微分回路、積分回路 |

プロセッサ部

| | | | | |
|----------|-------|-------------|----------|-------|
| A/Dコンバータ | 10bit | 2チャンネル | 変換時間 | 3μsec |
| 割算器 | 拡張ビット | 6bit | 16bit割算器 | |
| メモリー | 512ch | × 24 bit/ch | | |
| メモリーサイクル | 5μsec | 以下 | | |

つぎに製作したPSPCの直線性を検討した。図 2.4から明らかなように回折 X 線は X 線照射された点から放射状に広がり、PSPCに対して垂直に入射するのはほぼ中央部のみである。したがってPSPCへ X 線を斜め入射させた時の直線性も併せて測定した。

まずPSPCに X 線が垂直入射した場合の直線性の測定結果を図 2.9に示す。PSPCを直線移動テーブルの上に置き、X 線ビーム幅50μmとしてPSPCへの入射位置L(mm)とピーク位置

X(チャンネル)を測定した。

回帰式は以下のようになり直線性はきわめて良好である。

$$X = 3.782L + 69.12 \quad (2.9)$$

$$(r^2=0.999)$$

つぎにX線斜め入射に対する直線性の測定を行った。X線ビーム幅は前述と同じであり、PSPCの中央垂線上 200mmの地点からX線ビームを入射した。測定結果を図2.10に示す。斜め入射角 α に対するピーク位置X(チャンネル)の直線性は

$$X = 15.17\alpha + 260.9 \quad (2.10)$$

$$(r^2=0.999)$$

となり、斜め入射に対してもチャンネルの直線性は良好であることが確認できた。

以後このPSPC(アノード長 100mm)を1号機と呼ぶ。そしてこのPSPC1号機の直線性以外の諸性能を表2.1に示す。鉄鋼の回折線半価幅は最小でも1.5°程度なので、試験片-PSPC間距離 200mmの時には1.5°が5.24mmに相当する。したがって検出器の位置分解能が半価幅測定値に及ぼす影響は最大でも約1% [(470 μ m / 5.24mm) 2 =0.008]である。

4) X線応力測定装置の各部構造

i) 測定ヘッド部

製作した測定ヘッド部を図2.11に示す。

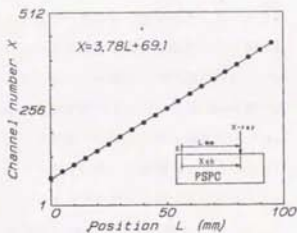


図2.9 X線垂直入射に対する直線性

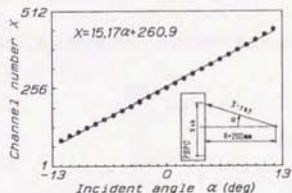


図2.10 X線斜め入射に対する直線性

表2.1 PSPC1号機の諸性能

| | |
|-------|----------------------------|
| 最高計数率 | 50000 cps |
| 位置分解能 | 470 μ m |
| 角度分解能 | 中央部 0.14° アノード両端部 0.30° |

角度分解能は試験片-PSPC間距離200mmの時

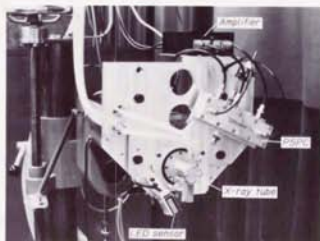


図2.11 測定ヘッド部の外観

測定ヘッド部にはX線管球、PSPCとスリットを前述の光学系の基本設計に基づきそれぞれ配置した。PSPCを用いたX線応力測定における試験片距離設定誤差が応力測定値に及ぼす影響については小木曾らによって行われており、試験片-PSPC間距離が200mmの時、試験片測定表面と測定ヘッド部の回転中心の設定誤差1mm当たり25MPa程度の応力誤差が現れることが確認されている。⁷⁾そこで本装置では試験片設定誤差を0.1mm以内とするために、測定ヘッド部に赤色発光ダイオードを利用した距離センサを取り付け、非接触で試験片距離設定を行えるようにした。このセンサの変位に対する出力は1V/mm、分解能は1 μ m(公称)であり、試験片設定の誤差は0.1mm以内に充分納まる。

ii) 架台部

図2.12に架台部の概略図を示す。架台構造自身は理学電機製X線応力測定装置の架台を改良し使用した。この架台は測定ヘッド部を固定するクランクアーム部、そしてクランクアーム部を回転させてX線入射角を設定する回転駆動部およびこの回転駆動部を上下動させる支柱部に別れている。

クランクアーム部のふところ深さ(回転軸先端から測定ヘッド部のX線管球までの距離)は505mmであり、ある程度大きな試験片でも測定可能である。入射角回転駆動部は駆動の減速比を1/620とし、パルスモータを用いて入射角設定が行える構造とした。クランクアーム部と回転駆動部の上下粗動機構は角ネジを手動で回転させる構造とした。

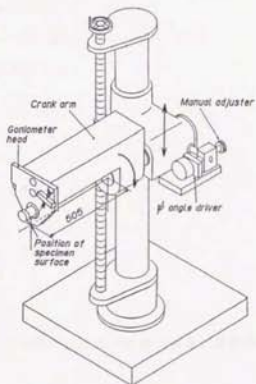


図2.12 架台部の概略図

iii) 本測定装置の仕様

PSPCを用いたX線応力測定装置の仕様を以下に示す。また装置の概観を図2.13に、システム図を図2.14に示す。

応力測定方法: $\sin^2\psi$ 並傾法

X線管球(リガク製): 名称 H7133-Cr 出力 30kV, 最大10mA

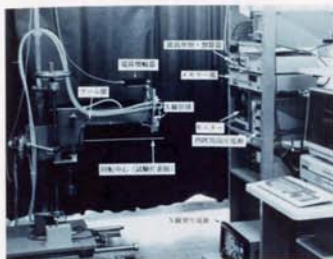


図2.13 試作応力測定装置の外観

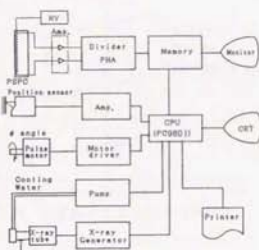


図2.14 試作応力測定装置のシステム

測定ヘッド部

| | |
|------------|--------------|
| X線管球-試料間距離 | 120 mm |
| PSPC-試料間距離 | 180 ~ 240 mm |
| 試料設定測長装置 | 光学式変位センサ |

架台部

| | |
|---------------------|----------|
| X線入射角 θ 設定範囲 | -12~45° |
| ゴニオメータ駆動方法 | 5相パルスモータ |
| ふところ深さ | 505mm |
| 上下動ストローク | 550mm 手動 |

2.2.4 X線回折強度曲線の解析法

応力測定値や半幅値の測定精度を向上させるには種々の工夫が必要であるが最終的には回折強度曲線の解析が最も重要である。

回折強度曲線から得られる情報は回折線幅、回折角があるが、X線応力算出には回折角が用いられ、また材料評価の目的では回折線幅の値が要求される。従来より回折角決定法には半幅法、接線法、重心法、放物線近似法など多くの解析法があるが⁴⁾、回折角と回折線幅を同時に求めたいという要求および回折角の解析精度の点から半幅法が標準的な回折角決定法となっている。半幅法の要領を図2.15に示す。この図は記録紙

に記録された回折強度曲線から作図で求める要領であるが、PSPCで測定された回折強度曲線に対する半価幅法も基本的には同様の方法である。ただしPSPCで測定された回折強度曲線はメモリーチャンネルに対する計数値のヒストグラムなので半価幅法をデジタル的に処理する必要がある。

Guinaud らはPSPCで測定した回折強度曲線に適したデジタル的な半価幅法を報告しており³⁾、本研究ではほぼこの方法に準じて回折強度曲線解析を行った。半価幅法のデジタル処理要領を図2.16に示す。半価幅法の手順を以下に述べる。

1) バックグラウンド線の決定

図中の矢印を起点としてそれぞれ21点ずつ、計42点のデータを用いて最小2乗法による直線回帰を行い、バックグラウンド線の式を決定する。ここで第Xチャンネルのバックグラウンド計数値は

$$I_b(X) = AX + B \text{ と表せる。}$$

2) バックグラウンドの差し引きと

LPA補正

測定した各チャンネルXの計数値 $I(X)$ からバックグラウンド計数値 $I_b(X)$ を差し引いた回折強度曲線を得る。この回折強度曲線に対してローレンツ偏り因子そして試験片へのX線吸収因子の補正を各チャンネルの計数値について行い、LPA補正された回折強度曲線 $I_c(X)$ を得る。LPA因子は式(2.11)で表され³⁾、式(2.12)により各チャンネルの計数値 $I_c(X)$ が決定される。

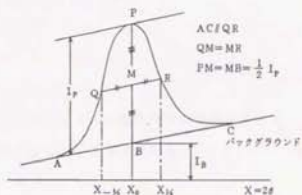


図2.15 半価幅法による回折角決定法

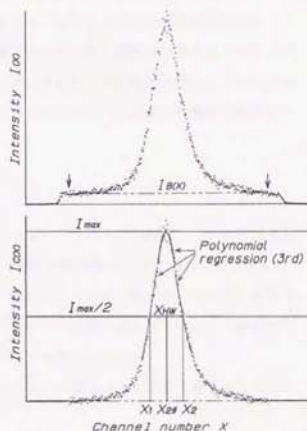


図2.16 半価幅法のデジタル処理

$$\text{LPA}(2\theta) = \frac{1 + \cos 2\theta}{\sin^2 \theta} \cdot \frac{1 - \tan[\phi_0 + (90^\circ - \theta)]}{\tan \theta} \quad (2.11)$$

$$I_c(X) = \frac{I(X) - I_0(X)}{\text{LPA}(2\theta)} \quad (2.12)$$

なおLPA補正を行うにはあらかじめメモリーチャンネルと測定角度の関係を求めておく必要がある。そのチャンネルと角度の校正方法については後述する。

3) 回折線高さの決定

補正された回折強度曲線の見かけのピーク高さのほぼ75%以上の計数値を呈するチャンネル範囲でピーク近傍を3次の多項式回帰する。この3次式の極大値を回折線ピーク値(I_{\max})とする。ピーク近傍を放物線回帰やガウスの誤差関数の回帰を行ってピーク高さを決定する方法もあるが¹⁰⁾、通常ではモノクロメータを使用していないのでCrの $K\alpha$ 二重線の影響が存在し、特に半価幅の小さいものではピーク近傍の対称性は成立しないので本研究では使用しなかった。

4) 半価位置の決定

ピーク計数値 I_{\max} のほぼ50%の計数値を呈するチャンネル X を検索し、 X を中心に左右等チャンネル数(11~41チャンネル)の範囲で回折強度曲線の3次多項式回帰を行った。つぎにこの回帰された3次関数が $I_{\max}/2$ の値となるときの方程式をはさみうち法を用いて解き、半価位置とする。半価位置の解析はピーク位置を挟んで2回行う(解析結果 X_1, X_2 :これらの値は単位はチャンネルであるが整数ではない)。

なお回折強度曲線に $K\alpha$ 二重線が明瞭に現れている場合はこの影響を避けるため半価位置解析を I_{\max} の40%高さで行っている。

5) 半価幅およびピーク位置(回折角)の決定

4)で行った半価位置の解析結果 X_1, X_2 から半価(全)幅 $X_{1/2}$ ・ピーク位置 X_{20} を求める。半価幅 $X_{1/2}$ ・ピーク位置 X_{20} はそれぞれチャンネルの単位でつぎのように表せる。

$$\begin{aligned} X_{1/2} &= X_2 - X_1 \\ X_{20} &= (X_1 + X_2)/2 \end{aligned} \quad (2.13)$$

そして最後にメモリーチャンネルと測定角度の関係をを用いて角度変換を行う。

2.2.5 信号処理装置のメモリーチャンネルと角度の校正方法

回折角や半価幅値は前述した半価幅法の解析段階においては角度ではなく、チャンネル数を単位として表されている。そのため回折角や半価幅値をなんらかの方法で角度へ変換する必要がある。そこでメモリーチャンネルと角度の関係の決定法について述べる。

図2.17にPSPCと試験片との位置関係を示す。

いま、PSPCの有感部長さ L 、メモリーチャンネルのフルスケールを M チャンネルとし、試験片から R 離れた位置にPSPCが設置されている。第 m チャンネル目の位置が試験片からの最短距離で角度を $2\theta_m$ とすると、低角度側から第 X チャンネル目の角度 2θ は次式で示すことができる。

$$2\theta = 2\theta_m - \tan^{-1} \left[a(X-m)/R \right] \quad (2.14)$$

ここで a は1チャンネル当たりの長さ L/M

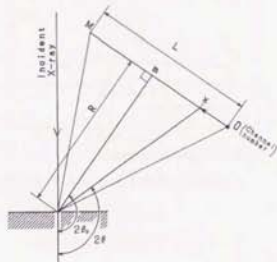


図2.17 PSPCと試験片の位置関係

この式より測定角度 2θ とチャンネル X の関係は本来は非線形性である。

しかし図2.10に示したように X 線斜め入射角に対するチャンネル位置の直線性は良好であり、本装置の測定角度範囲程度であれば非線形性は十分無視できる。

さらに前述のように半価幅はチャンネル数で解析されているので1チャンネルあたり角度(deg/ch)が求めれば十分であり、また応力測定についても各入射角における回折角の相対的な変化(ピークチャンネルの変化×チャンネル当たりの角度)から算出されるので、回折角の絶対値はさほど重要でない。しかも回折ピークはPSPCのほぼ中央で形成されているのでPSPC中央部における1チャンネル当たりの角度の非線形性はほとんど問題にならないものと考えられる。

そこで測定角度 2θ とチャンネル値 X の関係を1次の校正式で表し、既知の回折角を有する粉末を用いて実験的に校正式を求める方法を採用した。

校正に使用した粉末はひずみを除去する目的で十分に焼鈍したFeとCrであり、CrK α 線に対するFe(211)面の回折角は $2\theta_{Fe} = 156.40^\circ$ 、Cr(211)面の回折角は $2\theta_{Cr} = 153.17^\circ$ となる。そこで図2.18に示すようにFe(211)、Cr(211)の回折強度曲線をそれぞれ多数回測定し、複数のピーク位置 X_{Cr} 、 X_{Fe} (単位チャンネル)から、測定角度 $2\theta = aX + b$ の係数 a 、 b を最小2乗法で求めた。

このチャンネル-測定角度の関係をを用いて LPA 補正および半価幅値、ピーク位置の決定を行った。

2.2.6 まとめ

この節では本研究に使用したPSPC方式のX線応力測定装置、回折強度曲線の解析法およびPSPCの信号処理装置のメモリーチャンネルと角度の校正方法について述べたが、以後に述べる測定はすべてこれらの装置、方法によって行った。

よって特記しない限り以後詳細は省略する。

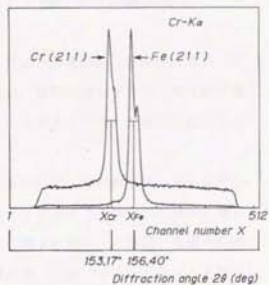


図2.18 チャンネルと角度の校正法

2. 3 位置検出型比例計数管によって測定された回折強度曲線の補正

2.3.1 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。

PSPC方式の応力測定装置で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への適用に適している。しかし、PSPCはX線光学的にはフィルム法と同じために、有感部が直線のPSPCでは回折強度曲線の両端における非干渉性X線強度分布（以後バックグラウンドと呼ぶ）が厳密には平坦にならず、凸型の曲線になる。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部においてはこの傾向が顕著に現れる。このような直線型PSPCの使用により生じる幾何学的問題、つまり回折X線行路差とX線斜め入射が影響し、バックグラウンド部に限らず回折強度曲線全体を歪ませ、正確なピーク位置および半価幅が得られない可能性がある。

本節ではまず直線型のPSPCを用いて測定した回折強度曲線におけるピーク位置および半価幅におよぼす回折X線行路差やX線の斜め入射の影響を検討した。そして直線型PSPCによる回折強度曲線を実験的に補正する方法を提案し、半価幅および応力測定への有効性についても検討を行った。

2.3.2 PSPCのX線検出強度分布の検討

図2.19に0次元検出器（シンチレーション計数管）連続走査によって測定された回折強度曲線とPSPCにより測定された回折強度曲線の一例を示す。また図2.20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線入射点より放射上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）ので円弧上でのX線計数効率是一定であり、バックグラウンド強度は直線状となる。

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ピーク位置がPSPCのほぼ中央部にくるように設定する。

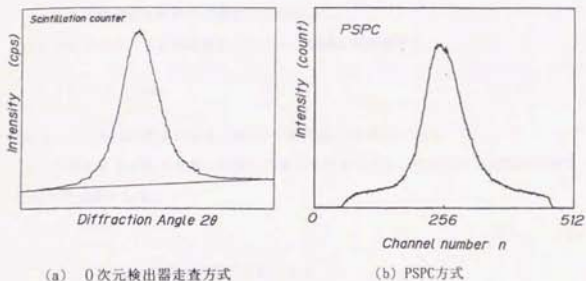


図2.19 回折強度曲線の実測例

したがってX線入射点からの距離（X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（ 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回折X線の吸収を考慮すると、有感部中央に比べて両端部はX線強度が低下することが予想される。

さらに、両端部になるにしたがい回折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により測定された回折強度曲線の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

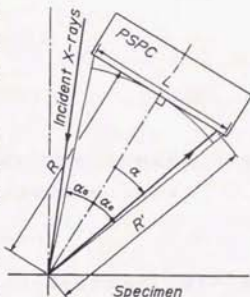


図2.20 PSPC方式の応力測定装置の光学的配置

2.3.2.1 X線の到達距離の差によるX線強度の変化

試料表面における回折X線強度を I 。とした時、PSPC有感部での回折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則にしたがい低下する。
- 2) X線強度は距離の2乗に反比例する。

図2.20に示すように試料表面からPSPCへの到達距離距離 R' は

$$R' = R / \cos \alpha \quad (2.15)$$

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' 間における回折X線の空気への吸収を考慮すると、PSPC部での回折X線強度 I_1 は次式で表される。

$$I_1 = I_0 \cdot \exp [-\mu R'] \quad (2.16)$$

ここで μ は空気中の線吸収係数である。

ところが、 R' の距離をX線が通過すれば強度は 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 方向の回折X線強度 $I(\alpha)$ は次式で表される。

$$I(\alpha) = I_1 / R'^2 \quad (2.17)$$

この式に(2.15)、(2.16)を代入すると次式のようなになる。

$$I(\alpha) = I_0 \cdot \frac{\cos^2 \alpha}{R^2} \cdot \exp [-\mu R / \cos \alpha] \quad (2.18)$$

試料表面の回折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(2.18)式より α に対する強度比は次のようになる。

$$I(\alpha) / I_{\max} = \cos^2 \alpha \cdot \exp [-\mu R(1/\cos \alpha - 1)] \quad (2.19)$$

一例として $R=200$ mm、 α の範囲を $\pm 13^\circ$ としCrK α 線が空気を通過した場合のX線強度を計算する。空気中のCrK α 線に対する線吸収係数 μ_{air} は酸素20%、窒素80%から算出すると $3.486 \times 10^{-2} \text{ cm}^{-1}$ となる。この値を式(2.19)に代入すると、両端部 $\alpha = \alpha_0 = 13^\circ$ でのX線強度 $I(\alpha_0)$ は I_{\max} に対して約7.5%程度の強度低下となる。

2.3.2.2 PSPCへのX線斜め入射によるX線強度変化

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、X線強度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(図2.10参照)。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。そこでX線斜め入射によるX線強度比の測定を次のように行った。ビーム幅50 μ mのX線をPSPCに直接入射し、X線到達距離 Rは入射角 α に関係なく常に200mm一定として定時計数した。X線強度比は最大計数値 I'_{\max} ($\alpha=0$ のときのピーク計数値) に対する入射角 α のときのピーク計数値 $I'(\alpha)$ の比として求めた。

測定結果を図2.21に示す。

この結果より入射角度 $\alpha=\pm 13^\circ$ において60%程度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原因としては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確認できた。

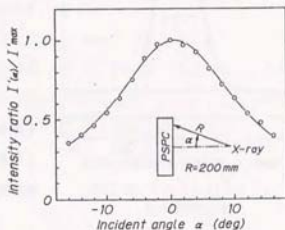


図2.21 X線斜め入射によるX線強度比の変化

ここまでは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として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と2つに分けて考えてきた。しかし回折強度曲線の両端部におけるX線強度低下の要因は両者の重畳効果と考える必要がある。すなわち(2.19)式で求められるX線強度比 $I(\alpha) / I_{\max}$ に図2.21で求められたX線強度比 $I'(\alpha) / I'_{\max}$ を乗ずれば入射角 α に対する最終的なX線強度比が求まるわけである。

2.3.2.3 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(半幅幅 6°) に一定のバックグラウンド強度を加えた形に仮定し、前述の影響により回折強度曲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。

その結果を図2.22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X線強度低下は観察されず、半幅幅ほとんど変化し

なかった。

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。そしてこのシミュレーションで得られた回折強度曲線はPSPCで実測された回折強度曲線(図2.19参照)に極めて類似した形状を呈している。この回折強度曲線の両端をバックグラウンド線決定の起点として半価幅を求めたところ 6.67° となり、明らかに正確な半価幅(6°)は求められない。

したがって、PSPCで測定された回折強度曲線を0次元検出器走査方式で測定した回折強度曲線と同等に評価するにはPSPCで得られた回折強度曲線を補正する必要がある。

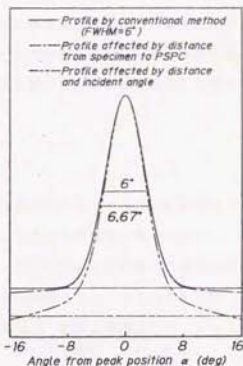


図2.22 シミュレーションによる回折強度曲線

2.3.3 回折強度曲線の実験的補正法

2.3.3.1 回折強度曲線の補正原理

PSPCによる回折強度曲線の補正の要領を図2.23に示す。いま一定強度のX線に対するPSPCの有感長さ方向の強度比 $I(\alpha)/I_{max}$ が既知であれば、その値の逆数 $I_{max}/I(\alpha)$ 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) $f(\alpha)$ 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に補正でき、この回折強度曲線の半価幅は0次元検出器走査方式により得られる半価幅と等価な値となるものと考えられる。

一定強度のX線に対するPSPCの有感長さ方向のX線強度比はX線到達距離の差およびX線斜め入

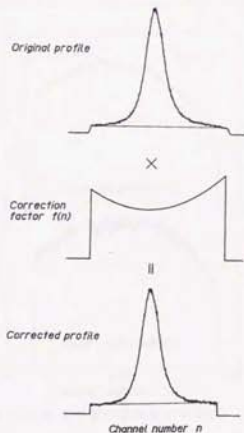


図2.23 回折強度曲線の補正原理

射の影響を併せて得る必要があり、測定条件（例えばX線照射面積、PSPCの設定位置・距離など）が変わるごとに、X線斜め入射の強度比やX線到達距離の差によるX線強度比を各々調べることは実用的ではない。そこで、ブラッグ回折を伴わない散乱X線の強度分布はほぼ一定であるので、この散乱X線強度曲線を測定し、この強度曲線から補正係数を実験的に求める方法について検討した。

2.3.3.2 散乱X線の測定および補正係数の算出

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。

測定時の試験片-PSPC間距離 R を 200mmとしたが、このPSPCの設定状態での測定角度範囲は 28° であり、チャンネルと角度の関係を校正した結果 1チャンネル当り 0.0702° となっている。X線測定条件を表 2.2 に示す。

図 2.24 に測定結果の一例を示す。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が統計的変動(以後ノイズと呼ぶ)は少ない強度分布が得られた。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。

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かなり大きな値 (例えば 16K カウント以上) 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 (16K で約 2 時間)。

反対に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

表 2.2 散乱X線測定条件

| | |
|-------------------|-----------------------------------|
| 管球電圧および電流 | 30 kV, 10 mA |
| スリット発散角 | 0.34° (入射側) |
| X線照射面積 | $1.5 \times 10 \text{ mm}^2$ 、長方形 |
| CrK β フィルター | バナジウム (V) 箔 |

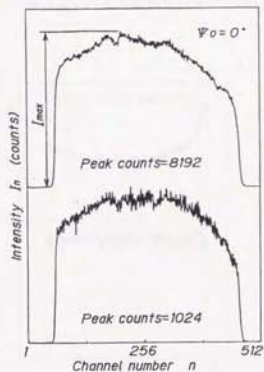


図 2.24 散乱X線強度曲線の実測例

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。測定の能率を考慮した場合、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とした方が有効であり、各チャンネルの補正係数 $f(n)$ を算出する方法を検討した。

1) 高次多項式回帰による補正係数算出法

回折強度曲線を測定する全チャンネルの範囲の I_{max}/I_n 値を最小 2 乗法で高次多項式回帰し、補正係数の関数 $f(n)$ を求める方法を検討した。そこで図 2.24 で示したピーク計数値 1024 の散乱 X 線強度曲線から求めた I_{max}/I_n 値に対して最小 2 乗法で放物線回帰して補正係数 $f(n)$ を算出し、この補正係数を用いて別途同条件で測定した散乱 X 線強度曲線を補正した結果を図 2.25 に示す。上図において、点で示したものが I_{max}/I_n 値であり、実線は最小 2 乗法により求めた二次曲線である。下図は補正後の散乱 X 線強度曲線である。この補正された散乱 X 線強度曲線は平坦な分布とならず、放物線回帰では補正が不十分であるものと判断した。そこでさらに高次の多項式回帰 (3 次～7 次) を行った。補正係数を 7 次式で回帰した一例を図 2.26 に示す。この図より補正係数を 7 次式で回帰した場合は放物線回帰による補正係数を用いた場合より散乱 X 線強度分布が平坦になっているのが観察される。

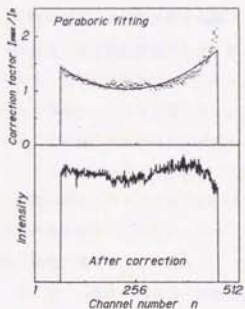


図 2.25 放物線回帰による補正係数と補正した散乱 X 線強度曲線

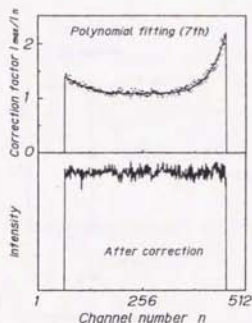


図 2.26 高次多項式回帰 (7 次) による補正係数と補正した散乱 X 線強度曲線

いま回折強度曲線が適正に補正されているのであれば各チャンネルにおけるX線計数値のばらつきは統計的変動範囲内となると考え、補正後の散乱X線計数値の標準偏差を基準にして補正係数算出法の適否を検討した。

一般にピーク計数値 N の観測値に対する標準偏差は \sqrt{N} で表せる¹¹⁾ ことが知られている。したがって本実験の場合、適正に補正されて得られるはずの散乱X線強度曲線のピーク計数値は1024カウントであるので、計数値の標準偏差は32カウントとなる。

ここで補正係数を放物線回帰および7次式回帰で求め、これにより補正した散乱X線強度曲線について各チャンネルの計数値の平均値および計数値の標準偏差を算出したところ以下ようになった。

放物線回帰 平均計数値 1027 標準偏差 62.2 (図2.25)

7次式回帰 平均計数値 1025 標準偏差 42.4 (図2.26)

両者とも標準偏差は32カウントより大きくなっている。この原因としては補正された散乱X線強度曲線にはX線計数値の統計的変動以外にうねりが存在し、このために計数値の標準偏差が大きくなったものと考えられる。以上より回折強度曲線の全チャンネル範囲の I_{\max}/I_n 値を高次多項式として回帰し、補正係数の関数式を求める方法では好ましい補正結果は得られなかった。

2) 平滑化処理による補正係数算出法

PSPCで測定される回折強度曲線は各チャンネルに対するX線計数値のヒストグラムであるので、補正係数は測定チャンネル全範囲にわたる関数として表す必要はなく、各チャンネルごとの補正係数が求まれば良い。

そこで各チャンネルの I_{\max}/I_n 値に対して移動平均法のひとつである2次・3次多項式適合平滑化処理¹²⁾ を行い、各チャンネルの補正係数を求めることを試みた。

まず2次・3次多項式適合平滑化処理の要領を図2.27に示す。この方法は測定値 $x(i)$ 近傍の測定波形が2次・3次多項式の曲線で表すこ

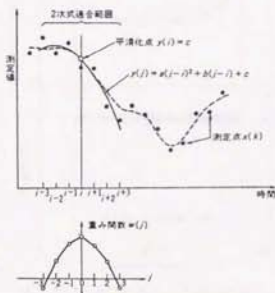


図2.27 2・3次多項式適合平滑化処理
[文献(12)より引用]

とができると仮定して、測定値自身を含む近傍の数点の範囲で最小2乗法により多項式回帰を行い、測定点における回帰結果を平滑化処理後の値 $y(i)$ とする方法である。

具体的な2次・3次多項式による平滑化処理は測定値を中心として左右に m 点ずつ、合計 $n=2m+1$ 点の離散点に対して以下に示す式によって行われる。

$$y(i) = \frac{1}{W_{23}} \cdot \sum_{j=-m}^m x(i+j) \cdot W_{23}(j) \quad (2.20)$$

ただし重み係数 $W_{23}(j)$ および正規化定数 W_{23} は次式で表せる。

$$\begin{aligned} W_{23}(j) &= 1/W_{23} \cdot [3m(m+1) - 5j^2] \\ W_{23} &= (4m^2 - 1)(2m+3)/3 \end{aligned} \quad (2.21)$$

平滑化処理を行う際の問題点は以下のことが挙げられる。

- 1) 平滑化点数が増すに従いノイズは減少するが測定波形自身にひずみを生じる。
- 2) 適切な平滑化点数を決定する基準がない。
- 3) 平滑化処理された範囲は元の測定波形の範囲より開始位置 m 個・終了位置で m 個合計 $2m$ 個狭くなる。

平滑化点数 $n=21$ で各チャンネルの補正係数を処理した結果を図2.28の上図に示す。またこの補正係数を用いて補正した散乱X線強度曲線を下図に示した。この散乱X線強度曲線は全域にわたりほぼ平坦なX線強度分布が得られ、その平均計数値は1025および標準偏差は31.2となった。したがって平滑化処理により得られた補正係数で補正された散乱X線強度曲線では計数値の標準偏差が32程度となり、統計変動以外のひずみのない散乱X線強度分布が得られた。

つぎに平滑化点数の影響について検討した。図2.29に平滑化点数の相違による補正係数曲線を示す。ピーク計数値が1024カウントの散

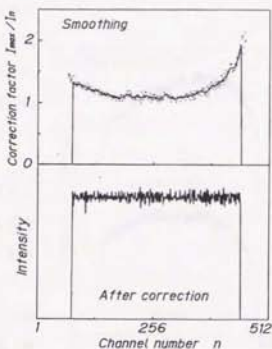


図2.28 平滑化処理による補正係数と補正した散乱X線強度曲線 (平滑化点数21点)

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 値を一番下に示した。ピーク計数値が1024カウントの場合の I_{\max}/I_n 値に対して平滑化点数 $n=11, 21$ で平滑化した補正係数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 値の補正係数曲線とはほぼ一致している。

しかし平滑化点数 $n=31$ の補正係数はピーク計数値8192カウントの場合の I_{\max}/I_n 値曲線と比較して平滑化によるひずみが現れ出し、この補正係数曲線で散乱X線強度曲線を補正したところ、その平均計数値は1025、標準偏差は36.2となり、

前述した高次多項式回帰法と同様の傾向が現れ、適正な補正が行えなかった。すなわち平滑化点数をあまり大きくすると、補正係数のひずみが大きくなると共に補正された回折強度曲線のチャンネル範囲が狭くなり、回折線幅の大きな場合には正確な半値幅値が得られないことが予想される。

以上のことから本実験では散乱X線強度曲線測定の場合としてピーク計数値1024、測定チャンネル範囲512チャンネルに限定し、補正係数を求めるための平滑化処理点数は、補正された散乱X線強度曲線がX線計数値の統計的変動以外の変動を有さないと推定できる11~21点の範囲を採用した。

つぎに応力測定を行うにはX線入射角 ψ を変化させるので、X線入射角度の相違による散乱X線強度曲線の変化について観察した。図2.30にX線入射角 ψ の相違による散乱X線強度分布の一例を示す。

$\psi=45^\circ$ の散乱X線強度曲線は、 $\psi=0^\circ$ 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。

また $\psi=0\sim 45^\circ$ の種々の角度で散乱X線強度曲線

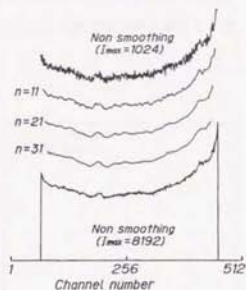


図2.29 平滑化点数の相違による補正係数曲線

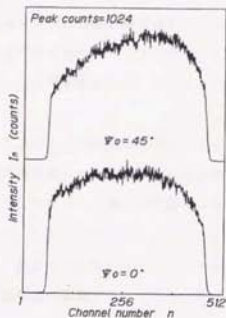


図2.30 X線入射角の相違による散乱X線強度曲線

の測定を行ったが図2.30と同様の現象が観察され、応力測定時に回折強度曲線を補正するのであれば、応力測定時のすべての入射角 θ に対して散乱X線強度曲線を測定し、補正係数を求めることが必要となる。

2.3.3.3 回折強度曲線の補正例

散乱X線強度分布から求めた補正係数を用いて実際に鋼の回折強度曲線の補正を行いその効果について検討した。被測定物には硬さ基準片(HV300およびHV600)を用いた。HV600の硬さ基準片の回折強度曲線を図2.31の下図に示す。この図でバックグラウンドが中央に向かって勾配を持っているのが観察できる。そこで図中のA-B, A'-B'間の各々21チャンネル(各々ほぼ 1.5° 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'の設定位置により半価幅の測定値が変化する可能性がある。

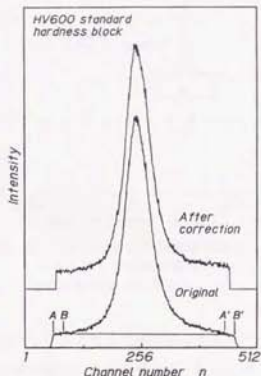


図2.31 回折強度曲線の補正例

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図2.31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であり、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、補正が有効であることが認められた。

さらに定量的に補正の効果を評価するため、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た。バックグラウンド線は回折線ピーク位置から左右等距離のチャンネル位置をバックグラウンド線決定の起点として行った。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図2.32, 2.33に示す。

半価幅が大きい回折強度曲線(HV600 図2.32)では、補正を行わないとバックグラウンド線決定のチャンネル幅 W が大きくなるに従い、半価幅値が漸増する。しかし、補正を行うとチャンネル幅310チャンネル以上では半価幅が一定となり、バックグラウンドの決め方にあまり影響されていない。

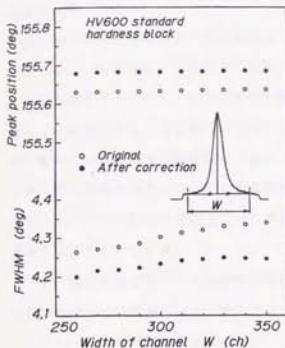


図2.32 補正の有無による回折強度曲線のピーク位置と半価幅の変化 (HV600標準硬さ基準片)

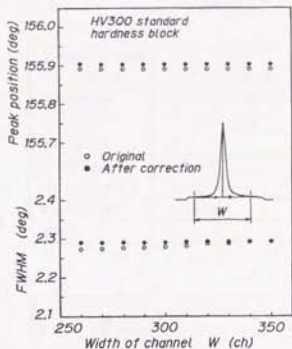


図2.33 補正の有無による回折強度曲線のピーク位置と半価幅の変化 (HV300標準硬さ基準片)

半価幅が小さい回折線の場合 (HV300 図2.33) はバックグラウンド線決定のチャンネル幅 W を大きく取れば、補正の有無にかかわらず半価幅値が 2.3° で両者ほぼ一致している。

一方、回折線ピーク位置に関しては、補正の有無でピーク位置の値に多少の差があり、両者の差は半価幅が大きい回折強度曲線ほど大きくなっている。しかしバックグラウンド線を決定するチャンネル幅 W の相違による回折線ピーク位置の変化に関しては、補正した場合あるいは補正しなかった場合ともそれぞれあまり変化していないことが観察される。このことから補正の有無により回折線ピーク位置の絶対値は変化するものの、バックグラウンド線決定のための起点は回折線ピーク位置にほとんど影響しないことが明らかとなった。

つぎにPSPCで測定された回折強度曲線の補正により得られた半価幅値とシンチレーション計数管を連続走査して得られた半価幅値の互換が可能であるか否かについて検討した。

試験片にはマイクロピカース硬さ基準片 (HV200, 300, 400, 600, 700, 800, 900) 7種類を用いた。またシンチレーション計数管連続走査方式の回折線測定条件を表2.2に示す。スリットの発散角は半価幅に大きく影響するのでPSPCと同条件にした。なおPSPCでの測

定条件は表 2.2と同じである。

図 2.34に測定結果を示す。図の横軸はシンチレーション計数管走査方式により測定された半価幅値を取っている。また図中の実線は傾き 1 の直線である。補正を行ってない場合、回折線幅が小さい領域では直線と一致しているが、回折線幅の増加に伴いその半価幅値はシンチレーション計数管で測定された半価幅値より大きくなっていく。

一方、回折線補正を行った場合の半価幅値は図中の傾き 1 の直線にほぼ一致しており、シンチレーション計数管の値とほぼ同一であった。

よって本補正法はPSPCで測定した回折線半価幅をシンチレーション計数管で測定した回折線半価幅と同等に評価するのに有効であることが確認できた。そして補正が必要なのは特に回折線幅が大きい場合のみであり、半価幅の絶対値が 2° 程度以下の回折強度曲線の場合には補正の必要性はあまりないことも明らかとなった。

表 2.3 シンチレーション計数管走査方式での回折線測定条件

| | |
|-------------------|------------------------------------|
| 管球電圧および電流 | 30 kV, 10 mA |
| スリット発散角 | 0.34° (入射, 受光側) |
| X線照射面積 | $1.5 \times 10 \text{ mm}^2$, 長方形 |
| CrK β フィルター | バナジウム(V)箔 |
| X線入射角 θ | 0° |
| 検出器走査角度 | $140 \sim 168^\circ$ |
| 検出器走査速度 | 2 deg/min. |
| 記録紙送り速度 | 40 mm/min. |
| 特定数 | 1 sec |

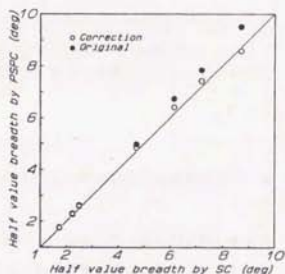


図 2.34 シンチレーション計数管とPSPCによる半価幅の比較

2.3.3.4 補正の応力測定への影響

図 2.32に示したように回折線幅が大きな場合、補正を行った回折線ピーク位置と補正しない回折線ピーク位置の差が大きくなる。X線応力測定は各X線入射角における回折線ピーク位置の変化から求まるので、補正の有無による回折線ピーク位置の差が応力測定値に影響する可能性がある。また図 2.30に示したようにX線入射角 θ により散乱X線強度曲線が異なるので各X線入射角での補正係数も変化する。この変化が応力測定値に影響する可能性もある。

そこで、各々のX線入射角における補正係数を求めて回折強度曲線を補正し、補正の有無が応力測定値におよぼす影響について検討した。試験片にはHV600の硬さ基準片を使用した。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)で行った。図2.35に $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の一例を示す。補正の有無により得られた $\sin^2\psi$ 線図は平行移動した状態となっているが、それぞれの直線性は良好でありまた応力値も次を示すようにほぼ同じ値であった。

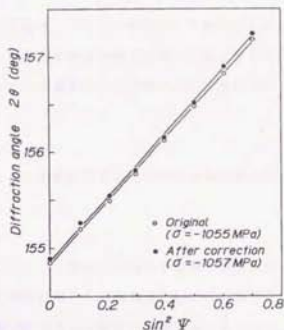


図2.35 補正の有無による $2\theta - \sin^2\psi$ 線図

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、補正無しの応力値とほぼ同じ値であった。

以上のことから回折線補正の有無による回折線ピーク位置の差(図2.32参照)および補正係数のX線入射角依存性は、応力測定値にほとんど影響しないことが確認され、応力測定に関してはたとえ半価幅が大きい場合でも、回折強度曲線の補正は行う必要ないことが明らかとなった。

2.3.4 結言

PSPC方式で測定した回折強度曲線のバックグラウンドが直線的にならない要因としては主にPSPCへのX線斜め入射による影響が大きいことが明らかとなり、PSPC方式の回折強度曲線を実験的に補正する方法を提案した。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本補正法の効果について検討を行い以下のような結論を得た。

1) 本補正法によりPSPCで測定された半価幅値を0次元X線検出器走査型の装置で得られる半価幅値と等価に評価できることが確認できた。

2.3.4 結言

直線型のPSPCで測定した回折強度曲線が歪む要因としては主にPSPCへのX線斜め入射による影響が大きいことが明らかとなり、PSPCによる回折強度曲線を実験的に補正する方法の提案をした。また応力値および半価幅に対する本補正法の有効性について検討を行い以下のような結論を得た。

- 1) PSPCで測定された半価幅値は本補正法によりX線検出器走査方式での半価幅値と等価となることが確認できた。
- 2) 半価幅値は補正を行うことによりバックグラウンド線決定の起点をあまり厳密に決めなくとも一定値となり、PSPCで得られた回折強度曲線から半価幅を正確に求める場合は補正が必要である。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く、また応力測定に関しては半価幅が大きい場合でも補正の必要性はない。
- 3) 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、標準試料として非晶質ガラスの散乱X線強度分布を利用して実験的に求めることができる。
- 4) 補正係数の決定は高次多項式回帰による関数化よりは平滑化処理により各チャンネルごとに求める方法が好ましい。

2. 4 硬さ基準片のX線回折による観察

2.4.1 緒言

回折線の幅を材料パラメータとして定量的に使用する試みは古くから行われている。疲労過程で半価幅変化を測定して疲労損傷を検出するのは最も有名な使用例⁽¹³⁾であるが、他にも硬さ値と半価幅が比例関係にあることも知られており、半価幅測定から硬さ値の推定をすることもしばしば行われている。⁽¹⁴⁾ 例えば複雑な形状の部品の押し込み硬さ試験は比較的困難であるが、その部分の回折線半価幅を非接触、非破壊で測定して硬さ値を推定することは容易であり、またX線侵入深さが小さいことを利用して半価幅変化より表面異常層の検出を感度良く行うことも可能である。

しかし半価幅測定の問題点は半価幅値が測定装置や測定条件により左右されやすい点にある。図2.36に半価幅値に影響する特性要因図を示す。たとえば2.3節で述べたようにX線検出器・検出方法が異なれば半価幅値の絶対値は異なり、適切な補正法がない限り得られた半価幅値の互換性はない。またたとえ同一装置であってもX線測定条件により半価幅値は異なってくる。したがって半価幅による材料評価法の普及には半価幅値が互換性のあるデータとして取り扱われる必要があり、互換性のある半価幅データを得るには金属組織的に経年変化の無い安定な材料を基準試験片として用い、常に半価幅値の校正ができるような態勢にしておくことが必要である。

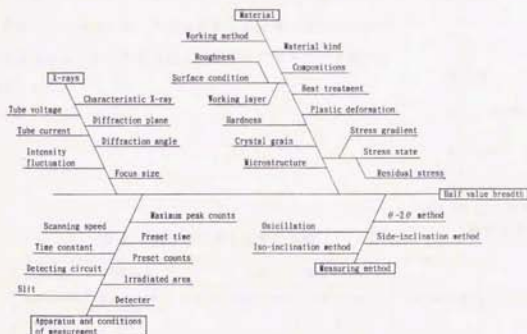


図2.36 半価幅値に影響する特性要因図

硬さ基準片は、同一面内において同一硬さ値を保証し、また経年変化を少なくするために、製造工程、特に熱処理の均一性に細心の注意を払って製作されている。したがって半価幅の基準片として使用できる可能性があり、また同時に残留応力測定に対しても基準が得られれば極めて好都合である。

そこで、本節では硬さ値の異なる硬さ基準片の半価幅および残留応力の面内分布を測定して、半価幅基準片への転用の可能性について検討した。

2.4.2 硬さ基準片

硬さ基準片は硬度計の校正のために用いられており、次のような性能が要求される。

- 1) 測定位置により硬さ値が異なるない。(材質の均一性)
- 2) 硬さ値の経年変化がない (材質の安定性)

そしてこれらの性能を満足させるため、その製造過程は厳密な管理がなされており、その製造過程を図2.37に示す。

本研究で使用した硬さ基準片は山本科学工具研究社製の鋼製ショア硬さ基準片(直径62mm、厚さ15mm)であり、表面はバフ研磨による鏡面仕上げ(Mirror-finishing)されている。

また半価幅・残留応力に及ぼす表面仕上げの影響を見るため、研削(Grinding)、ラップ仕上げ(Lapping)の基準片も一部用意した。測定に供した硬さ基準片の分類を表2.4に示す。なお表中にはそれぞれ鏡面仕上げ基準片のピッカース硬さを併記した。

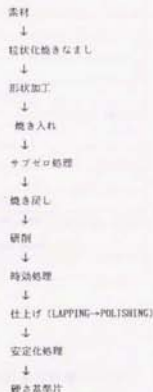


図2.37 硬さ基準片の製造工程

表 2.4 測定した硬さ基準片分類

| Nominal hardness | Vickers hardness | Surface conditions | | |
|------------------|------------------|--------------------|---------|----------|
| | | Mirror finishing | Lapping | Grinding |
| HS 30 | 204 | ○ | ○ | — |
| HS 50 | 373 | ○ | — | — |
| HS 70 | 574 | ○ | ○ | ○ |

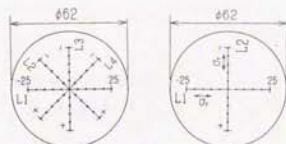
2.4.3 半価幅・残留応力測定方法

半価幅および残留応力の測定位置をそれぞれ図2.38(a)(b)に示す。半価幅測定は基準片中心から45°ずつ4方向、5mmおきに計44点、残留応力測定は直角2方向で22点の測定を行っている。X線測定条件を表2.5に示す。半価幅測定時のφ角は0°

(X線入射角φ₀=-11.8°)とし、

残留応力測定時のX線入射角はsin²φが0から0.7まで0.05おきになるように設定した。

なお前節で述べた回折強度曲線の補正は半価幅測定に対してはすべて行ったが、応力測定では補正を行わなかった。



(a) 半価幅測定位置 (b) 応力測定位置
図2.38 半価幅および残留応力の測定位置

表 2.5 X線測定条件

| | |
|-------------------------|---|
| Characteristic X-ray | Cr-Kα |
| Diffraction plane | α Fe (211) |
| Diffraction angle | about 156.4° |
| Filter | Vanadium foil |
| Tube voltage | 30 kV |
| Tube current | 10 mA |
| Slit for X-ray beam | Soller slit |
| Divergent angle of slit | 0.34° |
| Irradiated area | 3×3 mm ² , Rectangle |
| Detector | Position Sensitive Proportional Counter |
| Anode length of PSPC | 110 mm |
| Distance from specimen | 290 mm |
| Preset peak counts | 2048 |
| φ angles | 0° (Half value breadth) |
| | 0.13, 19, 23, 27, 30, 33, 36, 39, 42, 45, 48, 51, |
| | 54.57° (Stress measurement) |
| X-ray stress constant | -318 MPa/deg. |

2.4.4 半価幅の面内分布

2.4.4.1 鏡面仕上げ面

図2.39にHS30, 50, 70の鏡面仕上げ面で測定したαFe (211)面の回折強度曲線の例を示す。いずれの回折強度曲線も回折線ピーク計数値8192カウントで測定したものである。硬さ値の増加につれて回折線の幅が広がることが明瞭に観察される。この回折強度曲線に前節で述べたPSPC用回折線補正を行い、半価幅を算出した。

図2.40に半価幅の面内分布をまとめて示す。なお図中の各データは同一場所で3回半価幅測定を行いその平均値を示している。

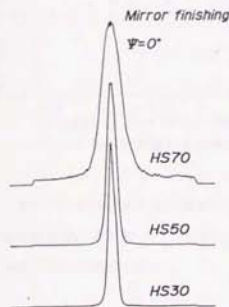


図2.39 鏡面仕上げ面の回折強度曲線

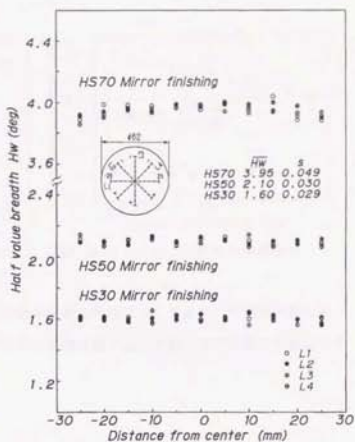


図2.40 鏡面仕上げ面の半値幅分布

HS30および50は全面にわたってほぼ均一な分布をしており標準偏差も小さい。しかし、最も硬さ値の大きいHS70は中心から半径約10~15mmの円内はほぼ均一であるが、それより外周部で半値幅値の低下が見られ、半値幅値のばらつきも多い。ただしHS70の半値幅値の標準偏差は0.049°であり、これは平均値の約1.2%に相当する。ピッカース硬さ基準片では硬さ値の許容ばらつきは1.5~2.2%とされているので¹⁵⁾、ショア硬さ基準片の許容範囲も同程度と考えれば、外周部における半値幅の低下は許容ばらつきの範囲内と考えられる。

半値幅測定は硬さ測定とは異なり、表面を鏡面に仕上げる必要はあまりない。むしろバフ研磨により最表面に非晶質の層が生成すればX線回折に対しては有害になる。

そこで、HS70鏡面仕上げ硬さ基準片のL₁方向の表面(図2.38(a)参照)を電解研磨により、約20μm除去して、その方向の半値幅分布を測定した。

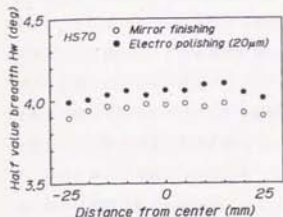


図2.41 電解研磨面の半価幅分布

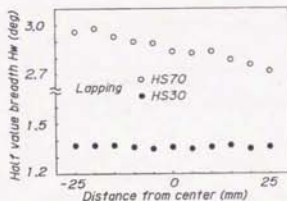


図2.42 ラップ仕上げ面の半価幅分布

図2.41がその結果であり鏡面仕上げ面の分布も同時に示してある。半価幅の絶対値は電解研磨面の方が約 0.1° 大きい分布の形態は鏡面仕上げ面とはほぼ同様で外周部で半価幅の低下が観察された。

2.4.4.2 ラップ仕上げ面

前項ではバフ研磨をしてから電解研磨をして分布を調べたが、バフ研磨の前段階であるラップ仕上げで電解研磨と同じような結果が出るのであれば半価幅の基準試験片としては、工程が1段階省略できるので好ましい。そこでラップ研磨の場合の半価幅内分布を調べた。結果を図2.42に示す。公称硬さHS30および70についての測定であるが、まず、特徴的なのは鏡面仕上げのものより半価幅の絶対値がかなり低下することである。HS30では鏡面仕上げに比較して約 0.2° 、HS70にいたっては約 1° も低下している（図2.40と比較）。ラップ仕上げ面の半価幅分布はHS30では鏡面仕上げと同じでほぼ均一であるが、HS70は右下がりになっている。

2.4.5 残留応力の挙動

鏡面仕上げ面の硬さ基準片の残留応力分布を図2.43に示す。HS30および50については半価幅の分布と同様に面内でほぼ均一な分布が観察される。しかしHS70は中心から半径10mm程度なら均一な圧縮残留応力分布と考えられるが、外周近傍で圧縮残留応力の増加が見られる。

図2.44に鏡面仕上げ面の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の一例を示す。いずれの $2\theta - \sin^2\psi$ 線図にお

いても直線ではなく、下側に凸状態となっている。そして 2θ - $\sin^2\psi$ 線図が下側に凸状態になる傾向はいずれの測定位置においても現れた。ラップ仕上げ面についても応力測定を行ったがその $\sin^2\psi$ 線図は鏡面仕上げ面と同様の傾向が現れていた。 $\sin^2\psi$ 線図が曲線になる原因の一つは、表面に急激な応力勾配が存在するため、この場合は $\sin^2\psi$ 法では正確な表面応力値は求まらない。そこで吉岡、佐々木、倉元が開発したX線三軸応力解析法¹⁸⁾で表面残留応力と深さ方向の応力勾配を求めた。表 2.6 にすべての表面状態の応力測定結果を示す。なおグラインダー仕上げ面では $\sin^2\psi$ 線図が直線であったので $\sin^2\psi$ 法による応力のみを記してある。この表より、図 2.44 に示したような $\sin^2\psi$ 線図の曲がりを見逃して直線と考え $\sin^2\psi$ 法で算出した応力値をX線三軸応力解析法の表面応力値と比較すると圧縮応力が小さくなることが認められる。本測定では $\sin^2\psi$ を0から0.7までの範囲を設定したが、 $\sin^2\psi$ 値を0.5までで応

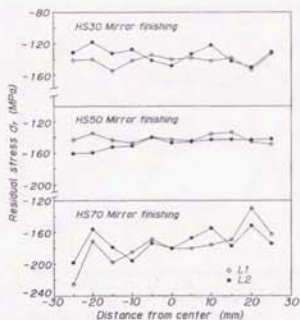


図 2.43 鏡面仕上げ面の残留応力分布

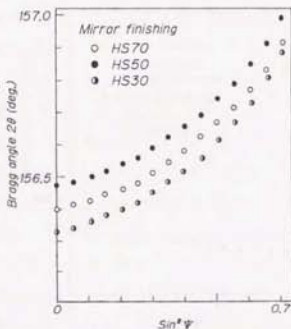


図 2.44 鏡面仕上げ面の 2θ - $\sin^2\psi$ 線図

表 2.6 残留応力および深さ方向の応力勾配

| 硬 基 準 片 | 表面残留応力 | 応力勾配 | $\sin^2\psi$ 法 | |
|---------|--------|------|----------------|------|
| HS30 | 鏡面 | -445 | 167 | -240 |
| | ラップ | -499 | 151 | -206 |
| HS50 | 鏡面 | -555 | 162 | -223 |
| | ラップ | -462 | 193 | -207 |
| HS70 | ラップ | -380 | 132 | -220 |
| | グラインダー | — | — | -350 |

単位 応力(MPa) 応力勾配(MPa/mm)

力測定を行うとすれば $\sin^2\psi$ 法での圧縮応力の絶対値はさらに小さくなる。

以上ことからラップ研磨やバフ研磨はごく表面近傍の大きな塑性変形のため深さ方向に急激な応力勾配が生じ、 2θ - $\sin^2\psi$ 線図が湾曲したものと推察できる。またこのように $\sin^2\psi$ 関係が直線とならない試料（鏡面・ラップ仕上げ）では応力測定の際のX線入射角の範囲（ $\sin^2\psi$ 値の取り方）で応力値が異なり、残留応力測定用の基準片するには問題がある。

一方、グラインダ仕上げ面は $\sin^2\psi$ 線図が直線になったが、製作過程で時効処理を行っておらず組織の経時変化が問題となるものと考えられる。

次に最表面近傍のバフ研磨による加工層を除去するためにHS70鏡面仕上げ面を電解研磨（20 μm ）して、応力分布を調べた。応力分布の結果を図2.45に、また基準片中央部で応力測定を行った時の 2θ - $\sin^2\psi$ 線図を図2.46に示す。

電解研磨した場合の応力分布は、応力の絶対値は著しく減少しているが、面内分布の形状は鏡面仕上げ面とほぼ同じであることが観察できる。また電解研磨面の 2θ - $\sin^2\psi$ の関係は回折角のばらつきも少なく良好な直線性が得られることが確認できた。

2.4.6 考察

本実験で得られた結果をまとめると次のようになる。

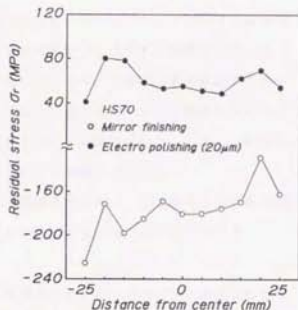


図2.45 電解研磨面の残留応力分布

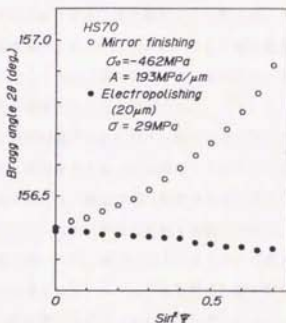


図2.46 電解研磨面の 2θ - $\sin^2\psi$ 線図

- 1) 半価幅の面内分布は、鏡面仕上げ面の場合硬さ値の低いHS30およびHS50ではほぼ均一であるが、硬さ値の高いHS70では端面近くで半価幅が少し低下する現象が見られた。
- 2) 同じ公称硬さの基準片でも表面がラップ仕上げであると半価幅の絶対値が低下する。
- 3) 残留応力測定した結果、鏡面およびラップ仕上げ面では $2\theta - \sin^2\phi$ 線図は下に凸の曲線となり、表面近傍に急激な応力勾配が存在することが認められた。しかし、鏡面仕上げ面を約 $20\mu\text{m}$ 電解研磨した場合は直線的な $\sin^2\phi$ 線図が得られた。
- 4) $\sin^2\phi$ 法で近似的に求めた鏡面仕上げ面の残留応力分布は、半価幅の分布とほぼ同じ挙動を示し、いずれの硬さ基準片においても中央部ではほぼ一定となっている。

硬さ基準片が半価幅測定の基準試験片となり得るためには、面内で均一な半価幅分布が得られることが第一条件である。今回の測定で硬さ値が低いものは、ほぼ面内全域で均一な分布が得られ、この点に関しての問題はない。しかし、硬さ値の大きいHS70では均一分布の範囲は中央での直径約 25mm の範囲内に限定される。硬さ値が大きい他の硬さ基準片でも同じ傾向があるか否かは、今回の実験範囲では不明であるが、もし共通の性質であれば、使用前に均一分布範囲を確認しておくことが必要である。この範囲を決めておけば、半価幅校正基準片として硬さ基準片を使用することが可能である。

ただし今回の測定結果より、硬さ基準片を半価幅基準片に転用する際の留意点としては、硬さ基準片の表面状態はX線測定に大きな影響を与えることを考慮しなければならない。硬さ試験では荷重が極端に小さい場合を除けば、表面状態の影響はあまり考えなくてもよいが、X線回折ではX線侵入深さが小さいために表面の影響を敏感に受ける。本実験条件ではX線侵入深さはほぼ $5\mu\text{m}$ 程度と浅いため、表面仕上げによる大きな応力や塑性変形の勾配の影響を大きく受けたものと考えられ、このような表面の性質が経時に対して不安定に変化すれば半価幅測定にも悪影響を及ぼすことが充分予想される。

したがって半価幅基準片は残留応力を測定したときに直線状の $2\theta - \sin^2\phi$ 線図が得られることが好ましく、表面の加工層を電解研磨処理により充分除去した硬さ基準片ならば半価幅基準片としての使用は可能である。

本節で測定したショア硬さ基準片の半価幅値を、2.3節で測定したマイクロピッカース硬さ基準片の半価幅値と共に図2.47に示す。マイクロピッカース硬さ基準片の公称硬さ値と半価幅の関係は硬さ400付近を境にした2本の折れ線で表すことができ、また鏡面

仕上げしたショア硬さ基準片の半価幅値もほぼこの直線上にある。含有炭素量がある範囲内の各種鋼の半価幅と硬さ値の関係が同様な2本の折れ線で表せるのは過去の研究でも確認されている(図2.48参照)が¹⁴⁾、半価幅値-硬さHVの定量的な関係は今回の測定結果とは異なっている。したがって例えば半価幅値と硬さの不変的な関係を知るには半価幅基準値が是非とも必要となる。

本研究の結果より、表面処理を行った数種類の硬さ基準片を用いて特定の装置および厳密なX線測定条件を設定して半価幅を測定すれば半価幅基準値は再現性良く得られるものと考えられるので、他の測定目的によりそれぞれ設定された測定条件下で同一の硬さ基準片の半価幅測定を行い、各々の基準値に対して校正すれば互換性のある半価幅データが得られるものと推察される。

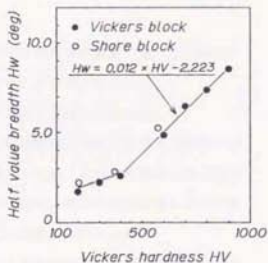


図2.47 硬さと半価幅の関係

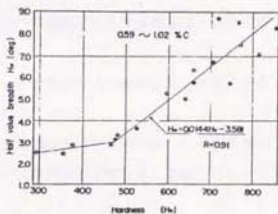


図2.48 鋼のビッカース硬さと半価幅の関係
[文献(14)より引用]

2.4.7 結言

X線回折線の半価幅を材料パラメータとして活用させるのに必要な測定値の基準化を行うために、標準半価幅基準片の確立を検討した。そして表面加工変質層を除去すれば、組織的に均一で経年変化の少ない硬さ基準片を半価幅測定用基準片として使用することができることが認められた。

2. 5 結言

直線型のPSPCにより測定された回折強度曲線はPSPCの幾何学的配置に基づく問題点のうち主にPSPCへの回折X線斜め入射による影響で歪むことが明らかとなった。

そしてこの影響を除去するための回折強度曲線の実験的な補正法を提案した。

回折強度曲線の各メモリーチャンネルにおけるX線強度補正係数は使用するPSPCや測定条件に依存する関数として考えれば良く、非晶質ガラスからの非弾性散乱X線強度分布を利用して求めることができる。そして補正係数の決定は高次多項式回帰による関数化よりは平滑化処理により求める方法が好ましいことが明らかとなった。

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した結果、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り、特にピークの広がり大きい回折強度曲線では本補正法は極めて有効である。しかし半価幅が2°程度以下であれば補正の必要はない。そしてPSPCで測定された半価幅値はX線検出器走査方式で得られる半価幅値と等価となった。

一方、応力測定、すなわち回折強度曲線のピーク位置の変化の測定に際しては、回折強度曲線を補正する必要がないことが確認できた。

本研究では1次元X線検出器として位置検出型比例計数管を用いたが、この回折強度曲線の補正法は他の1次元X線検出器や検出器のX線光学的配置が異なる場合でも十分使用できるものと推察できる。

また半価幅による材料評価法の普及や従来の研究の有効な利用を考慮した場合、半価幅の絶対値が測定装置や測定条件に左右されやすいという問題点を解消する必要がある。標準半価幅基準片の確立が要求される。そこで組織的に均一で経年変化の少ない硬さ基準片を半価幅基準片へ転用することを検討した結果、表面加工変質層を除去すれば充分半価幅基準片として使用することができることが認められた。

第2章参考文献

- 1) M. R. James, J. B. Cohen, *Advances in X-ray Analysis*, Vol. 19, 695-708 (1975)
- 2) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一, *材料*, 27, 216 (1978)
- 3) 吉岡靖夫, 長谷川賢一, 持木幸一, 関口晃, *非破壊検査*, 27, 744 (1978)
- 4) 日本材料学会編, "改著 X線応力測定法", (1981) 養賢堂
- 5) 日本材料学会X線材料強度部門委員会, "X線応力測定法標準", p. 9 (1982)
- 6) 長谷川賢一, 小池正記, 吉岡靖夫, 第22回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 7 (1985)
- 7) 小木曾克彦, 浜野俊雄, 伊東正信, 大野明, 第21回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 206 (1984)
- 8) Bertrand Guimard, Y. Yoshioka, 第22回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 31 (1985)
- 9) カリティ, "新版 X線回折要論" 松村源太郎訳, p. 428 (1986) アグネ
- 10) Kurita, M., *Journal of Testing and Evaluation*, 9, 285 (1981)
- 11) 西野治 監修, 関口晃 訳, "ブライス放射線計測", p. 65 (1985) コロナ社
- 12) 南 茂夫, "科学計測のための波形データ処理", p. 90 (1986) C Q 出版
- 13) 平修二, 本田和男, *日本機械学会論文集*, 26, 926 (1962)
- 14) Y. Yoshioka and H. Majima, "Fracture Mechanics and Technology", Vol. II, p. 1573 (1977), SIJTHOFF AND NOORDHOFF INTERNATIONAL PUBLISHERS
- 15) 山本 普, *熱処理*, 23, 366 (1983)
- 16) 吉岡靖夫, 佐々木敏彦, 倉元真実, *非破壊検査*, 34, 52 (1985)

第3章

位置検出型計数管による応力測定法の 疲労強度研究への適用

3. 1 緒言

機械や構造物の疲労破壊事故防止のために古くから多くの研究が行われており、近年では破壊力学や種々の応力・ひずみ測定法の導入により疲労強度に対する設計法や疲労寿命予測などの事故防止上の有効な手法が実践されてきている。

しかし大型構造物や機械の設計が極限設計に近づくに従い、実際の使用環境における応力状態は設計応力の他に残留応力および加工時の強制応力が重畳された複雑な状態となっており、疲労破壊による事故は規模の大小に関わらず頻繁に起こっているのが現状で、材料の疲労挙動のより精緻な機構解明が要求されてきている。

材料の疲労強度に対して残留応力が影響することは周知のことであり、残留応力は機械的に付加した平均応力の影響と等しいことが一般的な見解となっている。^{〔1〕〔2〕〔3〕}

また残留応力場を進展するき裂の挙動を研究した例も数多くあり、^{〔4〕〔5〕〔6〕} 圧縮の残留応力場はき裂開閉口挙動に大きく影響し、き裂進展速度は有効応力拡大係数の減少により低下することが明らかとなっている。

このように残留応力の疲労強度に及ぼす影響は定性的には認識されてきたが、疲労過程において残留応力が再分布を起こすなどの現象により、残留応力の影響を定量的に評価することは未だ充分に行われていない。

残留応力の疲労強度におよぼす影響やき裂進展挙動におよぼす影響の定量的な評価あるいは材料の疲労過程の観察を行うには、実際に疲労試験を行っている最中の試験片あるいは部材に作用している実働応力を直接的に観察する手段が必要である。X線応力測定法により得られる応力はまさに局所に発生している実働応力なので、実働応力の直接観察という目的にはX線応力測定法が有効な方法であるものと考えられる。

X線応力測定法は従来より疲労強度に関する研究に多用されているが、試験片の初期残留応力や一定繰返し回数の疲労試験を行った後の残留応力の測定あるいは疲労試験を模擬して試験片に静的な応力を与えたときの応力測定に使用されているに過ぎない。

もし疲労試験というような動的負荷状態下であっても回折強度曲線が瞬間測定でできれば原理的には応力測定が行えるはずであるが、現在までのところ材料強度研究の分野でこのような動的X線応力測定が行われた例は全くない。

一方、材料強度研究以外の分野では動的状態下における回折X線測定が種々の検出器を用いて行われている。たとえば両宮らはイメージングプレートを検出器として、また橋爪らは位置検出型比例計数管PSPCを用いて筋肉の収縮中の小角X線回折線を時分割測

定している。^{8) 7)} また、Gobel は位置検出型比例計数管PSPCを用いて急速加熱中の回折強度曲線を連続測定し鋼の相変態を観察している。⁸⁾

しかしこれらの回折X線の動的観察では回折角の測定精度はあまり要求されておらず、特定回折面が現れるか否かあるいは複数の回折面におけるX線強度比較が主たる目的であり、回折強度曲線は回折面が定性的に識別できれば十分としている。また回折角測定を目的とした研究が全く行われていないわけではない。Gobelは振動中の鋼の回折強度曲線を測定し、回折角の変化から回折面間のひずみを求めている⁸⁾。

工学的な意味でのX線応力測定はすでに述べたように複数のX線入射角における回折角の相対的な変化から応力を求める方法であり、回折角の測定精度が応力値の測定精度に大きく影響する。したがって疲労試験中のX線応力測定で要求されることは可能な限り短時間で、複数のX線入射角における回折強度曲線を十分な強度で測定することが挙げられ、この点で前述した動的な回折X線測定とは異なる。短時間に回折強度曲線を得るには入射X線強度を向上させるかあるいは効率良く回折X線を計数する検出器が必要である。X線応力測定に使用されている特性X線は一般に封入X線管球によって得ており現状では大きなX線強度向上は期待できない。

近年1次元X線検出器である位置検出型比例計数管PSPCは高計数率で効率良く回折強度曲線を測定できるという特徴から、単に応力測定迅速化という目的でX線応力測定装置に多く用いられてきている。しかしPSPCにはX線の時分割測定が行えるという特徴を有しており、高速の信号処理技術と組み合わせることにより、疲労試験中のX線応力測定の検出器として充分期待できる。

そこで本研究はPSPCの導入によるX線応力測定法の材料強度問題への新たな適用法として、疲労試験中に試験片に発生している実働応力の動的な測定法の確立を目的としている。本研究はまず位置検出型比例計数管を用いたX線応力測定装置を使用して疲労試験中の特定付加応力時のX線応力を $\sin^2\phi$ 法により測定する方法を提案し、その測定精度について検討した。つぎに疲労試験中のX線応力測定の高速化と繰返し応力1周期内におけるX線応力の時系列測定を目的として、単一入射法によるX線応力の時分割連続測定法について提案した。

本章の構成は次のようである。3.2節で繰返し4点曲げ試験中の平板試験片の特定付加応力時におけるX線応力測定のため、PSPCを用いた回折線間欠測定法を考案し、応力測定精度に基づく測定条件について検討した。そして回折線間欠測定法を用いた繰返し

4点曲げ試験中のX線応力測定の実測結果についても述べた。3.3節では疲労試験中のX線応力測定をより迅速化するため、応力測定法として単一入射法を採用し、2つの回折強度曲線を同時に測定する方式を考案した。また回折X線計数率向上のために小型PSPCを試作し、適正なPSPCの配置について検討した。そして繰返し応力1周期内におけるX線応力の時系列測定を可能にするため、大量高速メモリーを使用して回折強度曲線の全数一括入力方式について検討している。そして本応力測定法を適用した繰返し4点曲げ試験中のX線応力の時間的変化の実測結果について述べた。

最後に3.4節では本章で得られた結論について述べた。

3. 2 回折線間欠測定法を用いた疲労試験中の応力測定法

3.2.1 緒言

一般に疲労試験中の試験片の応力状態は付加応力と試験片の残留応力の代数和となっているものとして多くの研究が行われている。すなわち残留応力はX線応力測定で求め、付加応力はひずみゲージ値(あるいはロードセル)で算出してその和として試験片の応力状態を評価している例がほとんどである。

もし疲労試験中の動的な応力をX線で測定することが可能であるなら、残留応力と付加応力から試験片の応力状態を評価するのではなく実際に作用している応力を直接的に評価でき、繰返し付加応力1サイクル中の各付加応力時の動的応力再配分状態や動的き裂開閉口挙動あるいは繰返しに伴う応力分布の変化などを調べるための有効な手法となり得る。

著者は以前シンチレーション計数管の連続走査方式で、疲労試験中の特定付加応力時における実働応力測定を試みた。²¹⁽¹⁸⁾ その結果、回折X線強度の不足から検出器走査速度を小さくせざるをえず、測定繰返し回数が多くなるという問題があった。測定繰返し回数が多いと測定中に試験片の応力状態が変化する可能性があり、繰返し回数の増加に伴い回折強度曲線も変化する。このような場合にシンチレーション計数管のような0次元検出器連続走査方式を用いて測定すると、検出器走査時間の経過により各測定角度における回折X線強度は変化し、得られた回折強度曲線は変形する。さらに、各X線入射角における回折強度曲線を逐次測定する必要があるので、設定X線入射角の最初と最後では実働応力状態は変化する可能性があり、それらの回折角から算出される応力値は意味を持たなくなる。

位置検出型比例計数管(PSPC)は測定角度範囲内の回折X線をほぼ同時に計数でき、また回折X線の時分割測定も可能であるので疲労試験中の実働応力測定への適用が十分期待できる。

そこで本節では、まず位置検出型比例計数管(PSPC)方式のX線応力測定装置を用いて、PSPC方式に適した繰返し4点曲げ試験中の特定の付加応力段階での回折強度曲線を測定する方法を提案した。そして応力値の精度および測定繰返し回数という観点から測定条件について検討し、残留応力分布を有する試験片の繰返し4点曲げ試験中の応力分布を実測した結果について述べる。

3.2.2 繰返し応力付加中の回折強度曲線の測定方法

繰返し応力付加中の特定な付加応力における実働応力をX線で測定するには、その付加応力となった瞬間の回折強度曲線を得る必要がある。しかし現実的には瞬時の回折強度曲線測定は不可能であり、回折X線検出のための有限なサンプル時間を要する。

そこでまず繰返し応力負荷中の特定な付加応力時における回折強度曲線の測定法を検討した。回折X線の間欠測定方法はつぎの2つの方法が考えられる。図 3.1に測定したい付加応力とサンプル時間の関係を示す。

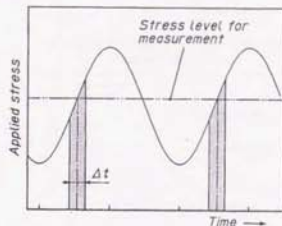


図 3.1 付加応力と回折X線測定区間

(1) 入射X線間欠照射法

入射X線を付加応力と同期させて試験片に間欠照射させ、回折X線は常時計数する。すなわち図 3.1に示すように、測定したい付加応力時にX線を微小時間 Δt だけ照射させ、適当な繰返し回数に間に回折強度曲線を測定する。この方法では原理的にはどんなX線検出器でも使用できるが、入射X線をストロボ的に発光させる電源あるいはストロボ的にX線照射を行う工夫が必要である。

(2) 回折X線間欠計数法

繰返し応力付加中の試験片に常時X線を照射する。そして図 3.1に示す測定したい付加応力時に微小時間 Δt のみ回折X線を計数する。1回のX線計数では回折強度曲線の強度は不足するため、回折角を正確に決定できない。したがって適当な繰返し回数にわたり回折X線の計数を反復する。この方法では特別なX線電源を必要としないが付加応力からの信号によって検出器あるいは検出システムを稼働させる必要がある。

入射X線間欠照射を行うために図 3.2に示すような繰返し4点曲げ試験機（繰返し速度5 Hz）と同期させてスリット付きの円盤（スリット角度 10° 、間欠照射時間は1周期の $1/36$ となる）を回転させ、測定したい付加応力時以外の入射X線を遮断して回折強度曲線を測定した。^{9) 10)} この方式による回折強度曲線の測定では測定繰返し回数は検出器走査時間により一義的に決定されてしまう。その回折強度曲線の一例を図 3.3に示す。

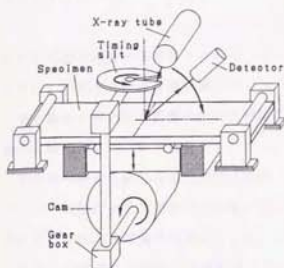


図 3.2 入射 X 線間欠照射法

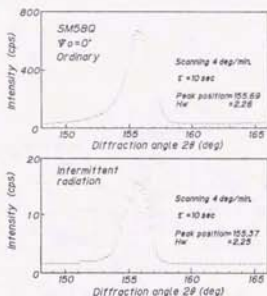


図 3.3 入射 X 線間欠照射法による
回折強度曲線

この回折強度曲線はシンチレーション計数管を連続走査（走査速度4deg/min）させたもので、測定終了までの繰返し回数は約2000回を要した。そしてX線入射角4点で応力測定を行った結果、試験機を停止させて測定したX線応力値とはほぼ一致したが、 $\sin^2\psi$ 線図の直線性はあまり良好でなかった。また測定繰返し回数についても8000~8500回と
いうような多くの回数が必要となった。

測定時間の短縮という意味でX線応力測定装置に用いられてきているPSPCおよびその検出システムは以下の特徴を有している。

- ・計数率が高い。
- ・測定角度範囲の回折X線をほぼ同時に測定できる。
- ・回折X線計数制御が電子回路で行える。
- ・回折X線の位置情報をメモリー内に累積できるので、原理的には回折強度曲線測定終了が任意に行え、測定時間の自由度が大きい。

PSPCのこれらの特徴は疲労試験中の特定の付加応力時の回折強度曲線の測定には極めて有効である。すなわち上述した回折X線間欠計数法を採用し、測定したい付加応力信号の取り込み方のみ考慮すれば回折X線計数制御はパーソナルコンピュータからの命令で行え、X線応力測定装置以外の特別な装置(スリット付き円盤の回転機構など)は必要としない。よって本実験ではパーソナルコンピュータで測定したい付加応力の信号を常

時検出し、回折X線測定開始・停止命令を信号処理装置に送り、回折強度曲線を測定する方式を採用した。

3.2.3 実験装置および測定システム

3.2.3.1 繰返し4点曲げ試験機

まず繰返し応力付加装置の製作と付加応力の検出方法について検討した。

本実験の繰返し応力付加方法は4点曲げとし、試験片の応力測定面に引張-引張の正弦波応力を付加する方式とした。

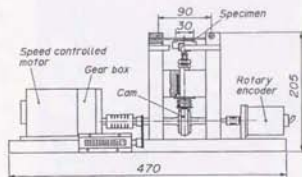


図 3.4 繰返し4点曲げ試験機

製作した繰返し4点曲げ装置を図 3.4 に、また装置の機構を図 3.5に示す。繰返し応力付加方法としては、試験片両端の2点（支点間距離 $L=90\text{mm}$ ）は固定しておき、偏心カムの回転により中央の2載荷点（支点間距離 $L/3=30\text{mm}$ ）のブロックを上下動させて試験片に正弦波の応力振幅を与える方式である。カムの偏心量を e 、カムの回転角を θ とすると、中央2載荷点の上下移動量 l は次式で示される。

$$l = e \cdot (1 - \cos \theta) \quad (3.1)$$

そして中央2載荷点間の試験片表面に発生する応力は次式で表せる。

$$\begin{aligned} \sigma_A &= \frac{27 E h}{5 L^2} l + \sigma_{A0} \\ &= \frac{27 E h}{5 L^2} e \cdot (1 - \cos \theta) + \sigma_{A0} \quad (3.2) \end{aligned}$$

ただし E : 試験片の縦弾性係数 h : 試験片の板厚

L : 外側固定点間スパン長さ 120mm

σ_{A0} : $\theta = 0^\circ$ のときの初期付加応力

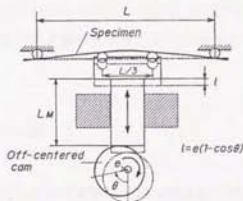


図 3.5 試験機の機構

この式よりカム軸1回転における応力振幅は試験片板厚 h および偏心量 e によって決定できる。本装置はカムの偏心量 e を $0 \sim 2\text{mm}$ の範囲で可変となるような構造とし、繰返し速度(カム軸回転速度)は最大8 Hzである。また初期付加応力は2載荷点ブロックとカム接触面の距離 L_M をネジで変えることにより設定する構造とした。

以上のように試験片への付加応力は偏心カム軸の回転角(位相) θ と対応するので、付加応力の検出方法として偏心カム軸の回転角をアブソリュート型ロータリーエンコーダ(1回転での出力は 2^8 ビット)から測定する方法とした。つまり繰返し曲げ1周期における試験片への付加応力値とロータリーエンコーダが出力する値(エンコーダ値 0~255)を予め測定しておけば、エンコーダ値が回折X線の計数開始・停止の信号となる。

使用したX線応力測定装置の測定ヘッド部および繰返し4点曲げ試験装置の外観を図 3.6に示す。

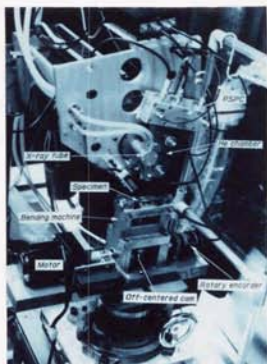


図 3.6 X線応力測定装置と繰返し4点曲げ試験機

3.2.3.2 回折X線強度の改善

繰返し負荷中の回折X線測定はサンプル時間が非常に微小なため、回折X線の強度不足が予想される。そこで回折X線の計数率を向上させる方法について検討した。

一般にX線強度は行路距離の2乗に反比例して低下し、さらに行路中の空気への吸収によってX線強度は低下する。これらを考慮したとき回折X線の計数率を向上させる方法として考えられることは次の3つが挙げられる。

- 1) 入射X線強度の向上
- 2) 回折X線行路(試験片表面-PSPC間距離)の短縮
- 3) 回折X線の空気への吸収量の減少

まず入射X線強度の向上に関しては、本実験に使用した応力測定用X線管球は最大管電流10mAであり、X線出力自身を現状より向上させることは望めない。つぎに試験片-PSPC間距離の短縮に関しては、図 2.5(前章)に示したようにPSPCの幅(有感部長さ)の制約があり、本装置では入射スリットやX線管球が回折X線を遮らずに測定できる最小の試験片-PSPC間距離は 180mmである。

そこで本節では回折X線の空気への吸収の軽減を図り、計数率を向上させる方法を検討した。回折X線の空気への吸収を減少させるには試験片-PSPC間に真空容器を設置す

るのが理想的ではあるが、真空保持の遮蔽材(例えばベリリウム板)が必要となり遮蔽材のX線吸収も伴う。また使用するPSPCの窓材は $A\ell$ マイラフィルムなのでPRガスと真空の圧力差に対する強度不足が予想され、実質的にはあまり有効な手段とはいえない。

そこで本実験では試料表面-PSPC窓間(距離185 mm)に容器(長さ130 mm)を設け、この容器の中に空気よりはるかに線吸収係数が小さいヘリウムガスを充填させて回折X線の吸収量を減少させることを試みた。

図 3.7 にヘリウム容器とPSPCの位置関係を示す。なお容器の試験片側のヘリウムガス遮蔽にはバナジウム箔(25 μm)を用いている。

バナジウム箔はCr-K β 線のフィルタであり、ヘリウムガス容器未使用の測定でも使用するのが一般的である。ちなみにバナジウム箔(25 μm)のX線透過率を求める。¹¹⁾

いまバナジウム箔への入射X線強度を I_0 としたとき、X線透過率は $I_{x\beta}/I_0=0.32$ (線吸収

係数 457cm^{-1})、 $I_{x\beta}/I_0=4.86\times 10^{-4}$ (線吸収係数 3051cm^{-1})となり、Cr-K β 線はほとんど遮断できるが測定対象であるCr-K α 線の強度も32%程度に低下してしまう。

一方、PSPCの窓材である $A\ell$ マイラフィルム($A\ell$ 蒸着厚2 μm 、マイラフィルム厚25 μm)の透過率は0.89であり、大きな回折X線強度低下はない。¹²⁾ 以下に回折X線強度の改善について述べるがPSPCの窓材とバナジウムフィルターについてはヘリウムガス使用・未使用にかかわらず両者とも回折X線の行路内に存在するので回折X線の強度比を検討する上では省略する。

いま回折X線が試料表面からPSPCに垂直入射するまでの間、すべて空気中(185 mm)を通過する場合の透過率を計算する。空気のCrK α 線に対する線吸収係数 μ_{air} は酸素20%、窒素80%として算出すると $3.486\times 10^{-2}\text{cm}^{-1}$ となる。したがってX線の強度比 I/I_0 は

$$I/I_0 = \exp[-\mu_{\text{air}} \cdot X] = 0.525$$

ただし I_0 :試験片表面での回折X線強度 X:距離 18.5cm

となり、回折X線の47.5%がPSPCに到達するまでに空気中に吸収される。

一方、回折X線の経路中130mmの区間をヘリウムで充填させた場合(図3.7参照)、へ

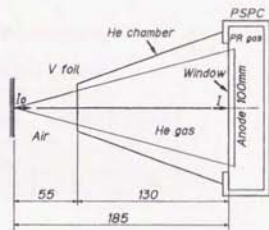


図 3.7 ヘリウム容器とPSPCの位置関係

リウムのCrK α 線に対する線吸収係数は $7.734 \times 10^{-9} \text{cm}^{-1}$ であるから、X線強度比 I/I_0 は

$$I/I_0 = \exp[-(\mu_{\text{air}} \cdot X_{\text{air}} + \mu_{\text{He}} \cdot X_{\text{He}})] = 0.825$$

ただし X_{He} :ヘリウムの経路距離 13cm X_{air} :空気の経路距離 5.5cm

となり、計算上ヘリウム容器を設置するとヘリウム容器を設置しない場合に比較して回折X線の強度が1.6倍程度向上することになる。

実際にFe粉末の回折線測定を行い計数率を比較した結果を表3.1に示す。

表 3.1 ヘリウム容器使用による計数率
(鉄粉末、回折線ピーク計数値1024カウント)

| PSPC | 測定条件 | 測定時間 (sec) | 計数率 (cps) | 測定時間の 比 | 計数率の 比 |
|------|---------|---------------|--------------|------------|-----------|
| 1号機 | Heガス未使用 | 12.6 | 2869 | 1 | 1 |
| | Heガス 使用 | 8.0 | 4769 | 0.63 | 1.66 |

ただし試験片-PSPC間距離 180mm

ヘリウム容器を使用した場合は、使用しない場合に対して1.66倍に計数率が向上し、計算上の計数率向上の比(1.6倍)よりも大きくなった。また回折線ピーク計数値を一定とした時、測定時間はヘリウム容器を使用しない場合の0.6倍程度となっている。

図3.8にヘリウム容器使用および未使用の波高分析結果を示す。ヘリウム容器を使用した場合は波高弁別の下限界側(長波長側)の計数値が未使用に比較して大きくなっており、実

測の計数率の比が計算上よりも向上した理由としては、長い波長のX線の空気への吸収がヘリウムガスの使用により減少したためと考えられる。

以上のことから回折X線強度の改善方法としては、回折X線測定の際害にならない範囲で可能な限りヘリウムガス中のX線行路を増加させることが有効であり、本実験では

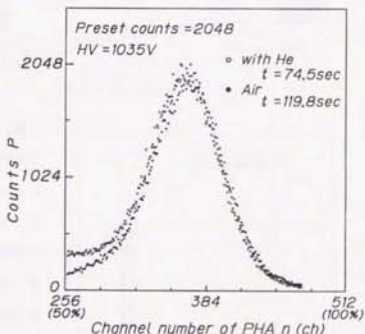


図 3.8 波高分析結果

この考え方を入射X線側にも適用している。すなわちX線管球-試験片表面間(120mm)に設置されているソーラースリット(30mm)内にもヘリウムガスを流入させて回折X線の計数率向上を図った。

このヘリウムガスの使用は本実験に限らず小さなX線照射面積での応力測定のような回折X線強度の不足が予想されるような場合にも回折線測定時間の短縮に有効である。

3.2.3.3 応力測定システム

図 3.9に繰返し4点曲げ試験中の応力測定システムを示す。図3.10には付加応力とエンコーダ値の関係を示す。まず測定したい付加応力に該当するエンコーダ値 n_1 を設定し、左右等間隔で回折X線計数開始のエンコーダ値 n_2 、回折X線計数停止

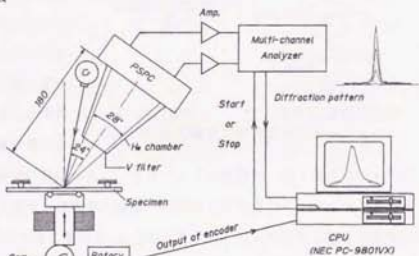


図 3.9 応力測定システム

のエンコーダ値 n_2 を決定する。そしてX線入射角を設定し、試験片に常時X線を照射する。

つぎに繰返し4点曲げ試験中パーソナルコンピュータは常時エンコーダ値を入力し、エンコーダ値が n_1 になったら、信号処理装置に回折X線計数開始の命令信号を送り、その後エンコーダ値が n_2 になったとき回折X線計数停止の命令を信号処理装置に送る。その間(以後回折X線のサンプル区間 n_s と呼ぶ)の回折X線の位置情報は信号処理装置単独で処理

され、メモリー内に集積される。そして一定の繰返し回数あるいは一定の回折線ピーク計数値になるまでサンプル区間のみ回折X線計数を反復し、信号処理装置から回折強度曲線を読み込んで一つのX線入射角での測定を終了する。つづいて本測定は $\sin^2\psi$ 法

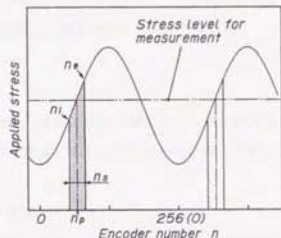
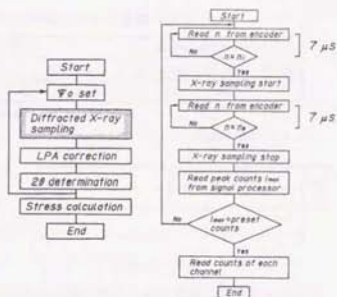


図3.10 付加応力とエンコーダ出力

による応力測定なのでパーソナルコンピュータにより順次X線入射角 ψ の設定を行い回折強度曲線測定、回折角決定を行った。繰返し曲げ試験中におけるX線応力測定・回折X線測定を行うためのアルゴリズムを図3.11(a)(b)に示す。回折X線間欠測定のプログラムにおいて、エンコード値を検出する速度はサンプル時間の精度および再現性に大きく影響する。応力繰返し速度が大きい場合にエンコード値の検出速度が遅いと、

回折X線計数開始・停止命令に遅延を生じ、またサンプル時間が一定とならない。そこで回折X線の間欠測定プログラムは繰返し速度への追従性を考慮してアセンブラで作成した。(付録1にアセンブリリストを示す。)このプログラムにより回折X線計数開始信号・停止信号の最大遅れ時間およびサンプル時間の最大誤差は $7\mu\text{sec}$ である。例えば、繰返し速度 10Hz 、サンプル区間 n をエンコード値で1とした時サンプル時間は $391\mu\text{sec}$ となり、遅れ時間およびサンプル時間の誤差は設定サンプル時間に対して2%程度に過ぎない。したがって再現性良くサンプル時間(区間)の確保が行えるものとする。



(a) 応力測定 (b) 回折線間欠測定
図3.11 応力測定プログラムのアルゴリズム

3.2.4 繰返し4点曲げ試験中の応力測定

まず繰返し4点曲げ試験中における特定付加応力時のX線応力測定を行う際の測定条件について検討し、つぎに薄い平滑鋼板を用いて繰返し4点曲げ試験を行い種々の付加応力でのX線応力の実測結果について述べる。

3.2.4.1 試験片および繰返し4点曲げ試験機の精度

本実験に供した材料は市販の調質高張力鋼HT80(板厚 16mm)で化学組成および機械的性質を表3.2に示す。この材料を図3.12に示すような試験片形状に機械加工した。なお圧延方向は試験片長手方向である。試験片は応力除去焼なましを行わず、X線応力測定位置の研削加工層を電解研磨で除去した。

まず繰返し4点曲げ装置の精度を調べる目的で、試験片中央表裏面にロゼットゲージ

表 3.2 供試鋼(HT80)の化学組成および機械的性質

| Chemical compositions (wt.%) | | | | | | | | | | Mechanical properties | | |
|------------------------------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|------|-----------------------|----------|--------|
| C | Si | Mn | P | S | Cu | Ni | Cr | Mo | V | YP (MPa) | TS (MPa) | EL (%) |
| 0.13 | 0.25 | 0.81 | 0.014 | 0.002 | 0.17 | 0.83 | 0.44 | 0.42 | 0.04 | 853 | 902 | 23 |

YS:Yield strength TS:Tensile strength EL:Elongation

(ゲージ長 2mm, 3軸)を貼り、エンコーダ値と付加ひずみの関係を静ひずみ計で測定した。エンコーダ値と表面(X線応力測定面)の付加ひずみの関係を図3.13に示す。

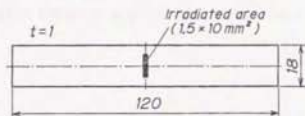


図3.12 試験片形状

この付加ひずみに縦弾性係数206GPaを乗じて付加応力とし非線形最小2乗法により回帰した結果

$$\sigma_A = -131.3 \cos[\pi(n_p + 3.4)/128] + 190.4 \quad \text{MPa} \quad (3.3)$$

($r^2=0.999$)

となり、正確な正弦波となっていることが確認できた。また反復して付加ひずみの測定を行った結果、表裏ともエンコーダ値に対するひずみ値の再現性は良好であった。なおX線応力測定時には表のひずみゲージを除去し、裏面のひずみからX線測定面のひずみを推定した。

つぎに試験片に静的応力を負荷して通常のX線応力測定を行い、ひずみゲージから算

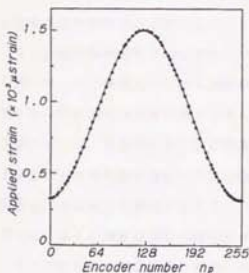


図3.13 付加ひずみとエンコーダ値

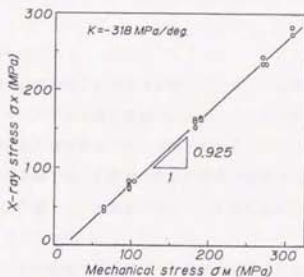


図3.14 機械的応力とX線応力

出した機械的応力値(付加応力値)とX線応力値(X線応力定数 $K=318\text{MPa/deg}$ で算出)の比較を行った。X線照射位置は試験片中央部の $1.5\times 10\text{mm}^2$ の領域である。(図3.12参照)

測定結果を図3.14に示す。X線応力値は付加応力値より低く現れており、その勾配は0.925であった。したがって以後本節でのX線応力値はX線応力定数 $K=344\text{MPa/deg}$ として算出した。また使用した試験片の残留応力を測定した結果 -13MPa であり、 $2\theta-\sin^2\phi$ 線図の直線性も良好であった。

3.2.4.2 回折角・応力測定精度と測定条件

サンプル区間内の回折X線計数を繰返して回折強度曲線を得るという方式は、反復の各回で回折X線の状況(応力状態)が同一であることを前提としている。応力集中部やき裂近傍のように繰返し回数に伴って応力状態が変化しやすい状態で多数回の測定繰返し回数を要する場合にはこの前提条件を満たさず得られた応力値は無意味な値となってしまう可能性がある。したがって本測定法では測定繰返し回数が少なくかつ高精度の応力値を得ることが要求され、これを満たす測定条件の検討を行った。

測定繰返し回数と応力値の精度に大きく影響する測定条件としては以下のことが挙げられる。

- 1) 回折線測定終了の条件
- 2) サンプル区間 n 。(サンプル時間)
- 3) X線入射角 ϕ の点数

ここで列挙した測定条件のうちX線入射角の点数については $\sin^2\phi$ 法の応力測定で最小の点数である4点で限定した。

まず回折X線測定終了の条件について述べる。

PSPCによるX線検出システムは回折X線の位置情報が信号処理装置内のメモリーに集積され、回折強度曲線はメモリーチャンネルに対するX線計数値のヒストグラムとして得られるので、原理的には任意の測定時間で回折強度曲線の測定が終了できる。しかし、回折線ピーク計数値が過度に小さな回折強度曲線では、計数値の統計的変動に影響され回折角の値に大きな誤差が生じる。一方、回折線ピーク計数値が大きい回折強度曲線を得るには多くの測定繰返し回数を要することとなる。

そこで回折角の測定精度を考慮した場合、どの程度の回折線ピーク計数値が要求されるのかという点について検討した。図3.15に種々の定時計数をこなした回折強度曲線

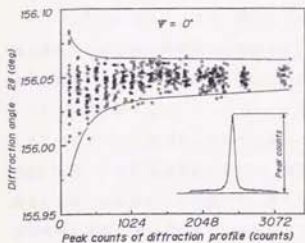


図3.15 回折線ピーク計数値と回折角

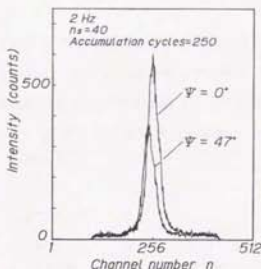


図3.16 X線入射角と回折線の変化

(無負荷, X線入射角 $\phi=0^\circ$) の回折線ピーク計数値と回折角 (ピーク位置) の測定結果を示す。回折線ピーク計数値が 500 程度より小さい場合は回折角のばらつきが大きい。しかしピーク計数値が 500 程度より大きくなると回折角のばらつきが小さくなり、以後回折ピーク計数値が増加しても回折角のばらつきの顕著な減少は認められない。したがって本測定ではピーク計数値が 500 程度となるような回折強度曲線が得られれば回折角の測定精度と繰返し回数の両方の点から好ましいものと判断した。

つぎに回折線測定は一定繰返し回数だけ回折 X 線間欠計数する方式と回折線ピーク計数値が一定の値になるまで回折 X 線間欠計数を繰返す方式の 2 通りが考えられる。

そこで回折線測定終了条件の検討を行った。図 3.16 に繰返し速度 2 Hz、サンプル区間 $n_s=40$ (サンプル時間 78 ms)、設定繰返し回数 250 回で測定した回折強度曲線の一例を示す。この図で X 線入射角が大きい方が回折強度曲線のピーク計数値は小さくなっていることが観察できる。一定繰返し回数制御での回折線測定は定時計数法と等価であり、定時計数法では X 線入射角が大きくなるにしたがい回折線ピーク計数値は小さくなるのが一般的である。繰返し応力付加中の応力測定を行う際に各 X 線入射角における回折強度曲線測定を一定の繰返し回数制御で行うと、図 3.15 から明らかなように回折角の測定誤差が X 線入射角毎に異なり応力の測定精度の上からは好ましくない。

以上のことから本実験では各 X 線入射角における回折強度曲線の測定は定ピーク計数値で終了させる方式とし、その設定ピーク計数値は信号処理装置の都合から 512 カウントとした。

つぎにサンプル区間 n_s の大きさについて検討した。

サンプル区間 n_s が大きいかほど、繰返し1回当たりのサンプル時間は増加するので少ない測定繰返し回数で回折線測定・応力測定が行える。一方、測定応力値はサンプル区間内の平均的応力と解釈できるので、測定応力値の時間的分解能を考慮すればサンプル区間 n_s は小さい方が好ましい。

そこでサンプル区間を変化させて繰返し4点曲げ試験中の回折強度曲線を測定し、測定繰返し回数と回折線の状況を調べた。回折強度曲線測定条件は表3.3に示す。なお測定付加応力値はサンプル区間内の応力変動が最も大きい191MPaで、エンコード値 $n_s=62$ の位置である。(図3.13参照)

図3.17にX線入射角 $\phi_s=-11.8^\circ$ ($\phi=0^\circ$)で得られた回折強度曲線を示す。繰返し4点曲げ試験中に得られた回折強度曲線は静的負荷状態の回折強度曲線と比較して回折線ピーク位置にほとんど差はなく、図3.3で示したシンチレーション計数管連続走査方式で得られた回折強度曲線のような回折強度曲線のひずみは見られなかった。また測定繰返し回数に関してはサンプル区間 n_s の大きさに反比例して減少している。

つぎに付加応力191MPa($n_s=62$)の時のサンプル区間 n_s の相違によるX線応力測定精度を調べた。X線測定条件を表3.4に示す。なお測定精度を比較するため、付加応力191MPaで試験機を停止し通常の応力測定も行っている。

測定結果を表3.5に示す。なお表中の±以降の数値は応力の95%信頼限界値である。静的負荷状態の応力値は180MPaであるが、こ

表 3.3 回折線間欠測定条件

| 特性X線 | Cr-K α |
|-------------------|-----------------------------------|
| 回折面 | α Fe (211) |
| CrK α フィルタ | バナジウム箔 |
| 管線電圧、電流 | 30 kV, 10 mA |
| スリット | ソーラースリット(発散角0.34°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 × 長さ10 mm ² , 長方形 |
| X線検出器 | PSPC (17号機) 有効窓長さ100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 180 mm (Heガス使用 125mm) |
| 定ピーク計数値 | 1024カウント |
| X線入射角 ϕ_s | -11.8° ($\phi=0^\circ$) |
| 繰返し速度 | 2 Hz |
| サンプル区間 n_s | 4 (8mm), 10 (20mm), (サンプル時間) |
| | 16 (31mm), 20 (39mm) |

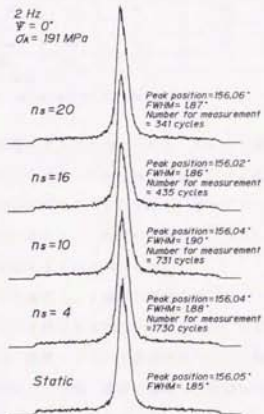


図3.17 サンプル区間の違いによる回折強度曲線

の値は試験片の初期残留応力(-13MPa)を考えれば妥当な値と考えられる。この表よりサンプル区間 n_s が10、16での応力値および95%信頼限界値は静的負荷状態の値と比較してほとんど差はない。しかしサンプル区間 n_s が減少するに従い応力値および95%信頼限界値は静的負荷状態における値と比較してその差が大きくなっている。また応力測定に必要な繰返し回数はサンプル区間 n_s の減少に伴いほぼ反比例して増加している。このことから過度

表 3.4 X線応力測定条件

| | |
|------------------------|---|
| 特性X線 | Cr-K α |
| CrK α フィルタ | バナジウム箔 |
| 管球電圧、電流 | 20 kV、10 mA |
| スリット | ソーラー・スリット(発散角0.24°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 × 長さ10 mm ² 、長方形 |
| X線検出器 | PSPC(1号機)有効長さ100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 180 mm (Heガス使用 125mm) |
| 定ピーク計数値 | 512 カウント |
| ϕ 角 | 0.27, 35.51° (4点) |
| ($\sin^2 \phi$ 値) | 0 ~ 0.6 (0.2おき) |
| X線応力定数 | -344 MPa/deg |
| 繰返し速度 | 2 Hz |
| サンプル区間 n_s 、(サンプル時間) | 2 (4ms)、4 (8ms)、 10 (20ms)、16 (32ms) |

に小さくサンプル区間を設定することは、

測定繰返し回数が多くなるばかりでなく応力の信頼限界値も通常の応力測定(常時回折X線を計数する方法)の2倍以上になってしまい応力測定精度の点からも好ましくない。この原因としては繰返し4点曲げ試験機稼働中に

表 3.5 X線応力値の比較

| サンプル区間 n_s 、(サンプル時間) | X線応力 (MPa) | 95%信頼限界値 (MPa) | 所要繰返し回数 (回) |
|------------------------|------------|----------------|-------------|
| 2 (4ms) | 215 | 42 | 8603 |
| 4 (8ms) | 143 | 28 | 4258 |
| 10 (20ms) | 174 | 15 | 1685 |
| 16 (32ms) | 183 | 16 | 1108 |
| 通常測定 | 180 | 12 | — |

付加応力 190 MPa

*通常測定：静的負荷状態でX線応力測定した結果

におけるサンプル区間内の付加応力のばらつきが影響するものと考えられる。すなわち繰返し応力1周期あたりのサンプル区間に付加応力のばらつきが存在してもサンプル区間が大きい場合は積算平均的な回折強度曲線を測定していることになるが、サンプル区間が小さい場合には瞬間的な回折強度曲線を測定することとなり付加応力のばらつきによる回折角の測定誤差が応力測定精度に大きく影響するものと考えられる。

つぎに繰返し4点曲げ試験中の種々の付加応力を設定し、X線応力測定を行った。測定付加応力はカム軸の回転角で45°毎(エンコーダ値でほぼ32毎)に設定した。X線応力測定条件を表3.6に示す。X線応力測定は同一試験片を用いて各付加応力ごとに静的負荷状態での測定も併せて行っている。なお繰返し4点曲げ装置の構造上、試験片のX線測定面は上下動する。よって試験片の高さ設定は測定付加応力ごとに該当するエンコーダ値 n_s の位置で行った。

繰返し試験中のX線応力測定結果を図3.18に示す。図中の実線はひずみゲージから測定した付加応力であり、2点線は付加応力の実線を残留応力分(-13MPa)だけ平行移動

した線である。静的負荷状態における応力値およびサンプル区間の大きな($n_s=10$)場合のX線応力値はいずれの付加応力でも2点鎖線上にはほぼ一致している。サンプル区間 n_s が10の場合、どの測定応力レベルにおいても $\sin^2\psi$ 線図の直線性は良く、応力の95%信頼限界値も静的負荷状態の値とほぼ一致していた。またサンプル区間 n_s が4の場合、ほとんどの付加応力においてX線応力値と2点鎖線の差が20~30 MPa程度存在している。

したがって表 3.5および図3.18の結果から本実験の範囲内(繰返し速度 2Hz)で静的負荷状態での通常の応力測定と同程度の測定精度で応力値が得られるサンプル区間は $n_s=10$ (サンプル時間ほぼ20ms)以上であれば良いことが確認できた。一方、測定繰返し回数はサンプル区間 $n_s=10$ の場合1800程度であり、回折線測定方式が異なるもの前述した0次元検出器連続走査方式で測定した場合^{9) 10)}と比較して測定に要する繰返し回数は1/4~1/5程度の大きな改善が行えた。

測定繰返し回数と応力値の精度に影響する測定条件として回折線測定終了の条件、サンプル区間 n_s (サンプル時間)、X線入射角 ψ_0 の点数について述べてきたが、一つのX線入射角 ψ_0 における測定繰返し回数 N_s は以下のように示すことができる。

$$N_s = \frac{256}{n_s} \times \text{繰返し速度}(\text{Hz}) \times \text{累積計数時間 } t_{s_i}(\text{sec})$$

ここで累積計数時間は応力測定精度に影響し、本実験結果では回折線ピーク計数値が512 カウントとなるような計数時間 t_{s_i} で良いことがわかった。

表 3.6 繰返し4点曲げ試験中のX線応力測定条件

| | |
|-------------------|--|
| スリット | ソーラーズスリット(発散角0.34°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 × 長さ10 mm ² 、長方形 |
| 定ピーク計数値 | 512 カウント |
| ψ 角 | 0, 27, 39, 51° (4点) |
| ($\sin^2\psi$ 値) | 0 ~ 0.6 (0.2おき) |
| X線応力定数 | -344 MPa/deg |
| 繰返し速度 | 2 Hz |
| サンプル区間 n_s | 4 (8mm), 10 (20mm) |
| 測定エンコーダ値 n_p | 30(104), 62(181), 94(276), 126(308), |
| (付加応力 MPa) | 158(270), 190(182), 222(98), 255(65) |

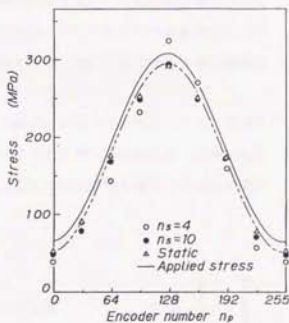


図3.18 繰返し付加応力1周期内のX線応力

したがって1回の応力測定に要する繰返し回数 N_0 はX線入射角点数ごとの測定繰返し回数の合計として

$$N_0 = \sum N_{\theta_i}$$

となり、 N_{θ_i} のほぼX線入射角点数倍必要とする。

ここで述べた測定繰返し回数および応力値の精度に影響する条件は試験片、X線照射面積、入射X線スリットの発散角および繰返し速度を限定した場合であり、試験片の半価幅や平行ビームスリットの発散角によって測定繰返し回数は明らかに変化する。

いま回折強度曲線のピーク計数値を一定として考えたとき、半価幅が大きい試験片の回折強度曲線を測定するには大きな累積計数時間が必要となり、X線照射面積を小さくすれば反比例して累積計数時間は増加する。また平行ビームスリットの発散角が大きくなれば入射X線強度は増加し累積計数時間は減少するが、PSPC方式では応力測定精度は低下する。

このように測定対象およびスリット発散角やX線照射面積などの条件により、希望する精度の応力値を得るための各X線入射角における累積計数時間は異なり、一義的には決定できない。したがってあらかじめ応力精度に応じた計数時間を通常のX線応力測定で確かめておくことが望ましい。

3.2.5 繰返し4点曲げ試験中の応力分布の測定

本実験に使用した試験片は材質、形状とも図3.12と同じである。ただし試験片に強制的に残留応力分布を生じさせるために、本田らの行った熱応力型の残留応力付加方法を採用した。¹³⁾ 具体的には試験片の両側1.5 mmずつを露出させ、図3.19に示すような治具に取り付け、治具ごと650℃に加熱2時間保持した後、水冷した。その後試験片中央部の測定位置を電解研磨し、残留応力の試験片幅方向の分布を測定した。X線測定条件を表3.7に示す。また残留応力分布の測定結果を図3.20に示す。

残留応力分布は、試験片中央部で平坦な引張(100MPa)、試験片端部で大きな圧縮(-300MPa)を呈している。

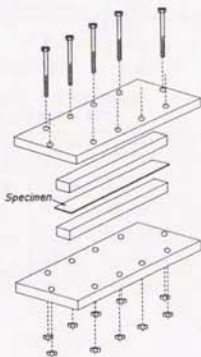


図3.19 試験片水冷治具

表 3.7 残留応力測定条件

| | |
|--------------------|--|
| スリット | ソーラススリット(発散角 0.34°) |
| X線照射寸法 | $1 \times 1 \text{ mm}^2$ |
| 定ピーク計数値 | 1024 カウント |
| X線応力定数 | -344 MPa/deg |
| ϕ 角 | 0, 19, 27, 33, 39, 45, 51° (7点) |
| ($\sin^2 \phi$ 値) | 0 ~ 0.6 (0.1おき) |

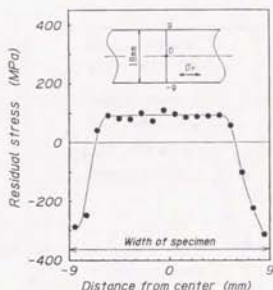


図3.20 試験片の残留応力分布

この試験片を用いて繰返し4点曲げ試験中の最大付加応力時(260MPa)および最小付加応力時(80 MPa)の応力分布測定を行った。

付加応力の繰返し速度は 2Hzと 8Hzで行い、繰返し速度の応力分布におよぼす影響についても検討した。なお応力分布の比較のため最大・最小付加応力時で試験機を停止し静的負荷状態の応力分布もあわせて測定した。

図3.21にエンコーダ値と付加応力の関係を示す。最大・最小付加応力時ではサンプル区間 n_s を比較的大きくしてもサンプル区間内の付加応力変動は小さい。静的負荷状態における通常の応力測定における測定誤差は $\pm 10 \text{ MPa}$ (95%信頼限界)程度なので、付加応力変動量も同程度まで許容し、サンプル区間 n_s を40と決定した。したがってサンプル時間は8Hzで20ms, 2Hzで78msである。X線測定条件を表3.8に示す。

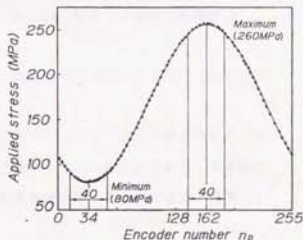


図3.21 付加応力とエンコーダ値

表 3.8 繰返し4点曲げ試験中の応力分布測定条件

| | |
|--------------------|---------------------------------|
| X線照射寸法 | $\phi 2 \text{ mm}$ (ビンホールスリット) |
| 定ピーク計数値 | 512 カウント |
| X線応力定数 | -344 MPa/deg |
| ϕ 角 | 0, 25, 37, 47° (4点) |
| ($\sin^2 \phi$ 値) | 0 ~ 0.535 (0.18おき) |
| 繰返し速度 | 2 Hz, 8 Hz |
| サンプル区間 n_s | 40 |

繰返し4点曲げ試験中の応力分布の測定結果を図3.22に示す。繰返し4点曲げ試験中の応力分布は最大・最小付加応力時とも残留応力分布とほぼ同一の形態であることが観察できる。図中の2つの曲線は残留応力分布線をそれぞれの付加応力分だけ移動させた曲線であるが、試験片両端部で若干のばらつきがあるものの、中央部においては付加応力分だけ移動した曲線とX線応力値が一致している。また繰返し速度 8Hz, 2Hzおよび静的な応力分布ともに大きな差はなく、繰返し速度の応力分布におよぼす影響はないものと判断できる。また応力1点あたりの測定繰返し回数は 2Hzで1200~1600回, 8Hzで4500~6700回であった。

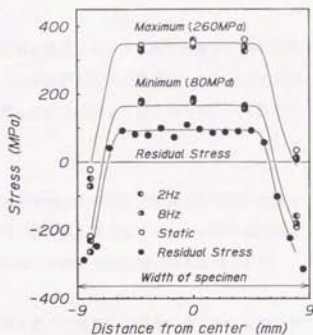


図3.22 繰返し4点曲げ試験中の応力分布

以上のことから繰返し応力が付加されている状態であっても、最大・最小付加応力時の実働応力分布は残留応力分布と付加応力値の代数和として再配分しており、本実験の繰返し速度の範囲では応力分布は繰返し速度の影響を受けないことが実験的に確認できた。

3.2.6 結 言

位置検出型比例計数管を使用したX線応力測定装置を用いて、疲労試験中の特定付加応力時の回折強度曲線を測定する方法として回折線間欠測定法を考案した。そしてこの回折線間欠測定法を複数のX線入射角に適用し $\sin^2\phi$ 法による応力測定を行った結果以下のことが明らかとなった。

- 1) 繰返し4点曲げ試験中の特定付加応力時のX線応力測定に位置検出型比例計数管およびヘリウムガス容器を使用したことにより、検出器走査方式で行った特定付加応力時の測定例と比較して測定繰返し回数的大幅な改善と良好な応力測定精度が得られた。
- 2) 回折角・応力測定誤差と測定繰返し回数を併せて考慮した場合、各X線入射角における回折強度曲線の測定は定ピーク計数値で終了させる方式が好ましく、その設定ピーク計数値は512カウント程度で良いことが確認できた。また回折X線計数のサンプル時間を過度に小さく設定すると測定繰返し回数が増えるばかりでなく、サンプル区間内の付加応力のばらつきにより応力測定精度が低下することも確認できた。

また初期残留応力分布を有する試験片の繰返し4点曲げ試験中における最大・最小付加応力時の応力分布測定を行って以下のことが明らかとなった。

- 3) 試験片の応力状態が弾性範囲内であれば、繰返し4点曲げ試験中のような動的負荷状態であっても、実働応力分布の形態は変化せず、重ね合わせの原理で予想されていた通りその応力値は付加応力と残留応力の代数和として再配分していることが実測できた。また本実験の繰返し速度の範囲（最大8Hz）では実働応力分布は繰返し速度の影響を受けないことが確認できた。

3. 3 疲労試験中の単一入射法によるX線応力の連続測定法

3.3.1 緒言

前節では疲労試験中の特定付加応力時に試験片に発生している応力を $\sin^2\psi$ 法で測定する方法について述べたが、この方法の大きな改善点は2点ある。

- 1) 複数のX線入射角において回折強度曲線を逐次測定する必要があり、1つの応力測定に要する繰返し回数は(回折強度曲線測定に要する繰返し回数×X線入射角点数)だけ必要となり非常に多くなる。
- 2) 特定付加応力時のサンプル区間のみ回折X線を計数しているため、他の付加応力における回折X線は測定には何ら関与しておらず測定効率が極めて悪い。

X線応力測定は異なったX線入射角における回折角の相対的变化から応力値を算出する方法であるので必要最小限度2点以上のX線入射角で回折強度曲線を測定する必要がある。したがって測定繰返し回数間の応力状態の変化を考慮すれば測定繰返し回数の減少が要求され、複数のX線入射角に対して回折強度曲線を逐次測定するのではなく、複数のX線入射角の回折強度曲線を同時に並行測定する方法が望ましい。

またPSPCはパルス計数型検出器であり付加応力の変動に伴う回折X線の変化を迅速かつ適確に測定できるため、付加応力毎の回折線を分離して別々に記憶できれば、サンプル区間以外の回折X線の情報を破壊することなく、疲労試験中の付加応力変動に伴う回折強度曲線の変化が連続的に測定できる。

そこで本節ではX線応力測定法として単一入射法を採用し、1点のX線入射角に対して2つの回折強度曲線を同時に測定する方法を考案し、単一入射法による応力測定精度と測定時間について調べた。つぎに大量高速メモリーを使用して疲労試験中の繰返し応力1周期における各付加応力毎の回折強度曲線を全数一括入力し応力変化を測定する「単一入射法による実働応力の時分割連続測定法」を提案した。

3.3.2 単一入射法によるX線応力測定

疲労試験中のX線応力測定の測定繰返し回数を少なく行うためには次に示す2点が有効である。

- 1) X線入射角点数を少なくし、理想的には複数のX線入射角におけるそれぞれの回折強度曲線を同時に測定する。
- 2) 回折X線の計数率をさらに向上させる。

しかし $\sin^2 \phi$ 法の応力測定において複数の X 線入射角におけるそれぞれの回折強度曲線を同時に測定するには、複数の X 線源および同数の検出器・検出システムが必要となる。そこで本実験では疲労試験中の X 線応力測定法として一つの X 線入射角 ϕ_0 で $\sin^2 \phi$ 値の異なった 2 つの回折強度曲線を測定し応力を算出する単一入射法を採用した。

また回折 X 線の計数率を向上させる目的で小型 PSPC を試作し、試験片 - PSPC 間距離の短縮を図った。以下に順をおって述べる。

3.3.2.1 単一入射法による応力測定原理

単一入射法による応力測定法は現在標準的に行われている $\sin^2 \phi$ 法による X 線応力測定法の確立過程で行われた方法であり、1955 年に Schaal によって写真法による応力測定法として提案された。¹⁴⁾ しかし現在では回折装置の発達により単一入射法はほとんど使用されていない。

図 3.23 に X 線入射角と回折環の位置関係を示す。 $\sin^2 \phi$ 並傾法による X 線応力測定は X 線入射角 ϕ_0 を数点 (4 点以上) 選択し、それぞれの X 線入射角において

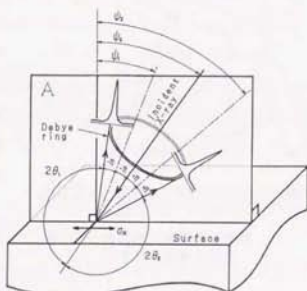


図3.23 X線入射角と回折環

$+\eta$ 側の回折強度曲線から回折角 $2\theta_2$ を測定して $2\theta - \sin^2 \phi$ 線図を作成し、この線図の傾きに X 線応力定数を乗じて応力を求める方法である。また単一入射法による X 線応力測定法も $\sin^2 \phi$ 法と本質的には何ら変わりはない。

単一入射法は一つの X 線入射角 ϕ_0 に対する $+\eta$ 側、 $-\eta$ 側の回折強度曲線をそれぞれ測定して $\phi_1 = \phi_0 - \eta$ および $\phi_2 = \phi_0 + \eta$ のときの回折角 $2\theta_1$ 、 $2\theta_2$ を求め、次式により応力を算出する方法であり、X 線入射角 2 点の $\sin^2 \phi$ 法と等価である。

$$\sigma_x = K \cdot M \quad (3.4)$$

$$M = \frac{\partial 2\theta_0}{\partial \sin^2 \phi} = \frac{2\theta_2 - 2\theta_1}{\sin^2 \phi_2 - \sin^2 \phi_1}$$

ただし K: X 線応力定数

いま種々の X 線入射角における回折角の誤差が一定と仮定したとき、 $\sin^2 \phi_2 - \sin^2 \phi_1$

の値が大きくなるようなX線入射角 ϕ_0 を選んだ方が傾き K の誤差は小さくなる。

X線入射角 ϕ_0 を用いて、 $\sin^2\phi_2 - \sin^2\phi_1$ を表すと次式ようになる。

$$f(\phi_0) = \sin^2\phi_2 - \sin^2\phi_1 = \sin^2(\phi_0 + \eta) - \sin^2(\phi_0 - \eta) \\ = \sin 2\eta \cdot \sin 2\phi_0$$

ただし式中で 2η : 回折角の補角, $\eta_1 = \eta_2 = \eta$ としている。

この式で $f(\phi_0)$ が最大値を呈するのは $\phi_0 = 45^\circ$ であり、一般に単一入射法の応力測定ではX線入射角 ϕ_0 を 45° に設定して行っている。

PSPCを用いた $\sin^2\phi$ 法の応力測定では試験片表面とX線入射角の回転中心が厳密に一致していないと測定応力値に大きな誤差を伴うことになる。しかし、単一入射法では双方のPSPCの測定角度範囲内で回折線の測定が可能であれば、試験片表面-PSPC間距離の設定誤差は応力測定値にほとんど影響をおよぼさないという利点がある。

例えば図3.24に示すように試験片表面が適正な位置から ΔH だけ下がった場合、 $+\eta$

側、 $-\eta$ 側の回折角 2θ は、それぞれ $\Delta 2\theta_1$ 、 $\Delta 2\theta_2$ だけ見かけ低角度側へ移行する。

このために生じる応力誤差 $\Delta\sigma_n$ は次式で示される。

$$\Delta\sigma_n = \frac{\Delta 2\theta_1 - \Delta 2\theta_2}{\sin^2(\phi_0 + \eta) - \sin^2(\phi_0 - \eta)} \cdot K \\ = \frac{K}{\sin 2\phi_0 \cdot \sin 2\eta} \cdot (\Delta 2\theta_1 - \Delta 2\theta_2) \quad (\text{MPa}) \quad (3.5)$$

また $\Delta 2\theta_1$ 、 $\Delta 2\theta_2$ はそれぞれ

$$\Delta 2\theta_1 = \frac{180}{\pi} \cdot \tan^{-1} \left(\frac{\Delta H \cdot \sin 2\eta}{R_1 \cdot \cos \phi_0} \right) \approx \frac{180}{\pi} \cdot \frac{\Delta H \cdot \sin 2\eta}{R_1 \cdot \cos \phi_0} \quad (\text{deg})$$

$$\Delta 2\theta_2 = \frac{180}{\pi} \cdot \tan^{-1} \left(\frac{\Delta H \cdot \sin 2\eta}{R_2 \cdot \cos \phi_0} \right) \approx \frac{180}{\pi} \cdot \frac{\Delta H \cdot \sin 2\eta}{R_2 \cdot \cos \phi_0} \quad (\text{deg})$$

ただし $\Delta H/R_1$ 、 $\Delta H/R_2$ が非常に小さいとき

となるので、式(3.5)は整理すると次式となる。

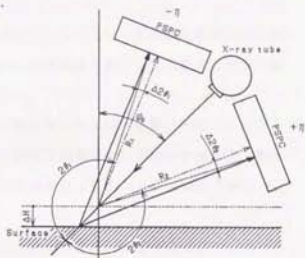


図3.24 応力測定装置設定誤差に伴う回折角の誤差

$$\pm \sigma_u = \frac{K}{\sin 2\phi_0 \cdot \cos \phi_0} \cdot \Delta H \cdot \frac{180}{\pi} \cdot \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right) \quad (\text{MPa}) \quad (3.6)$$

この式で試験片表面-PSPC間距離 R_1 , R_2 が等しいとき、試験片への装置設定誤差 ΔH による応力誤差は生じないことになる。

以上のことから単一入射法による応力測定法を疲労試験中の応力連続測定に適用する利点としては次のようなことが挙げられる。

- 1) X線入射角が1点で応力が測定できるので、もし2つの回折強度曲線の同時測定が可能であれば繰返し4点曲げ試験中の応力測定に要する測定繰返し数が大幅に減少できるものと推定される。
- 2) 試験片表面-PSPC間距離の設定誤差が応力値におよぼす影響は原理的には全くないので、繰返し4点曲げ試験のように回折X線測定中に試験片表面が上下動するような場合でも、精度良くX線応力の連続測定が行えるものと期待できる。

一方、単一入射法による応力測定の留意点は次のようなことが挙げられる。

- 1) 2点の回折角から応力を算出するので、回折角の測定誤差が応力値におよぼす影響は $\sin^2 \phi$ 法よりも大きい。したがって回折線ピーク計数値などの応力測定条件と応力測定精度を予め検討する必要がある。
- 2) 試験片表面の状態が集合組織である場合や結晶粒が粗い場合あるいは深さ方向に急激な応力勾配が存在する場合には一般に $2\theta - \sin^2 \phi$ 線図は直線とならず、単一入射法のように回折角を2つの $\sin^2 \phi$ に対して測定しただけでは測定表面の状態の把握ができなばかりでなく、正確な応力値は得られない。したがって測定する試験片の $2\theta - \sin^2 \phi$ 線図の直線性を確認しておく必要がある。

3.3.2.2 小型位置検出型比例計数管の試作および信号処理方法

1) 小型PSPCの試作

前節の繰返し負荷中の特定付加応力でのX線応力測定において、回折X線の計数率改善法としてヘリウムガス容器の使用を試みた。本節ではさらに回折X線計数率の向上を図ることを検討した。

前節でも述べたが回折X線の計数率を向上させる方法としては次の3つが挙げられる。

- 1) 入射X線強度の向上
- 2) 回折X線行路(試験片表面-PSPC間距離)の短縮
- 3) 回折X線の空気への吸収量の減少

ここで入射X線強度の向上はX線封入管を使用している限り実質的には期待できない。

回折X線強度はX線行路長の2乗に反比例すると仮定すれば、現状での最も有効な計数率改善法は試験片-PSPC間距離の短縮であると考えられる。すなわち試験片-PSPC間距離が多少でも短縮できれば計数率は距離の2乗として向上する効果があり、しかも回折X線の空気への吸収も軽減できる。しかし前節まで使用していたPSPC(以後1号機と呼ぶ)ではアノード長さ(100 mm)が大きいために検出器の幅が広い、したがって図2.5で示したようにX線管球やスリットが障害となり、試験片-PSPC間距離を180 mm以下にすることができない。

そこで試験片-PSPC間距離の大幅な短縮を目的として、アノード長さ(検出器幅)が小さいPSPCの設計・試作を行った。小型PSPCの設計仕様としてはPSPC-試験片間距離 100 mm程度、測定角度範囲は30°程度という条件とし、PSPCの有感部長さを50 mmと決定した。

試作した小型PSPC(以後2号機と呼ぶ)は前章と同様、直線のアノード抵抗線方式の電荷分割型とし、その構造の概略図を図3.25に示す。コの字型のカソード(黄銅)の中央に、直径7 μm(公称)、長さ50 mmのカーボンファイバー(5kΩ/cm)を陽極として張っており、X線検出の窓はベリウム(厚さ0.3 mm)を用いている。検出ガスはPRガス(Ar90%, CH₄10%)を用いたが、ガス流入・流出弁にストップバルブを用いて封入方式としている。

検出器本体はヘリウム容器を兼用した形とし、ヘリウムガス流入部の長さは45 mmである。またヘリウムの遮蔽としてはCrK_βフィルタであるバナジウム箔(25 μm)を使用した。

試作した小型PSPCを図3.26に示す。

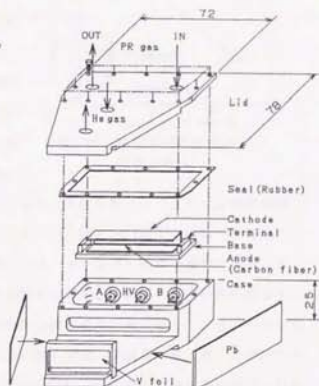


図3.25 小型PSPCの構造

試作した小型PSPCにより幾何学的には試験片-PSPC間距離を短縮することが可能となったが、試験片-PSPC間距離をどの程度まで短縮できるかはPSPCの性能によって制限される。すなわち試験片-PSPC間距離を短縮すれば計数率は大きくなるが、過度にPSPCを試験片に接近させると計数の数え落としが起こるので、試作したPSPCの最高計数率を調べる必要がある。また同時に回折強度曲線の測定精度に影響をおよぼす位置分解能の計数率依存性も調べる必要がある。

そこで幅 $50\mu\text{m}$ のスリットをPSPC窓部直前に置き、X線源とPSPCの間に厚さ $100\mu\text{m}$ の鉄箔を数枚挿入してX線の定時計数を行い、計数率を求めた。図3.27に測定結果を示す。

図の横軸は鉄箔の枚数で下図の縦軸は計数率の対数、また上図は測定された半価幅を表示している。

計数率に関しては、各鉄箔は入射X線強度を同じ割合だけ吸収するので計数率と箔枚数を片対数表示すると計数値の数え落としが起こるまでは直線となる。下図より鉄箔枚数が

5~1枚の範囲ではほぼ直線関係が成立しているが、X線直接入射のときは計数率は低下している。このときの測定したプロフィールの一例を図3.28に示す。鉄箔5枚の場合のプロフィールと比較して、X線直接入射のプロフィールは明らかに半価幅が大きくなっているが、鉄箔1枚のプロフィールでは半価幅および形状にほとんど違いが観察できない。したがってこの小型PSPCの計数率は 20000cps 程度までは数え落としがないものと判断できる。そして位置分解能の計数率依存性に関しては、X線を直接入射した場合以外は半価幅はほぼ一定値となっているので、 $500\sim 20000\text{cps}$ 程度の計数率の範囲では位置分解能は変化しないものと考えられる。

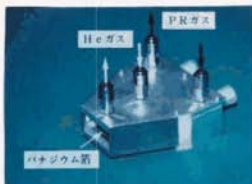


図3.26 小型PSPCの外観

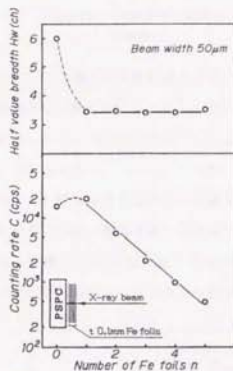


図3.27 小型PSPCの計数率と位置分解能

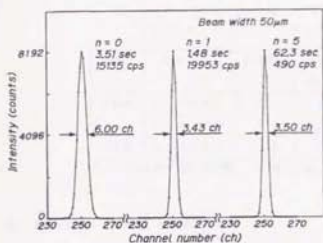


図3.28 小型PSPCによるプロフィール

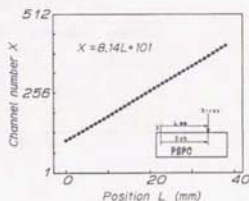


図3.29 X線垂直入射時の直線性

図3.29に垂直入射時の直線性を調べた結果を示す。この図より入射位置とチャンネルの直線性は良好であり、1チャンネルあたりの長さは0.123mm/chとなった。したがって計数率 500~2000cpsの場合の平均半価幅は424 μmとなり、Warrenの方法¹³⁾によりX線源が無限に小さい場合のひろがりに換算すると421 μmとなる。

鋼のX線応力測定では測定対象の半価幅は最小でも1.5°程度であるから、試験片—PSPC間距離を90mmとしたときに小型PSPCでは1.5°が約2.4mmに相当する。半価幅1.5°の回折強度曲線に対して検出器の位置分解能が与える影響は、 $(421\mu\text{m}/2.4\text{mm})^2=0.03$ となり3%程度となる。したがって試作したPSPCは計数率が2000cps以下ならば十分な位置分解能であると判断できる。

つぎに実測状態における計数率と小型PSPCによる計数率改善の程度を調べるため鉄粉末の回折強度曲線を測定し、PSPC1号機の計数率の比較を行った。小型PSPCの試験片からの距離は90mm、PSPC1号機の距離は180mmである。また回折線測定は定ピーク計数値1024として行った。

図3.30にFe粉末の回折強度曲線を示す。小型PSPCの有感領域は若干減少しているものの半価幅が大きな材料の測定以外は問題ないものと考えられる。小型PSPCによる回折強度曲線においてもPSPC1号機と同様にCrK_{α1}、CrK_{α2}の分離も明

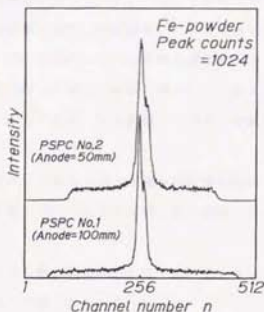


図3.30 小型PSPCによる回折線測定例

表 3.9 小型PSPC(2号機)とPSPC1号機の計数率の比較
(鉄粉末、回折線ピーク計数値1024カウント)

| PSPC | 測定条件 | 測定時間 (sec) | 計数率 (cps) | 測定時間の 比 | 計数率の 比 |
|------|---------|---------------|--------------|------------|-----------|
| 1号機 | Heガス未使用 | 12.6 | 2869 | 1 | 1 |
| | Heガス 使用 | 8.0 | 4769 | 0.63 | 1.66 |
| 2号機 | Heガス未使用 | 4.2 | 10721 | 0.33 | 3.74 |

ただし試験片-PSPC間距離：1号機 180mm，2号機 90mm

線に観察され、分解能も良好である。

表 3.9に小型PSPCの計数性能の比較を示す。小型PSPCの計数率は約11000cpsであり、試験片-PSPC間距離90mmでも計数落としては無いものと考えられる。また小型PSPCの計数率はPSPC1号機に比較して約3.7倍に向上し、ヘリウム容器を使用したPSPC1号機と比較しても2倍以上の計数率向上が行えた。

以上のことから小型PSPCの最高計数率を20000cpsとし、計数率は距離の2乗に反比例すると仮定した場合、試験片-PSPC間距離は計算上約70mm程度まで接近して設置できると考えられる。しかし繰返し4点曲げ試験中の応力測定では繰返し4点曲げ試験機の一部が障害となるため試験片-PSPC間距離を100mm(PSPC窓部まで105mm)とした。

2) 単一入射法の信号処理方法

小木曾らはPSPCを用いた単一入射法による応力測定を行っている¹⁶⁾が、その信号処理方法はまず一方(例えば $-\eta$ 側)のPSPCにより回折線を測定し回折線をパーソナルコンピュータに読み込んだ後に、もう一方(例えば $+\eta$ 側)のPSPCからの回折線を測定する方法としている。この方式で疲労試験中の応力測定を行った場合、前節で述べた各X線入射角での回折強度曲線を逐次測定することと全く同じであり、回折線測定に要する繰返し回数的大幅な減少は期待できない。

疲労試験中の単一入射法による応力連続測定では $+\eta$ 側および $-\eta$ 側の回折線を同時検出するのが望ましく、 $+\eta$ 、 $-\eta$ 側に設置した2個のPSPCの出力を同時に信号処理する方法が要求される。

そこで本研究では2個のPSPCを直列に接続し1台の割り算器を介して1台のメモリー部(メモリーチャンネル数512ch)に接続する方式を考案した。

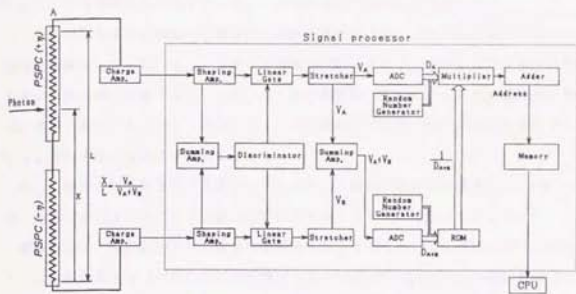


図3.31 2個のPSPCの接続方法

図3.31にPSPCと信号処理装置の配線を示す。この方式では2個のPSPCからの回折X線的位置情報は、2つのPSPCの合成抵抗値を有した見かけ1個のPSPCからの出力としてほぼ同時に信号処理が行われる。2個の小型PSPCを直列接続して得られた回折線の一つを図3.32に示す。

ここで得られた全体の回折強度曲線において、 $-\eta$ ・ $+\eta$ 側各々の回折強度曲線を構成するメモリー数(回折線の横軸)は $-\eta$ 側のPSPCの抵抗を R_A 、 $+\eta$ 側のPSPCの抵抗を R_B とすると、

$$M_A = 512 \times R_A / (R_A + R_B) \text{ ch}$$

$$M_B = 512 \times R_B / (R_A + R_B) \text{ ch}$$

となる。つまり得られた回折線の1~ M_A チャンネルまでが $-\eta$ 側の回折線であり、 M_A+1 ~512チャンネルまでが $+\eta$ 側の回折線である。

したがって極端に抵抗値の異なるPSPCの組み合わせでは各々の回折線を構成しているメモリー数が大きく異なり、回折角決定の際の誤差により応力測定精度は低下するものと考えられるが、今回製作した小型PSPCの抵抗値はそれぞれ28kΩ程度でありほぼ256チャンネルを境に $-\eta$ ・ $+\eta$ 側の回折強度曲線が構成されている。

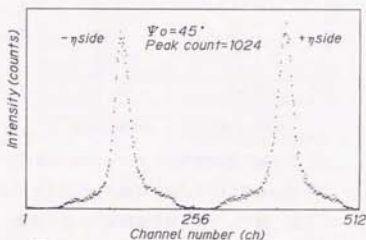


図3.32 単一入射法による回折線測定例

3.3.2.3 信号処理装置のメモリーチャンネルと測定角度の校正方法

2個のPSPCを直列に接続して得られた回折強度曲線は図3.32に示したように2つの回折強度曲線からなっている。-η側の回折線(左側)はメモリーのチャンネル番号の増加に伴い角度の値は大きくなる。一方、+η側の回折線(右側)はチャンネル番号の増加に伴い角度の値は小さくなり、全体のチャンネル数のほぼ中央(ほぼ256ch)を境にチャンネルと測定角度の校正式は異なる。

そこで既知の回折角を有する粉末に対して単一入射法で回折線を測定し、-η側、+η側の測定角度 2θ とチャンネル値 X の関係をそれぞれ1次の校正式で表した。

前章と同様、校正に使用した粉末はひずみを除去するため十分に焼鈍したFeとCrであり、CrK α 線に対するFe(211)面の回折角は $2\theta_{Fe} = 156.40^\circ$ 、Cr(211)面の回折角は $2\theta_{Cr} = 153.17^\circ$ である。

そこで図3.33に示すようにFe(211)、Cr(211)の回折強度曲線をそれぞれ多数回測定し、複数のピーク位置 X_{Cr1} 、 X_{Fe1} から-η側の測定角度

$$2\theta_{-} = a_1 X + b_1 \text{ の係数 } a_1, b_1 \text{ を,}$$

またピーク位置 X_{Cr2} 、 X_{Fe2} から+η側の測定角度

$$2\theta_{+} = a_2 X + b_2 \text{ の係数 } a_2, b_2 \text{ をそれぞれ最小2乗法で求めた。}$$

ちなみに試験片-PSPC間距離を

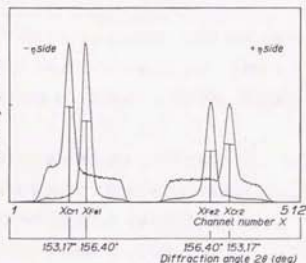


図3.33 チャンネルと測定角度の校正法

105 mmとしたときの1チャンネルあたりの角度 a_1 、 a_2 の絶対値は0.1~0.095deg/chとなり、0次元検出器ステップスキャン法で推奨されている測定角度のステップ幅(0.1°)と同程度である¹⁷⁾。なお応力測定の際の回折角算出はピーク位置(チャンネル値)と中央チャンネル値256の大小判別により、-η側の校正式あるいは+η側の校正式を識別するプログラムとした。

3.3.2.4 単一入射法による応力測定精度

1) 測定時間と応力測定精度の検討

前節では回折強度曲線測定終了条件として一定繰返し回数制御よりも一定ピーク計数

表3.10 単一入射法による応力測定条件

| | |
|-----------------|---|
| 特性X線 | Cr-K α |
| CrKフィルター | バナジウム箔 |
| 管球電圧、電流 | 20 kV, 10 mA |
| スリット | ソーラスリット(発散角0.34°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 x 長さ10 mm ² , 長方形 |
| X線検出器 | PSPC (2号機) 有効長さ 50mm |
| 試験片-PSPC距離 | 105 mm (Heガス使用 40mm) |
| X線入射角 ϕ_0 | 45° ($\sin^2 \phi_0 = 0.5$, $\sin^2 \phi_0 = 0.7$) |
| 設定計数時間 | 2, 5, 10, 15, 20 sec |
| 測定反復回数 | 21回 (各設定計数時間ごと) |
| X線応力定数 | -337 MPa/deg |
| 付加応力 σ_0 | 540 MPa |

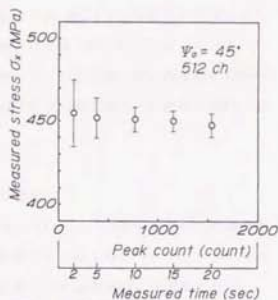


図3.34 回折線測定条件と応力値

値制御で測定することが応力測定精度の上で望ましいことを述べた。しかしPSPCを直列に接続して2つの回折強度曲線を同時に測定する場合は $\sin^2 \phi$ 値の大きい+ η 側のピーク計数値が- η 側に比較して小さくなり(図3.16参照)、両者のピーク計数値一定の測定は不可能である。

そこで定時計数法で回折強度曲線測定を行い、応力測定精度について検討した。

測定は前節で用いた平板試験片(板厚1 mm)に静的曲げて既知の応力(540MPa)を付加し、単一入射法(X線入射角 $\phi_0=45^\circ$)で種々の計数時間を設定し応力値の測定誤差を調べた。X線測定条件を表3.10示す。測定反復回数は各計数時間に対して21回ずつ行った。

回折線ピーク計数値と応力値の関係を図3.34に示す。また表3.11に応力の平均値と標準偏差を示す。なお図中の各データの範囲は標準偏差を示している。この図で回折線ピーク計数値はいずれも+ η 側の値を採用している。以後本節におけるピーク計数値という表現はすべて+ η 側のピーク計数値とする。

測定応力の平均値はいずれのX線計数時間においてもほぼ一定である。しかしX線計数時間が小さい場合は測定誤差(標準偏差)は大きく、そしてX線計数時間の増加に伴い漸減する傾向が観察され

表3.11 単一入射法による応力測定結果

| 設定計数時間(sec) | 回折線ピーク計数平均値 | | 応力平均値($\bar{\sigma}$, MPa) | 標準偏差(S. D. (MPa)) |
|-------------|-------------|------------|------------------------------|-------------------|
| | - η 側 | + η 側 | | |
| 2 | 243 counts | 182 counts | 455 | 40.3 |
| 5 | 585 | 437 | 452 | 24.5 |
| 10 | 1153 | 878 | 451 | 14.9 |
| 15 | 1716 | 1331 | 450 | 12.3 |
| 20 | 2274 | 1732 | 448 | 14.3 |

る。またX線計数時間が10秒(回折線ピーク計数値が約800カウント程度)以上であればいずれの計数時間であっても測定応力の標準偏差はほぼ15MPa以下となっている。

したがって疲労試験中の応力測定を単一入射法で行うには累積X線計数時間が10秒程度となるような条件であれば、静的負荷状態における応力測定精度と同程度の誤差 ± 15 MPaで測定が行えるものと推定できる。

2) 被測定物への装置設定誤差による応力値への影響

2個のPSPCが入射X線に対して線対称に配置されていれば、試験片表面-PSPC間距離の設定誤差は原理的には応力測定値にほとんど影響をおよぼさない。しかし2個のPSPCを入射X線に対して正確に線対称となるように配置するのは現実的には困難である。

そこで疲労試験中の応力測定と同一の状態に2個のPSPCを設定してFe粉末の応力測定を行い、試験片表面-PSPC間距離の変動に伴う応力値の変化を実測した。応力測定条件は10秒の定時計数とした。

測定結果を図3.35に示す。なお設定誤差 $\Delta H=0$ mmは試験片表面-PSPC間距離105mmの時とした。この図より設定誤差 $\Delta H=1$ mm当りの応力の変化量 $\pm \sigma_n$ は直線回帰すると -0.342 (MPa/mm)となり、応力の測定精度を考慮すれば試験片表面-PSPC間距離の設定誤差は $\Delta H=3\sim 3$ mmの範囲では応力値に影響を与えないことが確認できた。

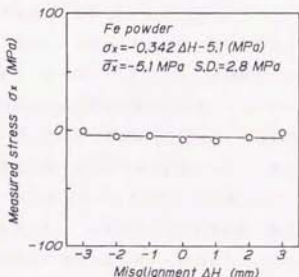


図3.35 試験片設定誤差と測定応力

3.3.3 単一入射法による繰返し4点曲げ試験中のX線応力の連続測定

3.3.3.1 応力の連続測定方法

単一入射法による応力測定は2つの回折強度曲線を測定すれば応力が算出できるので、繰返し4点曲げ試験中の付加応力変化に伴うX線応力を単一入射法で連続測定するには種々の付加応力段階における回折X線の処理方法を考慮すれば良い。そこで本研究では繰返し4点曲げ試験中の種々の付加応力段階における回折強度曲線の測定法として、繰返し4点曲げ試験中回折X線を常時計数し、繰返し1周期内の種々の付加応力段階ご

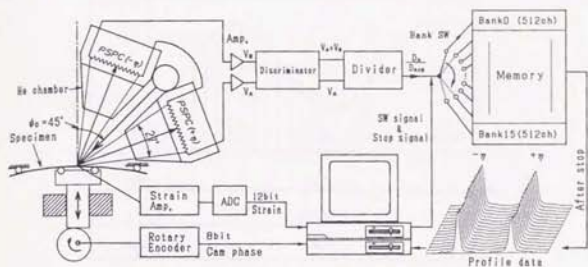


図3.36 繰返し4点曲げ試験中の応力連続測定システム

とに信号処理装置のメモリー領域を切り換えることによって回折強度曲線を分離して蓄積し、適当な繰返し回数にわたり反復測定する方式を採用した。

図3.36に本実験の測定システム図を示す。繰返し4点曲げ試験は前節で述べた装置と同一のもので、偏心カム軸に絶対値型ロータリーエンコーダ(出力2⁸bit)が接続してある。また付加応力を測定するため試験片裏面中央部には箔抵抗線ひずみゲージ(ゲージ率2.10、ゲージ長1mm、抵抗120Ω)を貼り、動ひずみ計(周波数特性100kHz)そしてAD変換器を介してパーソナルコンピュータに接続した。また信号処理装置はメモリー部を512チャンネル(24bit/ch)ずつ16個のメモリー領域(以後バンクと呼ぶ)に分割し、コンピュータによりバンク切り換え可能なように改造した。なお回折X線の計数開始・終了、回折線取り込みのメモリー領域切換および付加応力測定は偏心カムに接続されたエンコーダ出力値により制御を行った。

図3.37に付加応力と各装置からの読み込み信号および各装置への制御信号の関係を示す。また図3.38に応力連続測定用プログラムのアルゴリズムを示す。図中の破線で囲んだ部分は繰返し速度の追従性を考慮してアセンブラで作成した。(アセンブリリストを付録2に示す)

回折強度曲線測定法の詳細を以下に述べる。まず繰返し1周期を16等分し、それに該当するエンコーダ値($n_0 \sim n_{15}$)を設定する。使用したエンコーダは繰返し1周期で0~255の値を出力するので各バンクのサンプル区間はエンコーダ値で16となる。

パーソナルコンピュータは常時エンコーダ出力を監視しエンコーダ値 n_0 になったとき

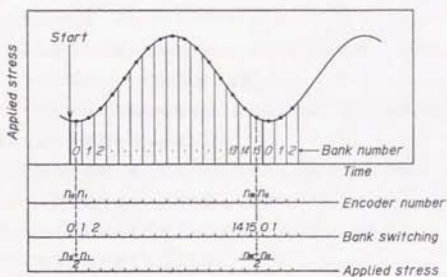


図3.37 付加応力と各種信号のタイミング

メモリーバンクを 0 に設定し、回折 X 線計数を開始する。そして信号処理装置は次のバンク切り換え命令が来るまで回折 X 線をバンク 0 のメモリー内に集積し続ける。つぎにエンコード値が n_1 となったときバンクを 1 に設定し回折 X 線の集積はバンク 1 内で行われることになる。つまりエンコード値 n_0, n_1 に相当する付加応力範囲での回折強度曲線はバンク 0 に蓄積され、得られる X 線応力値は $n_0 \sim n_1$ 間の平均値となる。このように繰返し 1 周期内で順次信号処理装置のメモリーバンクを切り換え回折強度曲線を各バンク内に集積するが、1 回の繰返し数では繰返し速度が遅い場合以外は十分な強度の回折強度曲線は得られず、良好な精度の応力値は期待できない。そこで設定した繰返し回数間エンコード値による取り込みバンクの切り換え・集積を反復し回折強度曲線測定を行った。

設定する測定繰返し回数については要求される応力測定精度から決定される。すなわち表 3.11 の応力測定の標準偏差を参考にして各バンクの累積計数時間を決定すれば、繰返し回数は

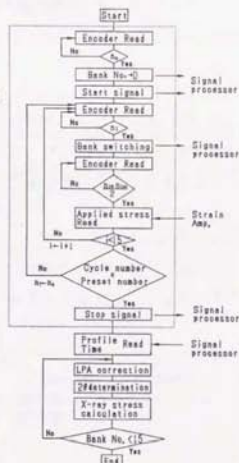


図3.38 応力連続測定のアルゴリズム

次のように求められる。

$$\text{繰返し回数} = \text{累積計数時間} / \text{各バンクのサンプル時間} \quad (\text{回})$$

$$\text{サンプル時間} = 1 / (16 \times \text{繰返し速度} \text{ Hz}) \quad (\text{sec})$$

つまりこの方式では応力測定精度を同一に設定した時、繰返し速度が大きくなるに従い測定繰返し回数を増加させる必要がある。

一方、付加応力の測定に関しては、パーソナルコンピュータが常時エンコーダ値を読み込み、バンク切り換えのエンコーダ値 n_i と次のバンク切り換えのエンコーダ値 n_{i+1} の中間値 $(n_i + n_{i+1})/2$ になったとき、動ひずみ計からの出力を読み込み、コンピュータ内のメモリーに書き込んでおく方式とした。

まず本実験に使用したプログラムの繰返し速度追従性を調べるために、静的4点曲げ試験で平板試験片に既知の付加応力(420MPa)を与え、エンコーダを一定速度(2.8Hz)で回転させエンコーダ値16毎にバンク切り換えを行って応力測定した。

また試験片の無負荷状態についても同様の実験を行った。なお設定繰返し回数は2 Hzで400回、8 Hzでは1600回とし、各バンクの累積計数時間は12.5sec(ピーク計数値は1000カウント程度)である。

測定結果を図3.39に示す。いずれの繰返し速度においてもすべてのバンクの応力平均値および標準偏差の値に差はなく、8 Hzまでの繰返し速度なら測定誤差 ± 15 MPaの精度で応力測定可能である。

また図3.34で示した静的負荷状態の標準偏差(15 MPa)と比較しても同程度であることが確認できた。

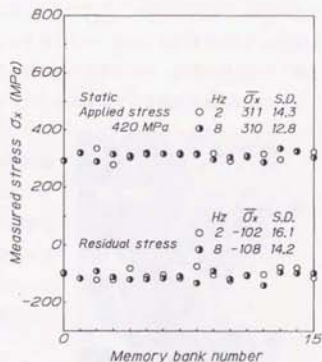


図3.39 静的負荷状態での各バンクの応力値

3.3.3.2 繰返し4点曲げ試験中のX線応力の実測

試験片の供試材料は市販の高張力鋼HT80であり化学組成および機械的性質は表3.1と同じである。試験片の平面形状は図3.12と同様であるが板厚は3mmとした。なお試験片の応力測定表面は電解研磨(150 μm)を行っている。この試験片に静的4点曲げ試験で既

表3.12 繰返し4点曲げ試験中の
応力測定条件

| 特性X線 | Cr-K α |
|----------------|---|
| CrKフィルター | バナジウム箔 |
| 管球電圧、電流 | 30 kV, 10 mA |
| スリット | ソーラースリット(散乱角0.34°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 × 長さ10 mm ² , 長方形 |
| X線検出器 | PSPC (2号機) 有効径長さ 50mm |
| 試験片-PSPC距離 | 185 mm (Heガス使用 40mm) |
| X線入射角 ψ_0 | 45° ($\sin^2 \psi_0 = 0.5$, $\sin^2 \psi_0 = 0.7$) |
| X線応力定数 | -337 MPa/deg |
| 繰返し速度 | 2 Hz, 8 Hz |
| 測定繰返し回数 | 4000回 (2Hz), 16000回 (8Hz) |
| メモリー分割数 | 16 バンク |
| サンプル区間 | 16/バンク (エンコーダ値/バンク) |

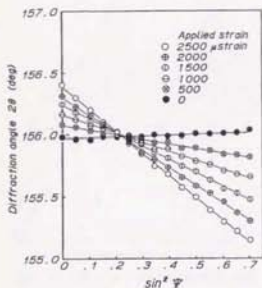


図3.40 試験片の $\sin^2 \psi$ 線図

知の付加ひずみを加え、 $\sin^2 \psi$ 法でX線応力を測定した。使用した試験片の $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の一例を図3.40示す。 $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の直線性は良好であり、線図の傾きからX線応力定数 K を求めた結果-337MPa/degであった。以後本実験でのX線応力値の算出にはこの値を用いている。

まず弾性範囲内で正弦波引張-引張応力が付加されている時のX線応力を連続測定し、繰返し付加応力1周期における付加応力-X線応力の関係(応力ヒステリシス)を調べた。X線測定条件を表3.12に示す。繰返し速度は2、8Hzの2通り行った。応力測定装置および試験機の位置関係を図3.41に示す。

図3.42は測定された各メモリーバンク内の回折強度曲線の鳥瞰図である。繰返し回数一定で回折強度曲線を測定しているため図3.16で示したように $\sin^2 \psi$ 値の小さな $-n$ 側のピーク計数値の方が $+n$ 側のピーク計数値より大きくなっているのが観察できる。

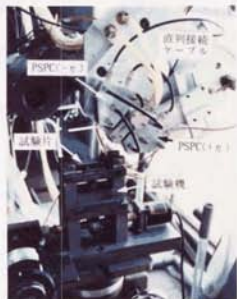


図3.41 単一入射法の応力装置
と試験機

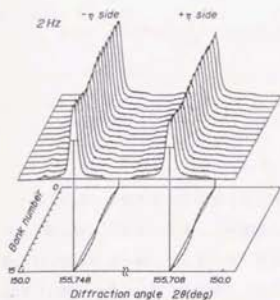


図3.42 各バンク内の回折強度曲線

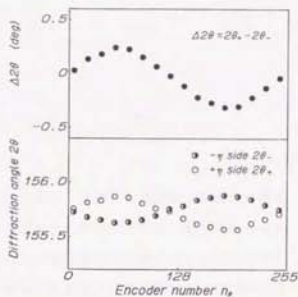


図3.43 回折角および回折角の差

また繰返し4点曲げ試験中の試験片-PSPC間距離に対応して各バンクの回折線ピーク計数値は変化している。

各バンクの回折角とエンコーダ値の関係を図3.43に示す。なおこの図のエンコーダ値は各バンクにおけるサンプル区間の中央値を用いている。 $-\eta$ 、 $+\eta$ 側の回折角はともにほぼ正弦関数的に変化しており、また回折角の変化量($2\theta_+ - 2\theta_-$)も正弦関数的に変化しているのが観察される。

つぎに繰返し1周期内における付加応力、X線応力の測定結果を図3.44に示す。

付加応力 σ_A とエンコーダ値 n_e の関係を正弦関数として非線形最小2乗法により求めた結果、次式のように示される。

$$\sigma_A = -283 \cdot \cos\left[\frac{\pi}{128} \cdot (n_e - 56.9)\right] + 319$$

$$r^2 = 0.9996 \quad (3.7)$$

また繰返し速度 2Hz, 8Hz で測定された X線応力 σ_{X2} 、 σ_{X8} はそれぞれ以下のように回帰できた。

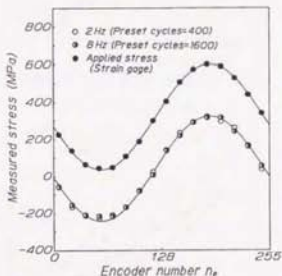


図3.44 繰返し応力1周期内の X線応力測定結果

$$\sigma_{x2} = -280 \cdot \cos\left[\frac{\pi}{128} \cdot (n_p - 55.2)\right] + 40.3 \quad (\text{MPa})$$

$$r^2 = 0.9980$$

$$\sigma_{x3} = -277 \cdot \cos\left[\frac{\pi}{128} \cdot (n_p - 56.3)\right] + 40.3 \quad (\text{MPa})$$

$$r^2 = 0.9978$$

これらの式から測定された応力は決定係数が示すように繰返し速度および試験片表面の上下動に関わらずほぼ正確な正弦関数となっており、その応力振幅、位相ずれとも付加応力の値とほぼ一致している。また測定された平均応力(40.3 MPa)と付加応力の平均応力(319MPa)の差は-279 MPaであり、測定に使用した試験片の残留応力値-272 MPaと良い対応を示した。

図3.45に繰返し1周期における付加応力の変化に伴うX線応力を示す。試験片の応力状態が弾性範囲内なので繰返し速度に関係なく付加応力上昇過程、下降過程とも一致しており、ヒステリシスループは観察できない。

以上のことから繰返し応力付加中のX線応力を連続測定した結果、繰返し速度に関係せず付加応力1周期内の各応力段階における試験片の応力状態は残留応力と付加応力の代数和となっていることが明らかとなり、応力集中部が存在しない試験片の疲労試験中における残留応力は平均応力の効果と等価であることが定量的に確認できた。

図3.46に応力繰返し回数の増加に伴う応力ヒステリシスの変化を示す。繰返し速度は2 Hzで、応力全振幅560MPa、初期付加応力は50 MPaである。なお測定繰返し回数は400回とした。初期の応力ヒステリシス線図(図中の○印)では各付加応力に対する上昇過程・

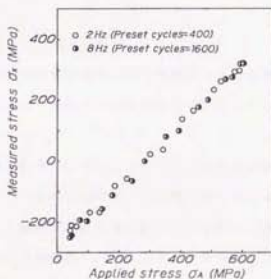


図3.45 付加応力-X線応力

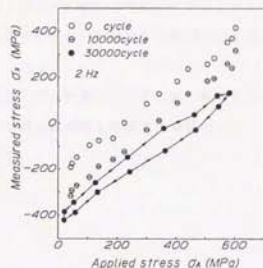


図3.46 繰返し回数に伴う応力ヒステリシスの変化

下降過程ともX線応力に差はなく、1本の直線で表せる。応力繰返し回数が10000回経過した時(図中の⊙印)でも応力ヒステリシス線図は直線であるが初期の線図と比較して圧縮側へ平行移動した状態になっていることが観察できる。そして30000回経過すると付加応力上昇過程と下降過程でX線応力値は異なり、応力のヒステリシスループが認められる。また30000回経過後では応力ヒステリシス線図はさらに圧縮側へ移動しており、最小・最大付加応力値に若干の低下も見られる。

ここで設定した付加応力全振幅や初期付加応力では応力繰返し回数に伴い試験片表面が徐々に引張の局部降伏を起こし、試験片表面でのX線応力は圧縮側へ移行したものと考えられる。そして30000回においては試験片裏面の圧縮の局部降伏も相まって面外の曲げ変形が起こり付加応力の低下および応力ヒステリシスのループが観察されたものと推察できる。

以上述べてきたように疲労過程における材料の挙動を実働応力から解明するような研究への本測定法の適用は疲労試験を中断することなくX線応力の直接観察が行えるという点で有効であると考えられる。

本実験では回折線の取り込みバンクの切り換え信号としてエンコーダ出力値を用いたが、ロードセルや試験片に貼り付けたひずみゲージからの信号でバンク切り換えを行うことも可能であり、可搬のPSPC方式単一入射法X線応力測定装置の製作ができれば大型の疲労試験機に取り付け疲労試験中のX線応力の連続観察が行えるものと考えられる。

また本実験では繰返し応力1周期を16分割してX線応力を連続測定したが、信号処理装置に現在より大容量のメモリーを装着すれば1周期の分割をより細分化することも可能であり、例えば疲労試験中にき裂後方のX線連続測定を行い動的なき裂開口挙動を調べるなどの広範囲の適用が期待できる。

また本方法は2つの回折強度曲線を同時に測定し応力が算出できるため、漸増あるいは漸減するような動的負荷状況下での実働応力の時系列測定も原理的に可能である。

3.3.4 結言

X線応力測定法として2個のPSPCを用いた単一入射法を採用し、2つの回折強度曲線の同時測定法および付加応力毎の回折強度曲線の全数一括入力法を考案した結果、疲労試験中の付加応力変動に伴うX線応力の時分割連続測定法が可能となった。そして本方法を用いて繰返し4点曲げ試験中のX線応力を連続測定し、以下のことが明らかになった。

- 1) 試験片表面に集合組織や深さ方向に急峻な応力勾配がないとき、疲労試験中のX線応力測定への単一入射法の適用は測定繰返し回数が減少でき、また応力値が試験片表面-PSPC間距離の変動に係らず精度良く得られるという点で有効である。
- 2) 2個のPSPCを直列に接続し信号処理する方式を考案した結果、単一入射法による2つの回折強度曲線を同時に測定することが可能となった。
- 3) 疲労試験中の付加応力変化に伴うX線応力を連続測定する際の応力の測定条件を応力測定精度から検討した結果、各メモリーバンクの回折強度曲線の累積計数時間が10秒(あるいは回折線ピーク計数値が800程度)以上であれば $\pm 15\text{MPa}$ (68.3%信頼限界値)程度の精度で応力が測定可能であることが確認できた。

また測定に要する繰返し回数については、小型PSPCによる回折X線計数率向上も助長して、前節で述べた特定付加応力時の同一サンプル区間の測定と比較して約1/3程度まで改善することができた。

- 4) 繰返し4点曲げ試験中の隣の平板試験片に発生している応力の連続測定を行った結果、付加応力1周期内の各付加応力段階における実働応力状態は8Hz程度までは繰返し速度に係らず残留応力と付加応力の代数和となっていることが明らかとなり、応力集中部が存在しない試験片の疲労過程における残留応力は平均応力の効果と等価であることが実験的に確認できた。

3. 4 結言

材料の疲労挙動のより定量的な解明のためには疲労試験を行っている最中の実働応力を直接観察する手段が有効であると考え、従来より残留応力や静的負荷状態での応力測定法としてのみ解釈されていたX線応力測定法を疲労試験中の動的実働応力測定へ適用することを試みた。応力測定時間内の応力状態の変化を考慮すれば、この測定法に要求される点は短時間に正確な回折角を測定することが挙げられ、回折X線の検出器としては位置検出型比例計数管PSPCのような1次元検出器が有効である。

そこでまず位置検出型比例計数管PSPCを用いたX線応力測定装置を使用して疲労試験中の特定付加応力時のX線応力を $\sin^2\phi$ 法により測定する方法を検討した。PSPCに適用した特定の付加応力段階における回折強度曲線測定法として微小なサンプル区間のみ回折X線を間欠的に計数し信号処理装置内に集積して回折強度曲線を得る回折線間欠測定法を考案した。回折角および応力測定誤差と測定繰返し回数を併せて考慮した結果、各X線入射角における回折強度曲線の測定は定ピーク計数値で終了させる方式が好ましく、その設定ピーク計数値は512カウント程度で良いことが確認できた。また回折X線計数のサンプル時間を過度に小さく設定すると測定繰返し回数が多くなるばかりでなく応力測定精度が低下することも確認できた。また位置検出型比例計数管PSPCの使用およびヘリウムガス容器の使用は測定繰返し回数の大幅な改善とともに良好な精度で応力を測定できる点で有効であることが認められた。

つぎに疲労試験中のX線応力測定のより高速化を図り、繰返し応力1周期内におけるX線応力の時系列測定を行うため、単一入射法を導入してX線応力の連続測定法を提案した。2個の小型PSPCを直列に接続する方式を採用した結果、単一入射法による2つの回折強度曲線を同時測定することが可能となり、小型PSPCによる計数率改善も助長して大幅な測定繰返し回数の減少が実現できた。また疲労試験中の付加応力変化に伴うX線応力を連続測定する方法として、信号処理装置のメモリーを分割し付加応力に対応した回折強度曲線を全数一括入力させる方式を用いた。そして応力の測定条件を応力測定精度から検討した結果、各メモリーバンクの累積計数時間が10秒（あるいは回折線ピーク計数値が800程度）であれば $\pm 15\text{MPa}$ (68.3%信頼限界値)程度の精度で応力が測定可能であることが判った。疲労試験中のX線応力測定への単一入射法の適用は $\sin^2\phi$ 法よりも測定繰返し回数が大幅に減少でき、しかも応力値が試験片表面-PSPC間距離の変動に関係せず精度良く得られるということが実験的に確認できた。

$\sin^2 \phi$ 法による特定付加応力時の応力測定および単一入射法による応力連続測定を用いて繰返し4点曲げ試験中の平板試験片に発生している実働応力・応力分布を実測した結果、繰返し4点曲げ試験中のような動的負荷状態であっても、付加応力1周期内の各付加応力段階における応力状態や実働応力分布状態は繰返し速度に関わらず付加応力と残留応力の代数和となっており、残留応力は疲労試験における平均応力の効果と等価であることが明らかとなった。

本章では疲労試験中の実働応力を $\sin^2 \phi$ 法および単一入射法により測定することを提案したが、単一入射法によるX線応力の時分割連続測定法は測定に要する繰返し回数と応力測定の効率から考慮すると $\sin^2 \phi$ 法による測定法より優れており、疲労試験中の応力測定技術として実用上も極めて有用な手法として確立できた。

そして単一入射法によるX線応力の時分割連続測定法は、2つの回折強度曲線の同時測定を可能にしたことにより、漸増あるいは漸減するようなゆるやかな動的負荷状況下においてもその適用が充分期待できる。

第3章参考文献

- 1) 児玉昭太郎, 日本機械学会誌, 75, 1026 (1972)
- 2) 日本材料学会編, "材料強度学", p. 104 (1986)
- 3) G. E. Nordmark, L. N. Mueller and R. A. Kelsey, ASTM STP, 776, 44 (1982)
- 4) 本田和男, 鳥居太始之, 戸井詔彦, 材料, 33, 1513 (1984)
- 5) 村上理一, 秋園幸一, 材料, 34, 190 (1985)
- 6) 雨宮慶之, 神谷信夫, 宮原諱二, 応用物理, 55, 957 (1986)
- 7) 橋爪弘雄, 日本結晶学会誌, 21, 84 (1979)
- 8) H. E. Gobel, Advances in X-ray analysis, Vol. 24, p. 187 (1981)
- 9) 大谷真一, 太田省三郎, 浅井公屋, 溶接学会秋季全国大会講演概要集第41集, 364 (1987)
- 10) 大谷真一, 太田省三郎, 第20回応力・ひずみ測定シンポジウム講演論文集, 24 (1988)
- 11) 野村, "新版X線回折要論", p. 27(1982)アグネ
- 12) 小池正記, "放射線位置検出器の高速信号処理に関する研究", 第1章 (1986)東京大学工学部博士論文
- 13) 本田和男, 鳥居太始之, 材料, 29, 1029 (1980)
- 14) A. Schaal, Archiv für das Eisenhüttenwesen, 445-447 (1955)
- 15) 仁田勇 監修, "X線結晶学(下)", p. 508 (1965),丸善
- 16) 小木曾克彦, 浜野俊雄, 伊藤正信, 大野明, 第21回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 206 (1984)
- 17) 日本材料学会X線材料強度部門委員会, "X線応力測定法標準", p. 21(1982)

第4章

回折線半価幅変化による応力速度の測定

4. 1 緒 言

X線応力測定は局所のX線照射位置に実際に存在する応力を非破壊的に測定できるという利点から材料の疲労き裂の挙動あるいは応力集中部の応力状態を調べる目的で多く使用されている。^{1)~3)} 従来の研究例ではいずれの場合もき裂先や応力集中部の比較的小きな部分の応力分布を測定するためにX線照射面積を可能な限り小さくして測定を行っている。しかしX線照射面積を小さくすると回折に寄与する結晶数が少なくなるために、長い測定時間を要ししかも応力測定値の精度は低下することが予想される。

もしX線応力測定と同時に、測定された回折強度曲線からX線照射面内の応力勾配の推定を行うことが可能であれば、き裂近傍や応力集中部の応力測定する際に極端に小さなX線照射面積を用いなくとも応力状態は評価できる。

X線回折強度曲線の半価幅は材料の塑性変形、熱処理状態などで変化し、この現象を用いて硬さ値の推定、破壊力学パラメータの推定、疲労損傷の評価などの材料評価に半価幅を適用する試みは多くみられる。^{4)~8)} しかし回折線半価幅は単に材料の状態で変化するだけでなく、X線照射面内に弾性応力の空間的な変化がある場合にも変化する。すなわちX線照射面内に応力変化が存在すれば照射面内の種々の位置で回折角はそれぞれ異なり、測定された回折線半価幅は大きくなる。

したがって回折線半価幅変化とX線照射面内の応力変化量の定量的な関係を明確にすれば、測定された回折強度曲線からX線照射面内の空間的応力勾配の推定を行うことができる。また単に静的負荷状態の空間的応力勾配のみでなく、被測定物が動的負荷応力状態であっても前章で提案した回折線間欠測定を用いれば時間的応力勾配(応力速度)を求めることも可能となり、動的負荷状態下での実働応力の速度測定として材料強度評価に有用な手法となるものと考えられる。

X線による応力勾配測定法に関しては過去に平、林が写真法で行っており⁹⁾、応力測定方向の応力勾配のみが存在する(単軸応力状態)ときのX線照射面内の回折X線強度分布から、応力勾配のない時の積分幅と応力勾配が有る時の積分幅の差を解析し、この積分幅の差から応力勾配を測定する方法を提案している。しかし、この方法はX線照射面形状や単軸応力状態のみの測定法であるなどの制約があり、応力集中部やき裂先端近傍などの二軸応力状態の個所に適用するには実用上不十分である。

そこで本研究ではX線照射面内が二軸応力状態であっても、X線応力測定により得られた回折線半価幅比から応力勾配を測定する方法($\sin^2\psi$ 法による応力勾配測定法)の

提案を行い、従来X線を用いて全く行われていなかった動的応力付加中の応力速度測定への適用を目的としている。

本研究ではまずX線照射面内で応力が直線的に変化する場合の回折線ピーク位置の変化量(移動量)と半価幅変化の定量的関係を数値解析で求め、実験的確認も行った。

そして得られた半価幅変化と回折角変化量の関係を用いて、動的応力付加中の応力速度の測定を行い測定精度の検討を行った。つぎに応力集中部の応力勾配および応力速度の実測を試み、二軸応力状態下でも応力勾配および応力速度が測定可能であることを確認した。

本章の構成は次のようである。4.2節で $\sin^2\psi$ 法による表面応力勾配測定原理および回折線ピーク位置の移動量と半価幅比の関係について述べた。4.3節ではX線照射面内の応力が単軸状態の場合の時間的応力勾配(応力速度)の測定法として単一X線入射角での回折強度曲線の半価幅比から測定する方法について述べた。また4.4節では $\sin^2\psi$ 法による応力勾配および応力速度測定の測定精度および二軸応力状態下の実測例について述べた。最後に4.5節で本章で得られた結論を述べた。

4. 2 表面応力勾配の測定法

4.2.1 緒言

$\sin^2\phi$ 法によるX線応力測定法はX線照射面全体から得られる回折強度曲線のピーク位置(回折角) 2θ の変化から応力を求める方法である。照射面全体から得られる回折強度曲線は照射面内各位置の回折強度曲線の積分したものととして測定されるので、得られる応力値は照射面全体の平均値であると考えられる。一方、X線照射面内に応力勾配が存在すれば、得られた回折線が変化することがある。

そこで本節ではX線応力測定から応力値を測定すると同時に得られた回折強度曲線の半価幅から応力勾配を推定する方法について検討した。

4.2.2 $\sin^2\phi$ 法による応力勾配測定原理

X線照射面内に応力変化が存在する場合の回折角の関係を図4.1に示す。この図で測定する応力方向はX方向である。

試験片表面が平面応力状態の場合、応力と回折角 2θ の関係は式(2.5)で示したが、改めて整理して次に示す。

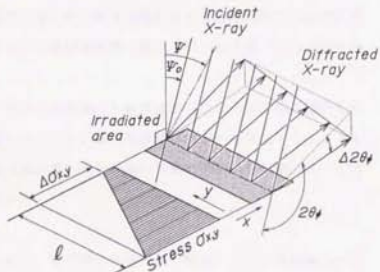


図4.1 X線照射面内の応力変化と回折角の関係

$$2\theta_x = \frac{1}{K} \cdot \sigma_x \cdot \left(\sin^2\phi - \frac{\nu}{1+\nu} \right) + 2\theta_0 - \frac{1}{K} \cdot \frac{\nu}{1+\nu} \cdot \sigma_x \quad (4.1)$$

ここで K : X線応力定数 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 ϕ の時、X線照射面内に応力変化があればX線照射面内の各位置の応力によって決定される回折角 2θ はそれぞれ異なり、X線照射面内の回折角の変化 $\Delta 2\theta$ と応力変化 $\Delta\sigma_x$, $\Delta\sigma_y$ の関係は式(4.1)を全微分して得られる。

$$\Delta 2\theta_x = \frac{1}{K} \cdot \left(\sin^2\phi - \frac{\nu}{1+\nu} \right) \cdot \Delta\sigma_x - \frac{1}{K} \cdot \frac{\nu}{1+\nu} \cdot \Delta\sigma_y \quad (4.2)$$

式(4.2)を $\sin^2\phi$ について偏微分して整理すると、以下のようになる。

$$\Delta\sigma_x = K \cdot \frac{\partial(\Delta 2\theta_x)}{\partial(\sin^2\phi)} \quad (4.3)$$

この式の意味は $\sin^2\phi$ 法のX線応力測定法の考え方と全く同様で、もしX線入射角 ϕ を数点選択し各々の ϕ 角における照射面内の回折角の変化量 $\Delta 2\theta_x$ の測定が可能であれば、 $\Delta 2\theta_x - \sin^2\phi$ 線図を作成し、その線図の傾き $\partial(\Delta 2\theta_x)/\partial(\sin^2\phi)$ にX線応力定数 K をかけることにより、測定応力である σ_x の照射面長さ(y)方向の応力変化量 $\Delta\sigma_x$ が求められる。X線照射面内の空間的応力勾配はこの応力変化量 $\Delta\sigma_x$ を測定区間である照射面長さ l で除せば得られる。また動的負荷状況下のようにX線照射面全体の応力が時間的に変化する場合、応力変動量 $\Delta\sigma_x$ (以後時間に対する応力変化量を応力変動量と呼ぶ)を回折強度曲線の測定時間で除せば時間的応力勾配、すなわち応力速度の測定も行える。

この応力勾配測定法を実現可能にするには、ある ϕ 角におけるX線照射面内の回折角の変化量 $\Delta 2\theta_x$ を把握する必要がある。回折強度曲線の変化より $\Delta 2\theta_x$ を推定する方法を検討した。

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、その応力変化量が大きいほど回折線の広がりが大きくなるのが予想できる。そこで回折角変化量 $\Delta 2\theta_x$ が応力変化の無い状態の回折線半価幅 H_0 と応力変化を有する回折線半価幅 H を用いて

$$\Delta 2\theta_x = g(H_0, H)$$

という関数関係で表すことができれば、回折線半価幅の測定結果からX線照射面内の回折角変化量 $\Delta 2\theta_x$ は推定できる。

4.2.3 X線照射面内の応力変化に伴う回折角移動量と半価幅比の関係

X線照射面内の回折角の変化量 $\Delta 2\theta_x$ を回折強度曲線の半価幅の変化から求めることを目的として、応力勾配を有する場合の回折強度曲線の半価幅 H とX線照射面内の各位置の(応力勾配が無い場合)回折強度曲線の半価幅 H_0 および回折角変化量 $\Delta 2\theta_x$ の関係を検討した。

まず、応力勾配を有する場合の回折強度曲線の半価幅 H とX線照射面内の各位置の回折強度曲線の半価幅 H_0 および回折角変化量 $\Delta 2\theta_x$ の関係の解析を以下の仮定で行った。

- (1) X線照射面各位置の回折強度曲線をガウス誤差関数とする。

(2) X線照射面内の回折X線強度は均一とする。

(3) 図 4.1の照射面の長さ(y)方向の各位置における応力 σ_1 および σ_2 がそれぞれ直線的に変化する。

そこで各位置の回折線を図 4.2に示すようなガウス誤差関数 $f(x)$ とし、分散 σ_0^2 と回折線半幅幅 Hw_0 との関係を決めると以下のように示すことができる。

$$f(x) = \exp\left[-\frac{x^2}{2\sigma_0^2}\right] = \exp\left[-\frac{4\epsilon n^2}{Hw_0^2} x^2\right]$$

$$\sigma_0^2 = Hw_0^2/8\epsilon n^2 \quad (4.4)$$

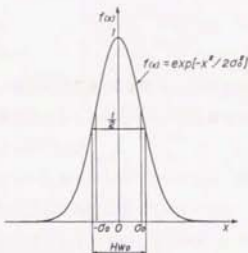


図 4.2 ガウス誤差関数

また上述した仮定(2)(3)よりX線照射面内の回折線の状態は各位置の回折線のピーク強度は一定で半幅幅 Hw_0 は変わらず、ピーク位置のみが直線的に変化することを意味している。

したがってX線照射面全体から得られる回折線 $F(x)$ は各位置の回折線 $f(x)$ がピーク位置 x_0 の変化範囲 $\Delta 2\theta_0$ にわたり一様分布しているとして以下に示すコンゴリユーションの関係で表せる。ただし $g(x_0)$ は図 4.3に示すような関数である。

$$F(x) = \int_{-\infty}^{\infty} f(x-x_0) \cdot g(x_0) dx_0$$

この式を分散から考えると、X線照射面全体から得られる回折線 $F(x)$ の分散 σ^2 は次のように示すことができる。¹⁰⁾

$$\sigma^2 = \sigma_0^2 + \frac{(\Delta 2\theta_0)^2}{12} \quad (4.5)$$

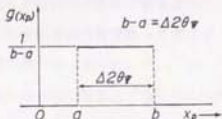


図 4.3 一様分布

つぎに式(4.4)と同様、 $F(x)$ の分散を $\sigma^2 = Hw^2/8\epsilon n^2$ と表し上式を半幅幅で表現すると

$$Hw^2 = Hw_0^2 + \frac{2\epsilon n^2}{3} (\Delta 2\theta_0)^2$$

となり、これを半幅幅の比 $R (= Hw/Hw_0)$ で表すと以下ようになる。

$$R = Hw/Hw_0 = \sqrt{\left[1 + \frac{2\epsilon n^2}{3} \cdot \frac{(\Delta 2\theta_0)^2}{Hw_0^2}\right]} \quad (4.6)$$

この式を級数展開し、 $(\Delta 2\theta_0/Hw_0)^2$ が小さい場合は $(\Delta 2\theta_0/Hw_0)^2$ の高次項を無視できる

ので整理すると、次のようになる。

$$R \approx 1 + \frac{\epsilon_n 2}{3} \cdot \frac{(\Delta 2\theta_n)^2}{H_{w_0}^2}$$

$$= 1 + \frac{0.231}{H_{w_0}^2} \cdot (\Delta 2\theta_n)^2 \quad (4.7)$$

したがってX線照射面内に応力勾配が存在しない場合の回折線(半価幅 H_{w_0})がガウス関数で表されるようなら、応力勾配を有するX線照射面全体から測定された回折線の半価幅 H_w から照射面内の回折角の変化 $\Delta 2\theta_n$ を求めることができる。

しかし一般的な応力測定では入射X線にモノクロメータを使用していないために、実測される回折強度曲線はガウス曲線とはならず、 $K\alpha_1$ 、 $K\alpha_2$ 二重線となっている。

そこで照射面各位置の回折強度曲線を $K\alpha$ 二重線としてシミュレーションで作成し、その回折線ピーク位置 $2\theta_n$ を $\Delta 2\theta_n$ だけ順次移動させて数値積分を行い、X線照射面全体から得られる回折強度曲線を求めた。そして求めた回折強度曲線の半価幅 H_w を算出し、回折角の変化量 $\Delta 2\theta_n$ (以後回折角移動量と呼ぶ)と半価幅比 $R = H_w/H_{w_0}$ の関係を求めた。

1) 数値積分条件の検討

X線照射面内で回折角 $2\theta_n$ が直線的に変化する場合は回折強度曲線を数値積分で求めるにはピーク位置の離散化が必要である。そこで回折強度曲線を数値積分で作成するのに適切な回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ の分割数(回折強度曲線の積分数)を検討した。

ここで適正な回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ の分割数を調べるためには数値積分で得られた回折強度曲線の半価幅比を比較する基準が必要となる。そこで本解析では照射面各位置における回折強度曲線をガウス誤差関数とし、式(4.6)で示した解析解の半価幅比を基準として数値積分での回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ の分割数を決定した。照射面各位置の回折線を半価幅 $H_{w_0} = 3''$ のガウス曲線とし、回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ を $0.2 \sim 2''$ の範囲で $0.2''$ ごとに選択して回折線の数値積分を行った。回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ の分割数は 100, 200, 400 および 800 の 4通りである。

具体的な回折強度曲線の積分(累積)要領を図 4.4 に示す。実測で用いるPSPCの信号処理装置のメモリーチャンネル数 512 を考慮して、第 X チャンネルのX線強度 $F(X)$ を $X = 1 \sim 512$ の範囲で次式により求めた。なお 1チャンネル当たりの角度は $0.05''$ として H_{w_0} 、 $\Delta 2\theta_n$ を設定した。数値積分で得られた回折強度曲線は第 2 章で述べたデジタル的な半

幅法を用いて半価幅 Δw を算出した。

$$F(X) = \sum_{j=-m}^m h \cdot \exp\left[-\frac{4fn^2}{Hw_0^2} \left(X - X_p - \frac{\Delta 2\theta_n}{2m} \cdot j\right)^2\right]$$

ここで $2m$: 分割数 h : ピーク強度

$X_p = 256$ 初期回折線ピーク位置

表 4.1 に各分割数で得られた半価幅比 R を示す。また式 (4.6) の解析解で求めた半価幅比 R を併記した。同一の回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ において分割数が小さくなるに従い半価幅比の値は解析的な値と比較して差が大きくなっていく。この傾向は回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ が大きくなるほど顕著となる。

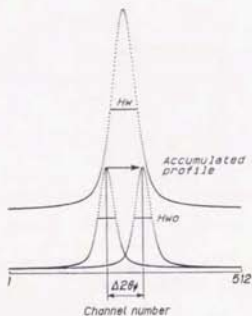


図 4.4 回折線の数値積分要領

そこで回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ が 2° の場合の (半価幅比-1) の値の誤差を検討すると、

式 (4.6) で求めた (半価幅比-1) の値に対して分割数 100 では 9%、分割数 200 では 8%、そして分割数 400、800 の場合は両者とも 7% の誤差となった。

分割数 400 以上であればあまり分割数を増加させても半価幅比 R の誤差はほとんど変わらない。したがって $K\alpha$ 二重線を考慮した回折強度曲線の数値積分は回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ の分割数 400 で行うこととした。

表 4.1 回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ の分割数と半価幅比 (ガウス誤差関数)

| 回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ (deg) | 分割数100 | 分割数200 | 分割数400 | 分割数800 | 式(4.6) |
|---------------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 0.2 | 1.00105 | 1.00096 | 1.00093 | 1.00093 | 1.00103 |
| 0.4 | 1.00419 | 1.00415 | 1.00413 | 1.00412 | 1.00410 |
| 0.6 | 1.00944 | 1.00941 | 1.00931 | 1.00929 | 1.00920 |
| 0.8 | 1.01681 | 1.01665 | 1.01653 | 1.01652 | 1.01630 |
| 1.0 | 1.02632 | 1.02606 | 1.02579 | 1.02577 | 1.02535 |
| 1.2 | 1.03797 | 1.03809 | 1.03743 | 1.03732 | 1.03631 |
| 1.4 | 1.05180 | 1.05129 | 1.05100 | 1.05091 | 1.04911 |
| 1.6 | 1.06783 | 1.06715 | 1.06682 | 1.06665 | 1.06369 |
| 1.8 | 1.08607 | 1.08521 | 1.08479 | 1.08457 | 1.08000 |
| 2.0 | 1.10653 | 1.10547 | 1.10495 | 1.10480 | 1.09790 |

ただし半価幅 $Hw_0 = 3^\circ$

2) 回折角移動量 $\Delta 2\theta$ と半値幅比 (Hw/Hw_0) の関係

X線照射面各位置の回折線を $K\alpha_2$ 二重線とした場合の回折角移動量 $\Delta 2\theta$ と半値幅比の関係について述べる。まず照射面各位置の回折線 (図 4.5に示す) および照射面全体の回折線の作成上の仮定を以下に示す。

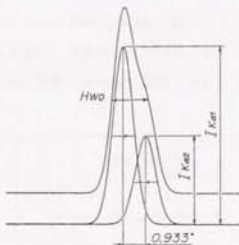


図 4.5 $K\alpha_2$ 二重線を考慮した回折線の作成要領

- (1) 照射面各位置の回折線は特性X線 $Cr-K\alpha$ 線、 α Fe(211)面を想定し、 $CrK\alpha_1$ 、 $CrK\alpha_2$ の合成波形とした。
- (2) 合成の条件は $CrK\alpha_1$ 、 $K\alpha_2$ の各々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 $CrK\alpha_1$ と $CrK\alpha_2$ による回折線の半値幅は同値。ピーク位置の差は $2\theta_{K\alpha_2} - 2\theta_{K\alpha_1} = 0.933^\circ$ (無ひずみ状態での回折角の差)として固定した。

- (3) 照射面全体の回折線は $\Delta 2\theta$ 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。

照射面全体の回折線半値幅 Hw と照射面各位置の半値幅比 $R=Hw/Hw_0$ と回折角移動量 $\Delta 2\theta$ の関係を図 4.6に示す。

この図より同じ $\Delta 2\theta$ に対して Hw_0 が小さいほど半値幅比 R から推定される $\Delta 2\theta$ の精度は良くなるものと考えられる。

またこの図より各々の Hw_0 の値において、半値幅比 R は $\Delta 2\theta$ のべき乗の関数関係となっている。そこで各 Hw_0 において、半値幅比 R と回折角移動量 $\Delta 2\theta$ の関係を次式のように仮定し、 $(R-1)$ と $\Delta 2\theta$ の両対数グラフの直線回帰を行った。

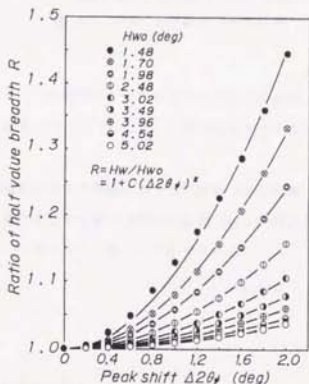


図 4.6 半値幅比の解析結果

$$R = 1 + C \cdot (\Delta 2\theta)^n$$

その結果、Cは Hw_0 の増加に伴い小さくなっていくが、nは本解析の Hw_0 の範囲内で $n=1.984 \sim 2.012$ という値となり、式(4.7)と同様に2乗として表すことが可能である。そこで改めて半価幅比Rを次式のように表し、つぎに係数Cと Hw_0 の関係を検討した。

$$R = 1 + C \cdot (\Delta 2\theta)^2 \quad (4.8)$$

図4.7に Hw_0 と係数Cの関係を示す。この関係もべき乗の関係で表されるものと仮定し、前述と同様、両対数直線回帰を行った結果、べき乗数はほぼ-2であり、以下の式で表すことができた。

$$C = 0.237 / (Hw_0)^2 \quad (4.9)$$

式(4.9)を式(4.8)に代入すれば半価幅比Rは以下のように表すことができる。

$$R = Hw/Hw_0 = 1 + \frac{0.237}{(Hw_0)^2} \cdot (\Delta 2\theta)^2$$

$$r^2 = 0.9994 \quad (4.10)$$

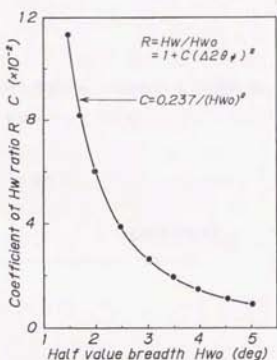


図4.7 係数Cと半価幅 Hw_0 の関係

この式は回折強度曲線を単一ピークのガウスの誤差関数としたときの半価幅比の近似式(4.7)と同形で、式(4.10)の係数0.237が式(4.7)の0.231に対して約3%程度大きくなっている。

以上のことから $K\alpha_2$ 二重線を考慮し、X線照射面内で各位置における回折角 $2\theta_0$ が直線的に変化するときの照射面内の回折角移動量 $\Delta 2\theta_0$ は各位置の回折線半価幅 Hw_0 と照射面全体から得られる回折線の半価幅 Hw を用いてつぎのように表すことができる。

$$|\Delta 2\theta_0| = 2.054 Hw_0 \cdot \sqrt{(Hw/Hw_0) - 1} \quad (4.11)$$

$$= C_A \cdot Hw_0 \cdot \sqrt{(Hw/Hw_0) - 1}$$

いま

- (1) 特性X線 $CrK\alpha_2$ 線を用いて $\alpha Fe(211)$ 面を対象とする。(フェライト系鉄鋼)
- (2) X線照射面内に直線的な応力変化を有する。

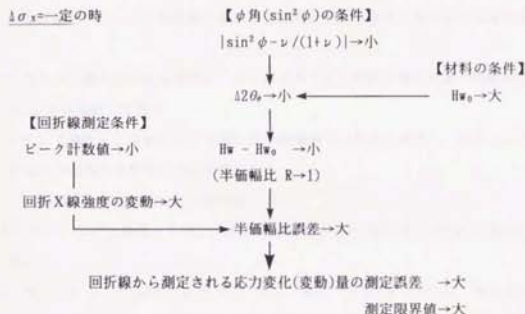
(3) X線照射面内の回折X線強度は均一である。

という3つの条件を満たせば、回折強度曲線を測定しその半価幅比 R からX線照射面内の回折角移動量の絶対値 $|\Delta 2\theta|$ を算出することが可能であることが明らかとなった。

また式(4.11)中の係数 C_s の値は特性X線と回折面の組み合わせおよびX線照射面内の応力変化状態により変化する値と考えられる。

4.2.4 応力均配測定上の留意点

本節で得られた応力変化(変動)量 $\Delta\sigma_x$ 、回折角移動量 $\Delta 2\theta$ 、半価幅比 R 、半価幅 H_w 、 H_w の関係を整理して以下に示し、実測上の測定条件について述べる。



この図より応力変化(変動)量の測定誤差・測定限界は材料の半価幅 H_w 、 $\sin^2\phi$ 値および回折強度曲線の測定条件によって異なってくる。

$|\sin^2\phi - \nu/(1+\nu)|$ 値が小さく、半価幅 H_w が大きく、回折線ピーク計数値が小さくなるほど半価幅比 R の測定誤差が大きくなることが予想され正確な $\Delta 2\theta$ は推定しにくくなり、十分な精度で測定できる応力変化量の値(測定限界値)は大きくなってしまふものと考えられる。

したがって精度良く応力変化量 $\Delta\sigma_x$ を求めるためには正確な半価幅測定が必要であり回折線ピーク計数値を大きく設定し、 $|\sin^2\phi - \nu/(1+\nu)|$ 値が可能な限り大きな ϕ 角を

数点選択することが必要となる。

また応力勾配あるいは応力速度を精度良く求めるには、半価幅の測定精度を向上させるばかりでなく、X線照射寸法や回折線測定時間などの測定区間の正確な把握も当然必要となる。

4.2.5 結言

X線照射面内の回折X線強度が均一で、回折角 2θ が直線的に変化するという状態のときの回折強度曲線をシミュレーションにより求め、その半価幅の変化(半価幅比 R)と回折角移動量 $\Delta 2\theta$ の関係を明らかにした。その結果、X線照射面内の応力勾配を回折線半価幅の変化率から推定する方法は原理的には可能であることが確認できた。

測定対象がフェライト系鉄鋼の場合の表面応力勾配の測定手順を以下にまとめる。

- (1) 数点のX線入射角 ϕ_0 を選択し、各々の ϕ 角で応力勾配の無い状態の回折線半価幅 H_{w0} を予め測定しておく。
- (2) (1) で選択した ϕ 角における回折線半価幅 H_w をそれぞれ測定し、次式によりX線照射面内の回折角移動量 $|\Delta 2\theta|$ を算出する。

$$|\Delta 2\theta| = 2.054 H_{w0} \cdot \sqrt{(H_w/H_{w0}) - 1}$$

- (3) $|\Delta 2\theta| - \sin^2 \phi$ 線図を作成し、この線図の傾き $\partial(|\Delta 2\theta|)/\partial(\sin^2 \phi)$ を直線回帰で求める。
- (4) 次式により、 $\partial(|\Delta 2\theta|)/\partial(\sin^2 \phi)$ 値にX線応力定数 K を乗ずれば、測定応力 σ_x 方向のX線照射面内の変化量 $|\Delta \sigma_x|$ のみが算出できる。

$$|\Delta \sigma_x| = \left| K \cdot \frac{\partial(|\Delta 2\theta|)}{\partial(\sin^2 \phi)} \right|$$

- (5) X線照射面内の応力変化量 $|\Delta \sigma_x|$ を測定区間、例えば照射面長さや回折X線測定時間で除せば空間的応力勾配や時間的応力勾配(応力速度)が求まる。

以上のことからこの方法は $\sin^2 \phi$ 法のX線応力測定で得られた回折線の半価幅から応力変化(変動)量を求めることが可能であり、もし実測可能であることを確認すればX線照射面積内の応力と応力勾配が同時に得られるという意味で有用である。

また応力勾配を実測する際に留意する点は以下のことが挙げられる。

- 1) $|\sin^2 \phi - \nu / (1 + \nu)|$ が可能な限り大きくなるような ϕ 角を選ぶ。
- 2) 本方法は正確な半価幅測定が必要であり、半価幅 H_{50} が大きな材料ほど回折線ピーク計数値を大きく設定することが望ましい。
- 3) 応力勾配の正負の判定ができないが、き裂先端近傍や応力集中部のような応力漸増あるいは漸減する場合であれば測定箇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。

4. 3 単一X線入射角での応力速度の測定

4.3.1 緒言

前節では $\sin^2\phi$ 法によるX線照射面の表面応力勾配測定原理を述べた。いまX線照射面内が顕著な二軸応力状態でなければX線照射面内の $\Delta\sigma_x$ は無視でき、一点のX線入射角 ϕ での回折線半価幅の変化から応力勾配(速度)を測定できる可能性がある。

この単一X線入射角での応力勾配(速度)測定法が可能であれば、 $\sin^2\phi$ 法による応力勾配(速度)測定法のように数点の ϕ 角に対して回折線測定を行う必要はなく、例えば漸増あるいは漸減するような動的負荷状態における応力速度測定には有効である。

そこで本節ではまず回折強度曲線の数値積分により求めた回折角移動量 $\Delta 2\theta$ と回折線半価幅比 R との関数関係を実験的に検証した。つぎに平滑な薄板鋼板の繰返し4点曲げ試験中にX線入射角1点で測定した回折強度曲線からの時間的応力勾配(応力速度)測定の可能性を検討し、測定精度について調べた。

4.3.2 単一X線入射角での応力勾配測定原理

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には式(4.2)の $\Delta\sigma_x \neq 0$ なので応力測定方向の応力変化(変動)量 $\Delta\sigma_x$ は次式で表される。

$$|\Delta\sigma_x| = \left| \frac{K}{\sin^2\phi - \nu/(1+\nu)} \cdot \Delta 2\theta_x \right| \quad (4.12)$$

この式は本質的に式(4.3)と同じである。

すなわち $\sin^2\phi = \nu/(1+\nu)$ では $(\Delta 2\theta_x)_{\phi = \phi_0} = 0$ であり、一つの ϕ 角を選択して半価幅比 R から $\Delta 2\theta_x$ を算出すれば、傾きは $\partial(\Delta 2\theta_x)/\partial(\sin^2\phi) = \Delta 2\theta_x/(\sin^2\phi - \nu/(1+\nu))$ となる。

したがってX線照射面内の応力変動量 $\Delta\sigma_x$ は次式によって求まる。

$$|\Delta\sigma_x| = \left| \frac{K}{|\sin^2\phi - \nu/(1+\nu)|} \right| \cdot C_x \cdot Hw_0 \cdot \sqrt{(Hw/Hw_0 - 1)} \quad (4.13)$$

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

4.3.3 試験片のX線的特性値

本実験に供した材料は市販の高張力鋼HT80(板厚16mm)で前章で使用した材料と同じである。改めて表4.2に化学組成および機械的性質を示す。この材料を図4.8に示すよ

表 4.2 供試鋼(HT80)の化学組成および機械的性質

| Chemical compositions (wt.%) | | | | | | | | | | | Mechanical properties | | |
|------------------------------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|------|----------|-----------------------|---------|--|
| C | Si | Mn | P | S | Cu | Ni | Cr | Mo | V | YS (MPa) | TS (MPa) | El. (%) | |
| 0.13 | 0.25 | 0.81 | 0.014 | 0.002 | 0.17 | 0.83 | 0.44 | 0.42 | 0.04 | 853 | 902 | 23 | |

YS: Yield strength TS: Tensile strength El: Elongation

うな形状に機械加工し、測定位置の電解研磨(約 100 μ m)を行い試験片とした。なお試験片は板厚 3mm、4mm の2種類とした。

フェライト系鉄鋼のX線応力定数はCrK α 線、sFe(211)面の測定では

-318MPa/degが推奨されている¹¹⁾が、本実験では応力勾配の測定精度を付加応力勾配と比較することで評価したいため、使用した材料のX線応力定数や $\nu/(1+\nu)$ 値などのX線特性値を調べた。試験片は無負荷状態から700MPaまで100MPaごとに静的4点曲げ試験を行い、それぞれの付加応力時の 2θ - $\sin^2\phi$ 線図を作成した。なお付加応力は試験片のX線照射面に箔抵抗線ひずみゲージ(ゲージ率2.10、ゲージ長さ2mm)を貼りひずみを検出し、縦弾性係数を206GPaとして算出した。

X線応力測定に使用したPSPCは有感部100mmの1号機を使用した。またX線信号処理装置のメモリーチャンネル数は512で、角度とチャンネルの関係は1チャンネル当り0.071°となっている。応力測定の設定ピーク計数値は2048カウントで行い、他のX線測定条件を表4.3に示す。

得られた 2θ - $\sin^2\phi$ 線図(板厚4mm)を図4.9に示す。この線図上のすべての測定値を用いて式(4.1)を以下のように示し、未知数 $A_1 \sim A_4$ を非線形最小2乗法解析¹²⁾で求めた。

$$2\theta_s = A_1 \cdot (\sigma_s + A_2) \cdot (\sin^2\phi - A_3) + A_4$$

$$\text{ただし } A_1 : 1/K \quad A_2 : \text{残留応力 } \sigma_r \quad A_3 : \nu/(1+\nu)$$

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

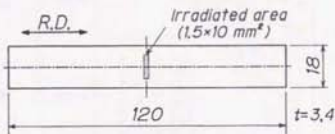


図 4.8 試験片形状・寸法

表 4.3 X線応力測定条件

| | |
|-------------------|---|
| 特性X線 | Cr-K α |
| 照射面 | α Fe (211) |
| CrK α フィルタ | バナジウム箔 |
| 管球電圧、電流 | 30 kV、10 mA |
| スリット | ソーラースリット(発散角0.34°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 x 長さ10 mm ² 、長方形 |
| X線検出器 | PSPC (1号機) 有効窓長さ100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 200 mm |
| 定ピーク計数値 | 2048カウント |
| X線入射角(ϕ 角) | 0.13, 19, 23, 27, 30, 33, 36, 39, 42, 45, 48, 51, 54, 57° (15点) |

結果は以下に示すとおりである。

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

$$\sigma_y = -59.9 \text{ MPa} \quad A_1 = 156.168 \text{ deg}$$

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

厚さ 3mm の試験片についても同様の実験を行ったが X 線応力定数 K および $\nu/(1+\nu)$ の値は板厚 4mm の試験片の値とほとんど差はなかった。したがって本実験に使用した高張力鋼 HT80 の X 線応力定数 K は -354 MPa/deg および $\nu/(1+\nu)$ は 0.207 (ポアソン比 $\nu = 0.261$) として以後の実験を行った。

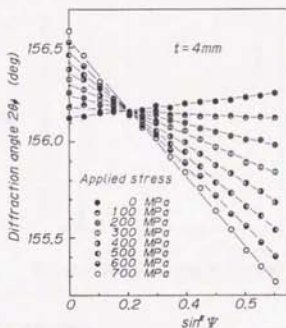


図 4.9 試験片の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図

4.3.4 応力変動量測定条件の検討

1) ϕ 角の選択

上述の X 線特性値を用いて付加応力変化量 $\Delta\sigma_x$ に対する回折角移動量 $\Delta 2\theta_x$ は以下のように表される。

$$\Delta 2\theta_x / \Delta \sigma_x = -1/354 \cdot (\sin^2\phi - 0.207) \quad (4.14)$$

この式や図 4.9 から明らかなように応力変動量 $\Delta\sigma_x$ を実測するには $|\Delta 2\theta_x / \Delta \sigma_x|$ の絶対値が大きくなるような ϕ 角を選択した方が有利である。つまり $|\sin^2\phi - 0.207|$ が大きくなるような ϕ 角で回折線を測定すれば、同じ応力変化量に対して回折角移動量 $\Delta 2\theta_x$ が大きくなり、それに伴い半幅幅比 $R (=H_w/H_{w0})$ が大きくなることが予想できる。そこで本実験では $\phi = 54^\circ$ ($\sin^2\phi = 0.655$) を用いることにした。

2) 回折線測定条件

半幅幅の測定精度は回折線ピーク計数値に大きく影響される。図 4.10 に回折線ピーク計数値を変化させて多数回 (21 回) 測定した半幅幅 (研削加工のままの試験片) を示す。

図中の範囲は半幅幅測定値の 68.3% 信頼限界 (標準偏差) を示している。ピーク計数値が小さい場合は回折 X 線強度の統計的変動の影響により半幅幅測定値のばらつきが大き

い、そして回折線ピーク計数値の増加に伴い半価幅の平均値および測定誤差がほぼ一定値になる。

そこで本実験では回折線ピーク計数値が16384カウント(16K)以上になるような条件で回折線測定を行った。

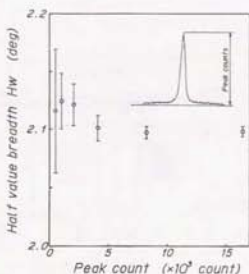


図4.10 回折線ピーク計数値と半価幅

4.3.5 回折角移動量 $\Delta 2\theta$ と半価幅比 R の関係の実験的検証

半価幅比 R と回折角移動量 $\Delta 2\theta$ の関係は前節の数値解析により式 (4.10) で表せることが明かとなった。そこで実際に半価幅比 R と $\Delta 2\theta$ の関係の実験的検討を行った。

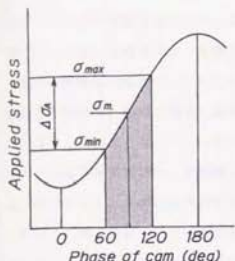
回折角移動量 $\Delta 2\theta$ と半価幅比 R の関係を実験的に検討するうえで留意すべき点は以下のことが挙げられる。

- (1) X線照射面内の回折角移動に伴う回折線半価幅比の解析はX線照射面内の回折角 2θ が直線的に変化することを仮定として行った。
- (2) 試験片の応力状態は単軸応力負荷状態が望ましい。

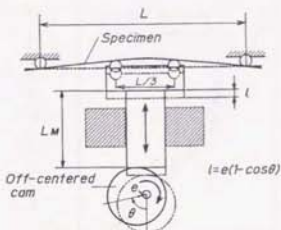
そこで試験片に単軸状態で直線的応力変動を与える方法として、平滑試験片を用いてX線照射面内全体の応力を時間に対して直線的に変化させ、その間の回折X線を測定して回折強度曲線を得ることを試みた。具体的には前述の試験片を用いて繰返し4点曲げ試験を行い、付加応力がほぼ直線となる区間のみの回折X線を測定する方式とした。

使用した繰返し4点曲げ試験機は前章で用いたもので、偏心カムを一定速度で回転させて試験片に強制変位を与え、正弦波の引張-引張応力を付加する方式である。図4.11(a)、(b)に偏心カム軸の位相 θ (回転角)と付加応力の関係を示す。図4.11(a)中の斜線部における偏心カム軸の回転角の区間であれば付加応力は時間に対してほぼ直線的に変動し、その付加応力変動量 $\Delta \sigma_s$ は応力全振幅の1/2となる。

応力変動を有する回折強度曲線を測定する際の繰返し応力の周期は82秒であり、1回当りの回折X線測定時間(付加応力が直線と見なせる時間)は約13.7秒である。回折線測



(a) カム軸の回転角と付加応力



(b) 繰返し4点曲げ試験機の構造

図4.11 繰返し4点曲げ試験の要領

定は前章と同様に偏心カム軸につけたロータリエンコーダの出力信号により回折X線測定の制御(開始・停止)を行い、回折線ピーク計数値が16384カウント以上になるまで反復測定した。なお回折角移動量 $\Delta\theta$ を変える目的で、偏心カムの偏心量を数点選択した。応力変動がない場合の半価幅 H_{w_0} は図4.11(a)の σ_m において試験機を停止させて測定したが、本試験片の $\phi = 54^\circ$ における半価幅 H_{w_0} は以下の通りであった。

$$t=3\text{mm} \quad H_{w_0} = 1.847' \pm 0.0056' \quad (68.3\% \text{信頼限})$$

$$t=4\text{mm} \quad H_{w_0} = 1.899' \pm 0.0037' \quad (68.3\% \text{信頼限})$$

また回折角移動量 $\Delta\theta$ は σ_{\min} および σ_{\max} 時で試験機を停止させて回折強度曲線を測定し、各々の回折角の差として求めた。なおX線測定条件を表4.4に示す。

半価幅比Rと回折角移動量 $\Delta\theta$ の関係を図4.12に示す。各々の板厚(3, 4mm)の試験片において、半価幅比は $\Delta\theta$ のべき乗の曲線で表されることが観察される。また板厚

3mmの試験片では板厚4mmに比較して同じ $\Delta\theta$ に対して半価幅比が若干大きくなった。これは板厚3mmの試験片の半価幅 H_{w_0} が板厚4mmの値より小さいため、数値解析結果(図4.6参照)と同様の傾向が現れたものと考えられる。

つぎに図4.12の各試験片における半価幅比が $\Delta\theta$ のべき乗の曲線上にあることが確認

表 4.4 半価幅測定条件

| | |
|-------------------|-----------------------------------|
| 特性X線 | Cr-K α |
| 回折面 | α -Fe(211) |
| CrK α フィルタ | パラジウム箔 |
| 管球電圧、電流 | 30 kV, 10 mA |
| スリット | ソーラススリット(発散角0.34') |
| X線照射寸法 | 幅1.5 × 長さ10 mm ² , 長方形 |
| X線検出器 | PSPC(1号機)有効窓長さ100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 200 mm (Heチャンネル使用) |
| ピーク計数値 | 16384(16K)カウント以上 |
| 半価幅測定 ϕ 角 | 54' |

できたのでその乗数を検討した。図4.13に
(R-1) と $\Delta 2\theta_p$ の両対数グラフを示す。

図中の直線は $\Delta 2\theta_p$ が 0.2° 以上のデータが
回帰した結果で、直線の傾きは試験片の H_w
に關係なくほぼ 2 となった。この図より実験
による回折角移動量 $\Delta 2\theta_p$ と半価幅比 R の関係
は次式で表せる。なお回折角移動量 $\Delta 2\theta_p$ が
0.2° 以下の測定点については回折線の測定誤
差により大きくばらついたため回帰範囲に入
れなかった。

$$R = 1 + C \cdot (\Delta 2\theta_p)^2 \quad (4.15)$$

ただし $t=3\text{mm}$ ($H_w=1.847^\circ$) のとき $C=0.1132$

$t=4\text{mm}$ ($H_w=1.899^\circ$) のとき $C=0.0982$

この式より半価幅比 R と $\Delta 2\theta_p$ の関係は式(4.10)の数値解析結果と同一の形の関数とし
て表せることが確認できた。

つぎに付加応力変動量 $\Delta \sigma_x$ と半価幅比 R の関係を調べた。図4.14に半価幅比 R とカム

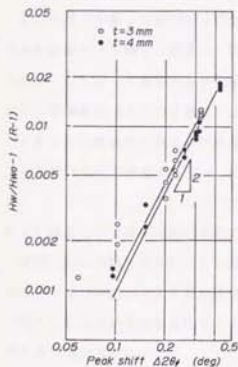


図4.13 回折角移動量と
(半価幅比-1)の関係

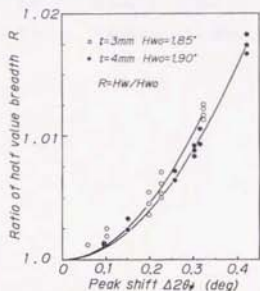


図4.12 回折角移動量と半価幅の関係

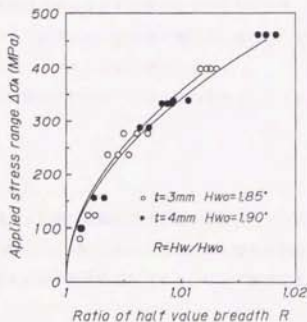


図4.14 半価幅比と付加応力変動量

の偏心率を変化させたときの付加応力変動量（ひずみゲージ測定値） $\Delta\sigma_A$ の関係を示す。

図中の実線は半値幅比の平方根で回帰した結果であるが、半値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のように表すことができた。

$$\Delta\sigma_A = A \cdot \sqrt{(Hw/Hw_0) - 1} \quad (4.16)$$

ただし $t=3\text{mm}$ のとき $A=3425$ MPa

$t=4\text{mm}$ のとき $A=3577$ MPa

一方、式(4.13)よりAは次式で表せる。

$$A = \frac{K}{\{\sin^2\phi - \nu/(1+\nu)\}} \cdot C_A \cdot Hw_0 \quad (4.17)$$

ただし $C_A=2.054$ (回折線シミュレーション結果)

そこで本試験片のX線応力定数K、ポアソン比 ν および半値幅 Hw_0 を代入してAを求めると

$t=3\text{mm}$ のとき $A=3000$ MPa

$t=4\text{mm}$ のとき $A=3085$ MPa

となる。実験で求めたAは式(4.17)より算出したAより15%程度大きくなっている。

この係数Aが異なる原因は4点曲げ試験なので回折線を測定している最中に試験片のX線照射面が上下動し、試験片-PSPC間距離が変動することが影響しているものと考えられる。したがって測定表面が変動するような状態で応力変動量の測定を正確に行うには予め半値幅比Rと応力変動量の関係を校正しておくことが必要である。

しかし応力変動量の値をさほど重視しない場合には式(4.17)によりAを決定しても差し支えないものとする。

4.3.6 繰返し4点曲げ試験中の応力速度の測定

板厚4mmの試験片を用いて正弦波の繰返し4点曲げ試験における最小付加応力（ひずみゲージ値13MPa）から最大付加応力時（ひずみゲージ値696MPa）までの回折X線を計数し、X線応力および応力速度を測定した。繰返し応力の周期は82秒である。なおX線測定条件を表4.5に示す。

X線応力測定結果を図4.15に示す。繰返し曲げ試験中に測定した応力値(269MPa)は、

付加応力範囲の中央で試験機を停止して測定したX線応力値(285MPa)とほぼ一致しており、繰返し曲げ試験中での応力測定値は回折線測定区間内の平均的応力であることが確認できた。

また図4.15において矢印の両先端の応力差が半幅幅比から求めた応力変動量 $\Delta\sigma_x$ であり、矢印の傾きは応力速度を示している。

応力変動量 $\Delta\sigma_x$ を半幅幅比($R=1.039$)を用いて式(4.16)から算出すると、680MPaとなり、ひずみゲージで測定した付加応力変動量 $\Delta\sigma_x=683\text{MPa}$ と一致した。

したがって半幅幅比から推定したX線照射面内の応力速度は付加応力速度と一致し16.6MPa/secとなった。このように測定区間の応力変動量が多い場合には半幅幅比から求まる応力速度は測定区間の平均値として高い精度で測定できることが確認できた。

つきに平均付加応力 σ_x (図4.11(a)参照)を中心に回折線測定時間を変化させて応力速度を求めた結果を図4.16に示す。

図中の実線は偏心カム軸の回転角から計算した付加応力速度曲線であり、黒丸(●)はひずみゲージで実測した付加応力速度である。半幅幅比から求めた応力速度(○)は回折線測定時間が大きい領域(Δt がほぼ10秒以上)ではひずみゲージによる付加応力速度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、測定値のばらつきが大きくなることが観察される。

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 $\Delta 2\theta_0$ が大きくなるため応力勾配の無い状態の半幅幅 H_{w0} と比較して有意差のある半幅幅 H_w が測定可能で、

表 4.5 X線応力測定条件

| | |
|-------------------|---|
| 特性X線 | Cr-K α |
| 部材 | a Fe (211) |
| CrK α フィルタ | バナジウム箔 |
| 管球電圧、電流 | 30 kV, 10 mA |
| スリット | ソーラースリット(散乱角 6.34°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 × 長さ10 mm ² 、長方形 |
| X線検出器 | PSPC (1号機) 有効長さ100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 200 mm (He チャンバー使用) |
| ピーク計数値 | 16384(16K)以上(繰返し数4回) |
| X線入射角(ϕ 角) | 6, 19, 27, 33, 39, 45, 51, 54 $^\circ$ (8点) |

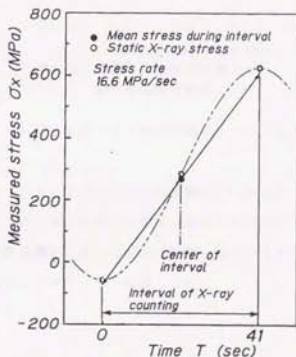


図4.15 最小・最大付加応力間の応力値と応力変動量

再現性が良い半価幅比が求まる。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、得られた応力速度値はひずみゲージから求めた付加応力速度とほぼ一致したものと考えられる。

一方、回折線測定時間 Δt が小さい場合は測定時間内の回折角移動量 $\Delta\theta$ が小さいために半価幅 H_w と H_w_0 の値に大きな差はなくなる。このような場合には回折強度曲線の統計的変動が半価幅比 R におよぼす影響が大きくなり半価幅比 R は大きくばらつく。

したがって求められた半価幅比からは再現性の良い応力変動量は推定しにくく、さらに除する値である測定時間が小さいことから応力速度値の精度は低下する。

図4.16において応力速度の測定値がばらついているのは付加応力変動量 $\Delta\sigma_s$ が150 ~ 200 MPa程度(回折角移動量 $\Delta\theta_0 = 0.15^\circ$)以下のときであり、本実験に使用した試験片の半価幅およびX線測定条件で限定すれば回折線測定区間に150~200MPa程度以上の応力変動が存在しないと応力速度の測定精度は低下することが確認できた。

4.3.7 結言

X線照射面内の応力が単軸状態で直線的に変化する場合の応力勾配(速度)測定法として、単一X線入射角での半価幅比から測定する方法を検討し、繰返し4点曲げ試験中の応力速度を実測して以下のことが明らかとなった。

- 1) 半価幅比 R と回折角移動量 $\Delta\theta$ の関係は、前節で述べた数値解析により得られた関数関係と同形であることが実験的に確認できた。すなわち半価幅比 H_w/H_w_0 は測定区間の応力変動に伴う回折角の移動量 $\Delta\theta$ の2乗の関数で示される。

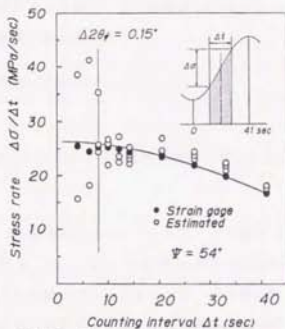


図4.16 繰返し4点曲げ試験中の
応力速度測定結果

- 2) X線照射面内の応力が単軸状態で直線の変化をする場合、応力変動量 $\Delta\sigma_x$ とあるX線入射角 ϕ における半価幅比 H/H_0 は次式で表されるが、

$$\Delta\sigma_x = \left| \frac{K}{[\sin^2\phi - \nu/(1+\nu)]} \right| \cdot C_A \cdot H_0 \cdot \sqrt{(H/H_0 - 1)}$$

$$= A \cdot \sqrt{(H/H_0 - 1)}$$

ただし C_A は特性X線および回折面の組み合わせおよびX線照射面内の応力変化状態によって決定される定数

実測した結果、応力変動量 $\Delta\sigma_x$ と半価幅比 R の関係が上述のようになることが確認できた。しかし係数 A に関してはX線応力定数 K 、 $\nu/(1+\nu)$ 、半価幅 H_0 および数値解析による C_A を用いて算出した値と実測で得られた値が異なっており、単一のX線入射角で精度良く応力勾配を測定するには、測定時に選択するX線入射角での応力変動量と半価幅比の関係をあらかじめ校正する必要がある。

- 3) 繰返し4点曲げ試験中のX線応力測定および応力速度を測定した結果、測定応力値は回折線測定時間内の平均的応力であり、半価幅比から求めた応力速度も回折線測定時間内の平均的応力速度であることが確認された。
- 4) 一点のX線入射角による応力速度の測定は測定時間内に大きな応力変動がある場合には高い精度で応力速度が求められる。しかし測定時間内の応力変動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速度値の測定精度は低下する。

以上のことから単一X線入射角での応力速度測定法は充分な強度の回折強度曲線が得られれば、緩やかに漸増あるいは漸減するような負荷状態下にも適用可能であると考えられる。

4. 4 $\sin^2\phi$ 法による応力速度の測定

4.4.1 緒言

$\sin^2\phi$ 法による応力勾配測定法が実測可能ならばX線照射面内の応力変化(変動)量がX線応力測定の際に得られた回折線の半価幅から求めることができ、1回のX線応力測定でX線応力と応力変化(変動)量が同時に測定できる点で有益である。そして原理的にはX線照射面内の応力状態が二軸の応力勾配を有する場合($\Delta\sigma_x, \Delta\sigma_y \neq 0$)であっても測定応力方向の応力変化(変動)量 $\Delta\sigma_x$ のみが分離して測定できるはずである。

き裂先端近傍や応力集中部の応力状態は二軸応力状態となっており応力勾配や応力速度測定では $\Delta\sigma_y$ の存在が無視できない。したがって $\sin^2\phi$ 法による応力勾配測定法によりき裂先端や応力集中部の応力状態を非破壊的に測定し、き裂の挙動や応力集中部の応力再配分などの材料強度評価を行うことができる。

そこで本節ではまず平滑試験片を用いて繰返し4点曲げ試験中および引張応力除荷中の $\sin^2\phi$ 法による応力変動量の測定を行い、その測定精度について検討した。そしてつぎに応力集中部を有する試験片を用いて応力勾配および応力速度の測定を行い、二軸応力状態下の応力変動量測定の可能性を確認した。

4.4.2 繰返し4点曲げ試験中の応力速度の測定

前節で述べた繰返し4点曲げ試験中の単一X線入射角による応力速度測定では回折線測定中に試験片-PSPC間距離が変動し、正確な応力変動量を測定するには予め測定時の ϕ 角における半価幅比 R と応力変動量の校正を行う必要があることがわかった。

動的な負荷状態では繰返し曲げ試験に限らず面外変形が発生し、測定物-PSPC間距離が変動する可能性がある。

そこでまず繰返し4点曲げ試験中に $\sin^2\phi$ 法による応力変動量の測定を試み、つぎに応力変動量におよぼす測定物-PSPC間距離の変動による影響について検討した。

4.4.2.1 試験片および実験条件

本実験に供した試験片は図4.8に示した板厚3mmのものである。ただしこの試験片は残留応力を除去するために600℃、2時間の応力除去焼きなまし処理を行っている。使用した試験片の半価幅は図4.17のようになり $\sin^2\phi$ の増加に伴い半価幅値は大きくなる。

応力除去焼きなまし処理により半価幅は4.3節で用いた試験片より小さな値となってい

る。繰返し4点曲げ試験中の回折線測定方法は前節と同様である。

また付加応力変動量 $\Delta\sigma_s$ は500, 400, 300MPaを設定した。

つぎに応力変動量の測定を行う際のX線入射角 ψ について検討した。

$\sin^2\psi$ 法による応力変動量測定は測定原理で述べたとおり $|\sin^2\psi - \nu/(1+\nu)|$ の値が大きい ψ 角で回折線測定を行うことが望ましい。

図4.9に示した $2\theta - \sin^2\psi$ 線図より、付加応力変化量に対する回折角移動量 $\Delta 2\theta$ の変化率を求めた結果を図4.18に示す。付加応力が引張応力の場合、 $\sin^2\psi \geq \nu/(1+\nu)$ の範囲の ψ 角では回折角移動量 $\Delta 2\theta$ は引張応力の増加に伴い負の値となる。そして $\sin^2\psi$ 値が大きくなるほど回折角移動量 $\Delta 2\theta$ の応力に対する変化率の絶対値は大きくなる。本実験での最小の付加応力変動量 $\Delta\sigma_s = 300\text{MPa}$ における回折角移動量 $\Delta 2\theta$ を推定した結果、 $\sin^2\psi$ が0.55以上なら $\Delta 2\theta$ は 0.3° 以上となるので誤差の少ない半価幅比Rが得られるものと期待できる。

そこで本実験では $\sin^2\psi$ 値が0.55~0.70まで0.05おきになるように4点の ψ 角を選択した。また半価幅比Rから回折角移動量 $\Delta 2\theta$ を算出する際に用いたC₀値は数値解析で得られた値2.054を使用した。

X線測定条件を表4.6に示す。

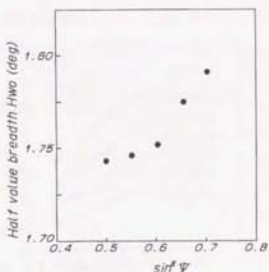


図4.17 $\sin^2\psi$ 値と半価幅 H_{w0}

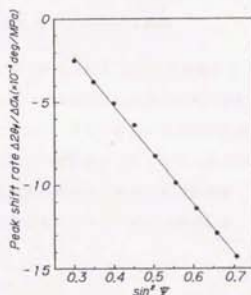


図4.18 付加応力変化量に対する回折角移動量の変化率

表4.6 繰返し4点曲げ試験中の回折線測定条件

| | |
|--------------------------|---|
| 特性X線 | CrK α (30 kV, 10 mA) |
| スリット | ソーラー・スリット(散乱角 0.34°) |
| X線照射方法 | 幅 $1.5 \times$ 長さ 10 mm^2 , 長方形 |
| X線検出器 | PSPC (1号機) 有効窓長さ 100 mm |
| 試験片-PSPC距離 | 200 mm (Be チャンバー使用) |
| 回折線ピーク計数値 | 16384カウント以上(繰返し回数130回) |
| 半価幅測定 ψ 角 | $48.51, 54.57^\circ$ (4点) |
| X線応力定数 | -354 MPa/deg |
| C ₀ 値 | 2.054 |
| 付加応力変動量 $\Delta\sigma_s$ | 300, 400, 500 MPa |

4.4.2.2 試験片-PSPC間距離変動の応力変動量に及ぼす影響

図4.19に各付加応力変動における $\Delta 2\theta$ - $\sin^2 \psi$ 線図を示す。図中の黒丸(●)は回折線半価幅比から算出した回折角移動量 $\Delta 2\theta$ を示している。また白丸(○)は繰り返し試験機を σ_{max} (エンコーダ値 n_1)および σ_{min} (エンコーダ値 n_2)で停止し、それぞれ試験片-PSPC距離(200mm)を設定した後、測定した回折角 $2\theta_{n1}$ 、 $2\theta_{n2}$ の差として求めた回折角移動量 $\Delta 2\theta$ である。

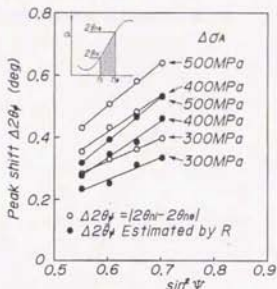


図4.19 $\Delta 2\theta$ - $\sin^2 \psi$ 線図

すなわち白丸は試験片-PSPC距離が変わらない時の付加応力変動量による回折角移動量に相当する。 $(\Delta 2\theta, \Delta 2\theta$ は絶対値を省略している。) この図より同じ付加応力変動であれば $\Delta 2\theta$ 線図は $\Delta 2\theta$ 線図を平行移動した状態となっており、両者の傾きはほとんど同じである。またいずれの付加応力変動量においても $\Delta 2\theta$ の値の方が $\Delta 2\theta$ よりも大きく、付加応力変動量が小さくなるに従い両者の差($\Delta 2\theta - \Delta 2\theta$)は小さくなっている。この $\Delta 2\theta$ 線図の傾きから求めた応力変動量 $\Delta \sigma$ を表4.7に示す。

表4.7 応力変動量および応力速度の測定結果

| 付加応力変動量 $\Delta \sigma$ (MPa) | 300 | 400 | 500 |
|-------------------------------|------------|------------|------------|
| 応力変動量 $\Delta \sigma$ (MPa) | 257 ± 42* | 415 ± 36* | 495 ± 20* |
| 平均回折線測定時間 Δt (sec) | 10.5 | 13.8 | 17.1 |
| 付加応力速度 (MPa/sec) | 28.5 | 28.9 | 28.2 |
| 測定応力速度 (MPa/sec) | 24.5 ± 4.1 | 30.1 ± 2.6 | 28.9 ± 1.8 |
| 付加応力速度に対する誤差 | -14% | 14% | -1% |

*: 68.3%信頼限界

付加応力速度に対する誤差は測定した応力速度の平均値の誤差

による応力変動量および応力速度の測定は良好な測定精度が得られることが確認できた。

つぎに応力変動量や応力速度の測定値に及ぼす試験片-PSPC間距離変動の影響について検討する。図4.19における $\Delta 2\theta$ 値と $\Delta 2\theta$ 値の差は試験片-PSPC間距離の変動によるものと考えられる。

本実験で使用した ψ 角の範囲では、付加引張応力の増加に伴い回折角移動量 $\Delta 2\theta$ はより大きな負の値となる。一方、4点曲げ試験で付加引張応力を増加させるには図4.11(b)に示したように中央2個の載荷点を上昇させることが必要で、図4.20に示す試験片表面

上昇量 ΔH に伴う回折角移動量 $\Delta 2\theta_0$ は正の値となる。したがって繰返し4点曲げ試験中に測定した回折線の半価幅から得られる実質的な回折角移動量 $\Delta 2\theta$ は次式で表せる。

$$|\Delta 2\theta| = |\Delta 2\theta_0 - \Delta 2\theta_n| \quad (4.18)$$

ここで試験片-PSPC間距離の変動量(上昇) ΔH に伴う回折角移動量 $\Delta 2\theta_n$ は次式で示される。

$$\Delta 2\theta_n = \frac{180}{\pi} \cdot \tan^{-1} \left(\frac{\Delta H}{R} \cdot \frac{\sin 2\eta}{\cos \phi_0} \right)$$

$$\approx \frac{180}{\pi} \left(\frac{\Delta H}{R} \cdot \frac{\sin 2\eta}{\cos \phi_0} \right) \quad (4.19)$$

($\Delta H/R$ が充分小さいとき)

ただし 2η : $2\theta_0$ の補角 ϕ_0 : X線入射角

R: 試験片-PSPC間距離

したがって半価幅比 R から算出された $\Delta 2\theta$ より得られる応力変動量 $\Delta \sigma$ は

$$\Delta \sigma = K \cdot \frac{\partial (\Delta 2\theta)}{\partial (\sin^2 \phi)} = K \cdot \frac{\partial (\Delta 2\theta_0)}{\partial (\sin^2 \phi)} - K \cdot \frac{\partial (\Delta 2\theta_n)}{\partial (\sin^2 \phi)}$$

$$= \Delta \sigma_x - \Delta \sigma_n \quad (4.20)$$

と表すことができる。すなわち回折線の半価幅比 R から測定された $\Delta \sigma$ は真の応力変動量 $\Delta \sigma_x$ に対して試験片表面変動 ΔH による見かけの応力変動量 $\Delta \sigma_n$ の測定誤差を伴うことになる。

本実験の条件では試験片-PSPC間距離200mm、 $2\eta=23.6^\circ$ であり、付加応力変動量500MPaの時の試験片-PSPC間距離変動量 ΔH は1mmであった。そこで付加応力変動量500MPaのときの $\Delta 2\theta_n$ を本実験で使用した $\sin^2 \phi$ の範囲で試算すると以下ようになる。

$$\sin^2 \phi = 0.552 \quad (\phi_0 = 36.2^\circ) \text{ のとき} \quad \Delta 2\theta_n = 0.142^\circ$$

$$\sin^2 \phi = 0.703 \quad (\phi_0 = 45.2^\circ) \text{ のとき} \quad \Delta 2\theta_n = 0.163^\circ$$

したがって $\Delta 2\theta_n$ による見かけの応力変動量 $\Delta \sigma_n$ は付加応力変動量500MPaのとき計算上50MPa程度と見なせ、最大でも10%程度の誤差としかならないものと推定できる。

しかし実際の測定では表4.7に示した通り付加応力変動量と測定した応力変動量ほとんど差はなく、本実験で選択した ϕ 角の範囲であれば、応力変動量 $\Delta \sigma_x$ に及ぼす試験片-PSPC間距離変動の影響はあまり現れていない。

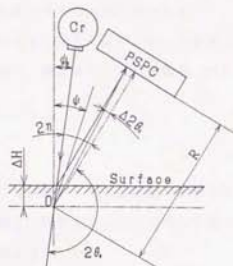


図4.20 試験片表面上昇による回折角の移動量

ただし半価幅比 R から得られる $\Delta 2\theta$ は回折線測定時の実質的な回折角移動量 ($\Delta 2\theta = \Delta 2\theta_0$) の値と考えることができるので、 $\Delta 2\theta_0$ があまり大きい場合には $\Delta 2\theta$ が小さくなり半価幅比 R の測定誤差により応力変動量の測定精度は低下することが予想される。

また応力変動量の測定に使用する $\sin^2 \psi$ 値の範囲が大きくなるに従い、同一の表面変動量であっても、見かけの応力変動量 $\Delta \sigma_y$ が大きくなり、測定される応力変動量 $\Delta \sigma$ におよぼす影響は大きくなることに留意すべきである。

4.4.3 引張応力除荷中の応力速度測定

繰り返し4点曲げ試験中の応力速度測定で述べたような試験片-PSPC間距離の影響が全くない状態で、 $\sin^2 \psi$ 法による応力速度測定法の実測上の問題点および測定精度を調べることが目的として引張応力除荷時の応力変動量の測定を行った。

4.4.3.1 試験片および実験方法

本節の実験で使用した材料は前節と同様、市販の高張力鋼HT80である。この材料を図4.21に示すような形状に機械加工して平滑引張試験片とした。なおX線測定位置は表面加工変質層を除去するために電解研磨 (100 μ m程度)を行った。試作した引張試験機にこの試験片を取り付け、

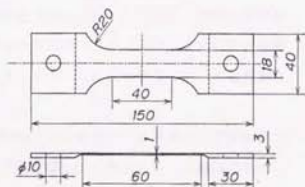


図4.21 平滑引張試験片の形状

弾性範囲内で引張応力を負荷させた後除荷させ、この除荷中の回折線半価幅から応力変動量を測定した。

図4.22に使用した引張試験機の外観を示す。まず試験片の一端は移動可能な台に、また他端は固定台にそれぞれピンで取り付ける。そして移動台を油圧ジャッキで押すことにより試験片に引張付加応力を与える方式である。油圧ジャッキの油圧は手動ポンプで加えている。したがって手動ポンプのリーク弁を開放することによって試験片



図4.22 引張試験機の外観

の付加応力は除荷され、弁の開放の程度により引張応力が時間的にほぼ直線的に変化させることができる。

図4.23に引張応力除荷時の応力速度の測定システムを示す。試験片の付加応力の検出は応力測定する裏面に箔抵抗線ひずみゲージを貼り、動ひずみ計(周波数特性 100kHz)およびAD変換器を介してパーソナルコンピュータ(PC9801)に常時取り込んでいる。

図4.24に引張応力除荷中の付加応力 σ_x の測定例を示す。

引張応力除荷中の回折線測定に関しては付加応力 σ_x が図4.24に示した設定最大付加応力 (σ_{max}) になったとき、PSPCの信号処理装置に回折X線測定開始命令を送り、設定最小付加応力 (σ_{min}) のときに回折X線測定停止を行った。その後信号処理装置から各チャンネルのX線計数値および回折線測定時間を読み込む方式とした。

付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ は 100~600MPaまで100MPaごとに設定し、各 ϕ 角での回折線測定は3回ずつ行い、半価幅比 Rの平均値から応力変動量 $\Delta\sigma_x$ を算出した。X線測定条件は表4.8に示す。なお無負荷状態の回折線半価幅 H_{w0} も各 ϕ 角で3回ずつ測定した。

また回折角移動量 $\Delta 2\theta$ の算出のためのC₀値は数値解析結果の 2.054を用いた。

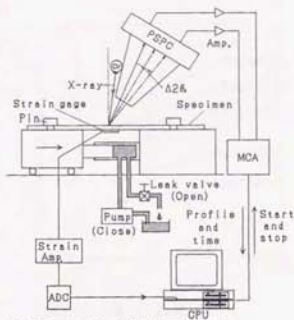


図4.23 引張応力除荷中の回折線測定システム

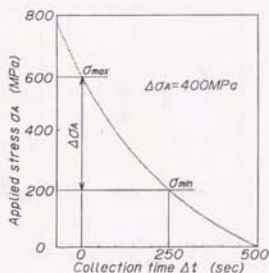


図4.24 引張応力除荷中の付加応力の変化

表 4.8 引張応力除荷中の回折線測定条件

| | |
|--------------------------|-----------------------------------|
| 特性X線 | CrK α (30 kV, 10 mA) |
| スリット | ソーテースリット(発散角0.34°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 x 長さ10 mm ² , 長方形 |
| X線検出器 | PSPC (1号機) 有効長さ100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 200 mm (He チャンバー使用) |
| 回折線ピーク計数値 | 16384カウント以上(測定時間約250秒) |
| 半価幅測定 ϕ 角 | 48.51, 54.57° (4点) |
| X線応力定数 | -354 MPa/deg |
| C ₀ 値 | 2.054 |
| 付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ | 100, 200, 300, 400, 500, 600 MPa |

4.4.3.2 応力変動量の測定精度およびC_s値の検討

図4.25に付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ が200MPa~600MPaの場合の $\Delta 2\theta - \sin^2\psi$ 線図を示す。図中の点は3回の半幅比の平均値から求めた $\Delta 2\theta$ 値であり、実線はこれらを直線回帰した結果である。いずれの付加応力変動量の場合も測定点のばらつきが少なく、回帰直線に良く一致している。また直線の傾きは付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ の増加に伴い大きくなっているのが観察される。

この傾きにX線応力定数K(≈ -354 MPa/deg)を掛けて得られた応力変動量 $\Delta\sigma_x$ を表4.9に示す。

この表中で±以降の数値は68.3%信頼限界値(標準偏差)である。

この結果より付加応力変動量が200MPa以上の場合は応力変動量 $\Delta\sigma_x$ は付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ と比較して15%程度内外の誤

差で一致しており、当然応力速度も平均付加応力速度と良い一致を示した。

図4.26に付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ が400MPaで多数回折線測定を行った時の $\Delta 2\theta - \sin^2\psi$ 線図の一例を示す。 $\sin^2\psi$ 値が大きい時は半幅比Rから求められた回折角移動量 $\Delta 2\theta$ のばらつきは小さいが、 $\sin^2\psi$ 値の減少に伴い $\Delta 2\theta$ のばらつきが大きくなっていることが観察できる。この傾向は付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ が小さくなるほど顕著に現れ、 $\Delta 2\theta$ のばらつきの程度も大きかった。

また付加応力変動量 $\Delta\sigma_x=100$ MPaにおける半幅比Rと $\sin^2\psi$ の関係を図4.27に示す。

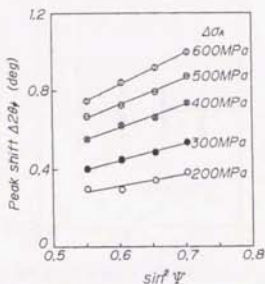


図4.25 引張応力除荷中の $\Delta 2\theta - \sin^2\psi$ 線図

表4.9 引張応力除荷中の応力変動量および応力速度測定結果

| 付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ (MPa) | 200 | 300 | 400 | 500 | 600 |
|--------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 応力変動量 $\Delta\sigma_x$ (MPa) | 213 ± 57* | 302 ± 18* | 413 ± 25* | 481 ± 32* | 577 ± 19* |
| 平均回折線測定時間 (sec) | 181.3 | 259.8 | 238.5 | 296.2 | 237.7 |
| 付加応力速度 (MPa/sec) | 1.10 | 1.16 | 1.68 | 1.69 | 2.52 |
| 応力速度 (MPa/sec) | 1.18±0.21 | 1.16±0.07 | 1.73±0.15 | 1.62±0.08 | 2.43±0.08 |
| 付加応力速度に対する誤差 | +7 % | +1 % | +3 % | -4 % | -4 % |

*: 68.3%信頼限界値

付加応力速度に対する誤差は測定した応力速度の平均値の誤差

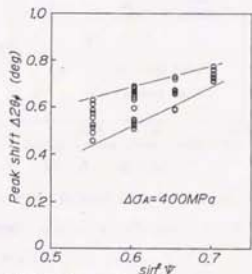


図4.26 $\Delta 2\theta - \sin^2\psi$ 線図における測定値のばらつき

この図で各 ϕ 角において半価幅比 R が 1 以下となっている測定点が多数存在する。

このような半価幅比 R からは原理上回折角移動量 $\Delta 2\theta$ は求められず、 $\Delta 2\theta = \sin^2 \phi$ 線図を作成することはできない。したがって本実験の範囲内で測定可能な応力変動量は 200 MPa 以上と考えられる。

このように付加応力変動量が小さい場合や $\sin^2 \phi$ 値が小さい場合に半価幅比の変動が大きくなる原因は回折強度曲線の測定誤差が影響するためであり、被測定材料の半価幅 W_{50} が大きくなるに従い応力変動量の測定限界値は大きくなってしまふものと推定できる。また応力変動量 $\Delta \sigma_x$ の測定に使用する ϕ 角は $|\sin^2 \phi - \nu / (1 + \nu)|$ が大きくかつ $\sin^2 \phi$ の範囲 θ ($\sin^2 \phi$) がなるべく大きくなるような ϕ 角の選択が望ましいが、被測定物の無負荷状態の半価幅 W_{50} や測定物の形状により選択できる ϕ 角は異なり、一義的に ϕ 角の範囲は決定できない。

つぎに半価幅比 R から回折角移動量 $\Delta 2\theta$ を算出する際の C_a 値について検討した。

図 4.28 に繰返し 4 点曲げ試験および引張応力除荷実験において半価幅比 R から測定した応力変動量 $\Delta \sigma_x$ と付加応力変動量 $\Delta \sigma_a$ の関係を示す。本実験に使用した C_a は数値解析結果の値 2.054 であり、この値が妥当であれば付加応力変動量 $\Delta \sigma_a$ と測定応力変動量 $\Delta \sigma_x$ は傾き 1 の直線に一致するはずである。この図中の直線は $\Delta \sigma_x = a \cdot \Delta \sigma_a$ とし

て表し、各点の傾き a を平均した結果 a は 0.996、そして a の標準偏差は 0.047 となった。

よって半価幅比 R から X 線照射面内の回折角移動量 $\Delta 2\theta$ を算出する際に使用する C_a の値は数値解析の結果の 2.054 として良いことが確認できた。

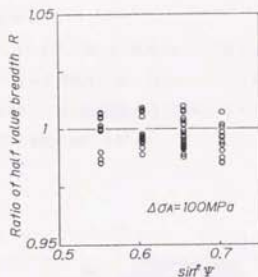


図 4.27 付加応力変動量 100 MPa における半価幅比

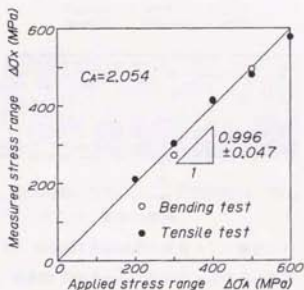


図 4.28 C_a 値の検討

4.4.4 応力集中部の応力勾配および応力速度の実測

$\sin^2 \phi$ 法による応力変動量の測定法は測定応力方向のみの応力変動量 $\Delta \sigma_x$ を分離するのに有効と考えられるが実際に二軸応力状態での測定が可能であるか否かについては実験的に確認していない。そこでノッチを有する試験片を用いて引張応力付加時の応力勾配および引張応力除荷中の応力集中部における応力速度の測定を行った。

4.4.4.1 試験片

X線照射面内の応力状態が二軸状態になるように試験片両側に半径10mmの半円形のノッチを設けた試験片を製作した。

試験片形状を図4.29に示す。この試験片は残留応力を除去するために600℃、2時間の応力除去焼きなまし処理を行っている。

この試験片の静的引張負荷における応力状態を調べるため、2次元有限要素法(FEM)弾性解析を行った。使用したプログラムは既存の平面弾性問題用プログラム¹³⁾を改造したもので、定ひずみ線形三角形要素、剛性マトリックスはバンド幅法、連立方程式解法はガウス消去法を用いている。

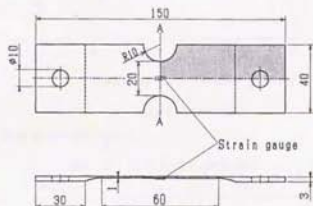


図4.29 試験片形状・寸法

Number of node = 525
Number of element = 948

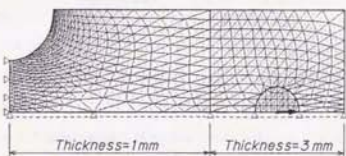
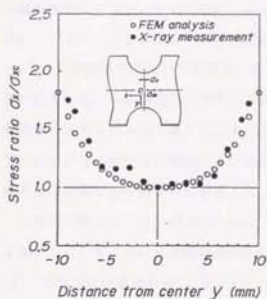


図4.30 要素分割図

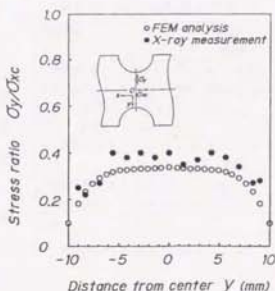
FEMの解析対象は試験片の1/4分割(図4.29の斜線部)で平面応力状態として解析した。

図4.30に要素分割図を示す。総節点数525、要素数948である。なおピンの部分は剛体としピン中心に荷重を加えている。

図4.31(a),(b)にA-A断面(図4.29参照)におけるFEM解析で得られたX,Y方向の応力比の分布を示す。応力比はA-A断面(図4.29参照)中央のX方向の応力値 σ_{xc} を基準値として表している。



(a) X方向の応力比



(b) Y方向の応力比

図4.31 試験片中央断面の応力分布

またこの試験片の静的負荷状態での応力分布をX線応力測定した。X線応力測定条件を表4.10に示す。付加応力は試験片中央部裏面にひずみゲージを貼り、300MPa（縦弾性係数206GPa使用）となるように設定した。以後付加応力という表現は試験片中央部のひずみゲージから測定した値 σ_{sc} として用いる。測定結果は各位置のX線応力値をA-A断面中央部のX線応力値で除した応力比として図4.31(a),(b)に併せてプロットした。

この図からX線応力 σ_x の分布がFEM解析結果と多少異なっているものの、全体的にはX線測定による応力比およびFEM解析結果の応力比ともに良好な一致がみられ、ノッチ底部は二軸応力状態になっていることが確認できた。

そこでFEM解析結果を参考としてX線照射面長さを決定し静的引張負荷状態でのノッチ底部の応力勾配を測定した。また引張応力除荷時のノッチ底部および試験片中央部の応力速度の測定を行い、 $\sin^2\phi$ 法による応力勾配測定法の精度を確認した。

4.4.4.2 応力勾配および応力速度の実測結果

図4.31(a)よりノッチ底から7mmの範囲で σ_x は大きな応力勾配が存在する。そこで

表4.10 応力分布の測定条件

| | |
|------------------|---|
| 特性X線 | CrK α (30 kV, 10 mA) |
| スリット | ピンホールスリット |
| X線照射面寸法 | 直径 2mm |
| X線検出器 | PSPC (1号機) 有効長さ \approx 100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 200 mm (Heガス使用) |
| 定ピーク数値 | 1024カウント |
| X線入射角(ϕ 角) | 0, 13, 19, 23, 27, 30, 33, 36, 39, 42, 45, 48, 51, 54, 57° (15 ϕ) |
| X線応力定数 K | \approx 254 MPa/deg |

X線照射面長さを7mmとし付加応力 σ_{ac} が300MPaのときのノッチ底部のX線応力測定を行い、得られた回折強度曲線の半価幅から応力変化量を推定した。X線応力測定条件および応力変化量測定に用いた ψ 角を表4.11に示す。また応力勾配をがない時の半価幅 H_{w0} は試験片を完全除荷した状態で各 ψ 角ごとに測定した。

X線応力測定から得られた $2\theta - \sin^2\psi$ 線図を図4.32に示す。 $\sin^2\psi$ 線図の直線性は良好であり、得られたX線応力値 σ_{xxx} は 403 ± 13 MPa(68.3%信頼限界)となった。

また図4.33に各 ψ 角における回折線半価幅比 R から算出した回折線移動量 $\Delta 2\theta$ と $\sin^2\psi$ の関係を示す。この線図の傾きから得られた応力変化量 $\Delta\sigma_x$ は 290 ± 39 MPa(68.3%信頼限界値)となった。

図4.34にFEMの結果($\sigma_{ac}=300$ MPaとして算出)とともにX線照射長さ7mmのX線測定結果を示す。図中の黒丸(●)はX線応力値 σ_{xxx} であり、また2つの矢印の応力差がX線照射面内の応力変化量 $\Delta\sigma_x$ を示しており、矢印の傾きが応力勾配である。

図中の斜線部はX線照射面内の応力状態を

$$\sigma_x(y) = \frac{\Delta\sigma_x}{7}(y - 6.5) + \sigma_{xxx} = 41.4(y - 6.5) + 403 \quad (4.21)$$

ただし y は試験片中心からの位置(mm)

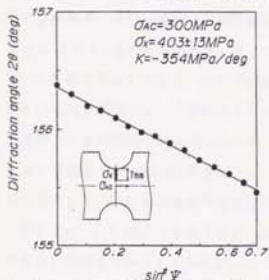


図4.32 ノッチ底部の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図

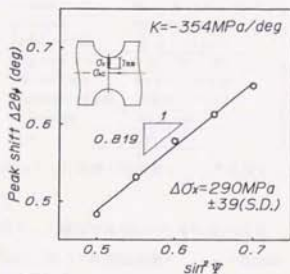


図4.33 ノッチ底部の $\Delta 2\theta - \sin^2\psi$ 線図

表4.11 応力勾配測定条件

| | |
|----------------|---|
| 特性X線 | CrK α (30 kV, 10 mA) |
| スリット | ソーラススリット(散射角0.34°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5 × 長さ7 mm ² , 長方形 |
| X線検出器 | PSPC (1号機)有効長さ100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 200 mm (Heガス使用) |
| 定ピーク計数値 | 16384カウント |
| 応力測定 ψ 角 | 0.13, 19, 23, 27, 30, 33, 36, 39, 42, 45, 48, 51, 54, 57° (15点) |
| 半価幅測定 ψ 角 | 48, 51, 54, 57° (4点) |
| X線応力定数 K | -354 MPa/deg |
| C \cdot 値 | 2.054 |

という直線関係で表した場合の95%信頼限界の範囲を示している。

一方、FEM解析によるX線照射面内の応力値を直線回帰し、X線照射長さの中央($y=6.5\text{mm}$)の位置の応力を求めると394MPaとなり、また応力勾配は35.4MPa/mmとなる。

実測による応力の推定式(4.21)におけるX線照射面内の応力平均値403MPaはFEM結果と良い一致を示しているが、実測の応力勾配(41.4 MPa)についてはFEM結果に対して17%程度大きな値となっている。

FEM解析結果におけるノッチ底部7mm内の応力状態を直線的に取り扱うのは多少

問題はあがるが、測定結果にもとづく95%信頼限界範囲内にFEMの結果がほぼ包括されている。したがってX線照射面内の応力が正確に直線の変化していない場合でも $\sin^2\phi$ 法による応力勾配測定法により近似的に応力状態の評価を行うことは可能である。

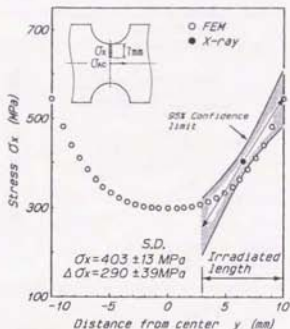


図4.34 測定応力値および応力勾配から推定した応力状態

つぎにこの試験片の引張応力除荷中のノッチ底部と中央部における応力速度の測定をX線照射寸法幅1.5mm×長さ3mmで行った。引張試験機として引張除荷中の回折線測定方法は4.4.3で述べた方法と全く同じである。回折線測定は付加応力 σ_{ac} が600MPaから300MPaの区間($\Delta\sigma_{ac}=300\text{MPa}$)で行い、各 ϕ 角とも測定時間はほぼ250secであった。

また半価幅 H_{w0} の測定は付加応力 σ_{ac} を600MPaとした状態で中央部、ノッチ底部それぞれ測定した。回折線測定条件を表4.12に示す。

図4.35に $\Delta\theta_0 \cdot \sin^2\phi$ 線図を示す。図中の傾きにX線法定数(-354 MPa/deg)を乗じて応力変動量を求めると中央部が $\Delta\sigma_x=303\pm 18\text{MPa}$ (68.3%信頼限界値)、ノッチ底部は $\Delta\sigma_x=455\pm 11\text{MPa}$ (68.3%信頼限界値)となった。表4.13に応力変動量および応力速度の測

表4.12 ノッチ底部の応力速度測定条件

| 特性X線 | CrK α (20 kV, 10 mA) |
|---------------------|------------------------------------|
| スリット | ソーラスリット(発散角0.24°) |
| X線照射寸法 | 幅1.5×長さ3 mm ² , 長方形 |
| X線検出器 | PSPC (1号機) 有効径長さ100mm |
| 試験片-PSPC距離 | 180 mm (Heガス使用) |
| X線入射角 ϕ 角 | 48.51, 54.57° (4点) |
| 回折線測定時間 (回折線ビーム射数値) | 各 ϕ 角あたり約250sec (16384カウント以上) |
| X線法定数 K | -354 MPa/deg |
| C \cdot 値 | 2.054 |

定結果を示す。ノッチ底部におけるX線照射長さ 3mm内の平均付加応力変動量をFEM解析結果から求めると、試験片中心から 8.5mm の位置の応力集中度はほぼ1.47であるので付加応力変動量 $\Delta\sigma_{FE}$ は441MPaと推定できる。また試験片中央部 3mm区間内の平均付加応力変動量はひずみゲージ値と同一で300MPaとなる。

表4.13より試験片中央部・端部における回折線半幅幅から測定した応力変動量はその位置の付加応力変動量と良い一致を示しており、また測定値の68.3%信頼限界値も小さな値となっている。

以上のことからX線照射面内が二軸応力状態においても応力変動(変化)量 $\Delta\sigma_x$ およびその変動量から算出される応力速度は精度良く測定できることが確認できた。

4.4.5 結言

繰返し4点曲げ試験中および引張応力除荷中に $\sin^2\phi$ 法による応力勾配や応力速度の実測を行い、測定精度および測定上の問題点を検討した結果、以下の結論を得た。

1) 応力集中部を有する試験片を用いて引張応力除荷時のX線応力測定を行い、得られた回折強度曲線の半幅幅比から応力勾配を求めた結果、応力集中部の応力状態を近似的に評価できることが確認された。また引張応力除荷中の応力集中部における応力速度の測定を行い、二軸応力状態下においても応力変化量 $\Delta\sigma_x$ として応力速度が数%の誤差で測定できることが明らかとなった。

2) 繰返し4点曲げ試験のように試験片-PSPC間距離が常時変動するような状態でも、

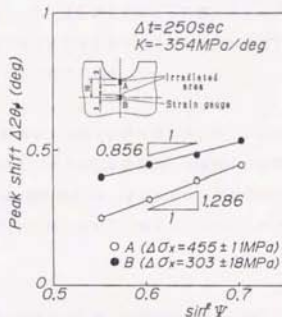


図4.35 引張応力除荷中の応力集中部における $\Delta 2\theta_x - \sin^2\phi$ 線図

表4.13 応力集中部の応力速度結果

| 試験片測定位置 | 中央部 | 端部 |
|-----------------------------------|-----------|-----------|
| 付加応力変動量 $\Delta\sigma_{FE}$ (MPa) | 300 | 441 |
| 応力度動量 $\Delta\sigma_x$ (MPa) | 303 ± 18* | 455 ± 11* |
| 平均回折線測定時間 Δt (sec) | 250 | 250 |
| 付加応力速度 (MPa/sec) | 1.20 | 1.76 |
| 測定応力速度 (MPa/sec) | 1.21±0.07 | 1.82±0.04 |
| 付加応力変動量に対する誤差 | +1% | +3% |

*: 68.3%信頼限界値

付加応力変動量に対する誤差は測定した
応力度動量の平均値の誤差

$\sin^2 \phi$ 法により測定された応力変動量は試験片-PSPC間距離変動による影響はほとんど受けない。ただし試験片-PSPC間距離の変動が極端に大きくなる場合は半価幅比の測定誤差により応力変動量の測定精度は低下するものと考えられる。

3) 高さ変動がない状態での応力速度の測定精度および測定限界を調べるため、平滑試験片の引張応力除荷中の応力変動量 $\Delta\sigma_x$ を測定し、付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ と比較した結果、測定応力変動量が小さくなるに従い信頼限界値(標準偏差)は大きくなるものの測定応力変動量 $\Delta\sigma_x$ と付加応力変動量 $\Delta\sigma_x$ の値はほぼ $\pm 5\%$ 内外の誤差で一致することが明らかとなった。

4) 半価幅比から回折角移動量を算出する際に使用するC₀値を実験的に検討した結果、数値解析で得られたC₀値2.054で良いことが確認できた。

4. 5 結言

回折線半価幅の変化からX線照射面内の回折角変化量を推定し、弾性応力の空間的そして時間的変化を求める方法を提案した。そして求められた応力変化量からX線照射面内の空間的応力勾配や動的負荷状態における時間的応力勾配(応力速度)を測定することが可能であることが検証できた。

X線照射面内の回折角が直線的に変化するとき、X線照射面各位置(応力変化がない場合)の半価幅 Hw_0 とX線照射面全体から得られる回折線半価幅 Hw の比と回折角移動量 $\Delta 2\theta$ との関係は

$$|\Delta 2\theta| = C_s \cdot Hw_0 \cdot \sqrt{(Hw/Hw_0) - 1}$$

という式で表されることが数値解析により得られ、実験的にも成り立つ。また式中の係数 C_s は回折面 $\alpha\text{Fe}(211)$ を $\text{CrK}\alpha$ 線で測定し、X線照射面内の応力が直線化する場合に 2.054 となり、実験的にもこの値が良いことが確認された。

X線照射面内の応力が単軸状態で直線の変化をする場合、単一のX線入射角での回折強度曲線からでも応力変動量の推定は可能であり、応力変動量 $\Delta\sigma_x$ とあるX線入射角 ϕ における半価幅比 Hw/Hw_0 の関係は次式で表される。

$$\begin{aligned} \Delta\sigma_x &= \left| \frac{K}{|\sin^2\phi - \nu/(1+\nu)|} \right| \cdot C_s \cdot Hw_0 \cdot \sqrt{(Hw/Hw_0) - 1} \\ &= A \cdot \sqrt{(Hw/Hw_0) - 1} \end{aligned}$$

ただし K : X線応力定数 ν : ポアソン比

しかし動的負荷応力状態により測定表面が面外変形を起こし、試験片表面とPSPC間の距離が回折線測定中に変動するような場合、単一のX線入射角で精度良く応力勾配を測定するには応力変動量と半価幅比の関係をあらかじめ校正する必要があることがわかった。

$\sin^2\phi$ 法による応力勾配測定法の基本式は次式で表される。この式より数点のX線入射角 ϕ 角における回折線半価幅比により回折角移動量 $\Delta 2\theta$ を算出し、 $\Delta 2\theta - \sin^2\phi$ 線図の傾きからX線照射面内の応力変化(変動)量を求めることが可能である。

$$|\Delta\sigma_x| = \left| K \cdot \frac{\partial(\Delta 2\theta)}{\partial(\sin^2\phi)} \right|$$

この方法はX線応力測定と併用することができ、X線照射面積内のX線応力値と応力変化(変動)量が同時に求まる。そして本方法の適用例として応力集中部の応力状態をX線応力値と応力勾配から推定した結果、X線照射面内の応力が正確に直線となっていないけれども近似的には応力分布の推定が行える。一方、引張応力除荷中の応力速度を実測した結果、その測定誤差は数%程度であり、良好な精度で測定できることが確認できた。

また $\sin^2\phi$ 法による応力速度測定法ならば回折線測定中に試験片表面が面外変形するような場合でも、X線入射 ϕ 角($\sin^2\phi$ 値)の範囲を大きく設定しない限り、測定表面とPSPC間の距離変動が応力変動量の測定値に及ぼす影響は少ないという結果が得られた。

応力変化(変動)量の測定精度や測定限界は測定条件に大きく左右され、被測定物の半幅幅 H_{w_0} 、 ϕ 角($\sin^2\phi$ 値)あるいはその ϕ 角の範囲および回折強度曲線の測定条件によって異なってくる。 $|\sin^2\phi - \nu / (1 + \nu)|$ 値が小さく、半幅幅 H_{w_0} が大きく、回折線ピーク計数値が小さくなるほど半幅幅比の測定誤差が大きくなることが予想され、正確な12%は推定しにくくなるために十分な精度で測定できる応力変化量の値(測定限界値)は大きくなってしまふ。すなわち小さな応力変化(変動)量でも精度良く測定するには正確な半幅幅測定が要求され、回折線ピーク計数値を大きく設定し、 $|\sin^2\phi - \nu / (1 + \nu)|$ 値が可能な限り大きな ϕ 角(単一X線入射法)あるいは ϕ 角範囲($\sin^2\phi$ 法)を選択することが必要となる。そして本章の実験に使用した材料の半幅幅($H_{w_0}=1.8\sim 2.1'$)程度なら測定可能な応力変動量は150~200 MPa程度以上であった。

本章で提案した回折線半幅幅比による応力勾配や応力速度測定法はX線照射面に実際に存在している空間的あるいは時間的な応力変化の測定を行う方法であり、き裂近傍の残留応力の影響を含んだ応力状態の把握や応力拡大係数などの破壊力学パラメータの非破壊的測定への適用あるいは動的負荷状態下の実働応力の準動を検討する有効な手段として期待できる。

第4章参考文献

- 1) 本田和男, 細川智生, 皿井孝明, 材料, 27, 1209(1978)
- 2) 本田和男, 細川智生, 皿井孝明, 岡本改造, 材料, 31, 210(1982)
- 3) 石田武, 蒲地一嘉, 材料, 26, 896(1977)
- 4) 平修二, 本田和男, 日本機械学会論文集, 26, 926 (1962)
- 5) 林建吉, 夏目喜孝, 材料, 21, 1118 (1972)
- 6) Y. Yoshioka and H. Majima, "Fracture Mechanics and Technology", Vol. II, p. 1573 (1977),
SIJTHOFF AND NOORDHOFF INTERNATIONAL PUBLISHERS
- 7) 矢島善次郎, 広瀬幸雄, 田中啓介, 小河弘, 材料, 32, 1345 (1983)
- 8) 後藤徹, 小西隆, 前山卓三, 下藤繁, 第24回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集,
88 (1987)
- 9) 平修二, 林建吉, 材料, 14, 14 (1965)
- 10) 木間鶴千代, "統計数学入門", p. 27(1989) 森北出版
- 11) 日本材料学会X線材料強度部門委員会, "X線応力測定法標準", p. 10 (1982)
- 12) 南 茂夫, "科学計測のための波形データ処理", p. 191(1986) CQ出版
- 13) 戸川 隼人, "マイコンによる有限要素解析", p. 112 (1982) 培風館

第5章

今後の展開

5. 1 緒言

本研究で述べてきた位置検出型比例計数管を導入した種々の測定法は動的負荷状況下の材料強度評価を行うための実験的応力解析法としてのX線応力測定法、つまり「動的X線応力測定法」の確立を目標として開発したものである。そして「応力勾配」といった従来ではX線で測定し得なかった強度パラメータの測定も可能にした。

前章まで述べてきたことを要約すると以下ようになる。

- 1) 直線型PSPCを使用することにより生じる回折強度曲線のひずみを実験的に補正する方法を提案した。
- 2) 動的負荷状況下でのX線応力測定の開発を図り、「疲労試験中の特定付加応力時の $\sin^2\psi$ 法による実働応力測定法」および「単一入射法による疲労試験中の実働応力の時分割連続測定法」を確立した。
- 3) 回折強度曲線の半価幅の変化率(半価幅比)からX線照射面内の時間的あるいは空間的応力変化を推定し、応力速度あるいは応力勾配を求める方法を確立した。

そこで本章では各章で提案した測定法の今後期待できる材料強度評価への具体的な適用法について述べる。

5. 2 溶接残留応力発生過程観察への適用

動的負荷状況下での材料強度研究対象としては疲労のような繰返し現象を伴う荷重状態のみでなく、単調増加あるいは単調減少するような負荷状態下の応力状態の把握も重要である。たとえば溶接残留応力や拘束応力は溶接割れと密接な関係があり、溶接時の加熱冷却における残留応力や拘束応力の生成過程が古くから重要な問題となっている。

そこで本節では「単一入射法による実働応力の時分割連続測定法」およびその回折強度曲線の半価幅比からの「応力速度測定法」を併用した溶接残留応力の発生過程における応力状態の動的観察法について述べる。

【従来の溶接残留応力発生過程における応力状態の検討方法】

従来より熱応力や溶接残留応力の発生過程を検討する手段としては有限要素法などの材料非線形非常解析による方法^{1) 2)}や試験片の特定距離間あるいは端部の変位から応力を間接的に推定する方法が一般的であり、応力を直接測定する実験的方法是ほとんど使用されていない。このように溶接時に発生する応力の動的観察が直接的に行えない理

由としては、試験片や環境が高温になり測定装置の熱遮蔽やセンサーの高温での性能が問題となるため、通常の材料強度研究で使用されている応力測定法（ひずみゲージ法など）が使用できない点にある。

【今回の方法と有効性】

溶接残留応力発生過程の応力や熱応力を直接観察するには非接触の方法を採用する必要がある。本論文で提案した単一入射法による実働応力の時分割連続測定法およびその回折強度曲線の半価幅比から応力速度を測定する方法はこの意味で非常に有効である。

そして溶接残留応力の発生過程における回折強度曲線測定に関しては測定基準（時間、温度）を考慮する必要があるが、測定手法は本論文の方法がそのまま適用できる。また輻射熱の影響を考えた場合、応力測定装置の設置位置は測定表面から離す必要が生じるが、ヘリウム容器を試験片-PSPC間および試験片-X線管球間に設置すれば回折X線の強度低下は生じないものと考えられる。

つぎに単一入射法による実働応力の時分割連続測定法とその回折強度曲線の半価幅比から応力速度を測定する方法を併用することの有効性について述べる。

3章でも述べたとおり実働応力の時分割測定では、各メモリーの回折X線計数にはある程度の時間を要し、得られる応力値はその回折X線計数時間 Δt 内の平均値である。

したがってX線単一入射角での回折線半価幅比による応力速度測定法を得られた回折強度曲線（+η側が望ましい）に適用すれば、回折X線計数時間 Δt 内の応力速度が測定でき応力の時間的変化状態が把握できる。

たとえば図 5.1 に示した実働応力の時分割連続測定結果と半価幅比からの応力速度測定結果の模式図において、実働応力の時分割連続測定結果のみでは実働応力の時間変化が図中の破線のように直線の変化をしているものと評価されてしまうが、応力速度を併記することにより時間に対して直線的に変化していないことが確認できる。

単一入射法による実働応力の時分割連続測定法とその回折線の半価幅比から応力速度

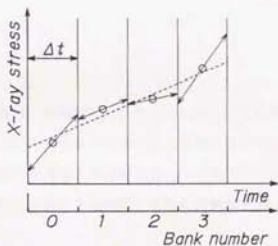


図 5.1 実働応力の時間変化と応力速度

を測定する方法の併用は本節で述べた熱応力や溶接残留応力の発生過程の観察に限らずゆるやかな動的負荷状況下の実働応力状態の測定にも有用な手法と考える。

5. 3 き裂先端近傍の応力状態評価への適用

近年、鋭い切欠きやき裂を有する構造部材などの強度は破壊力学的観点から論じられるようになり、応力拡大係数というような破壊力学パラメータが疲労き裂進展挙動の研究に頻りに適用されている^{31, 4)}。一方、構造物の保守管理というような観点からき裂の検出法やき裂の長さの測定法など実験的手法の開発も積極的に行われている。このように近年の材料強度評価にはき裂の存在を無視することはできず、き裂周辺の応力状態の解析的な把握あるいは実験的な把握が重要となる。

本論文で述べた応力勾配測定法や疲労試験中の応力測定法をき裂近傍の応力状態の測定に応用したとき、種々の情報が得られるものと考えられる。そこで以下に応力拡大係数の測定法、動的き裂開閉測定法および実構造物の有効応力拡大係数範囲の測定について述べる。

5. 3. 1 応力拡大係数の測定

【従来の方法】

従来より応力拡大係数を求める方法にはき裂長さを測定しこのデータに基づき有限要素法や解析解により推定する方法⁵⁾やコンプライアンス法に代表される破壊的な実験的測定法³⁾あるいは事故後の破面から応力拡大係数を推定するX線フラクログラフィ⁷⁾がある。しかし実構造物に発生したき裂の応力拡大係数を非破壊的に求める実験的手法はあまり見当たらない。

【今回の方法および特長】

き裂先端前方の応力勾配から応力拡大係数を推定する方法について述べる。

応力拡大係数はき裂先端前方の応力分布を決定する定数であり、図 5. 2 に示すような平面問題として考えたとき、き裂前方の応力は次式で表すことができる。⁵⁾

$$\left. \begin{aligned} \sigma_x &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) - \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \left(2 + \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \right), \\ \sigma_y &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) + \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}, \\ \tau_{xy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} + \frac{K_{II}}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right). \end{aligned} \right\} \quad (5.1)$$

ここで K_I は変形モードIにおける応力拡大係数、

K_{II} は変形モードIIにおける応力拡大係数

この式をき裂先端からの距離 r について微分すると、

応力勾配と応力拡大係数の関係は次のようになる、



図 5.2 き裂先端近傍の応力

$$|\Delta \sigma_y / \Delta r| = \frac{1}{2\sqrt{(2\pi)}} r^{-3/2} \cdot [K_I \cdot f(\theta) + K_{II} \cdot g(\theta)] \quad (5.2)$$

ここで $f(\theta) = \cos \theta / 2 \cdot (1 + \sin \theta / 2 \cdot \sin 3\theta / 2)$

$g(\theta) = \sin \theta / 2 \cdot \cos \theta / 2 \cdot \cos 3\theta / 2$

いまき裂面 ($\theta=0$) 上に限定すればき裂面直角方向の応力勾配 $\Delta \sigma_y / \Delta r$ より応力拡大係数 K_I は次式のよ
うに表せる、

$$K_I = 2\sqrt{(2\pi)} r^{3/2} \cdot |\Delta \sigma_y / \Delta r| \quad (5.3)$$

すなわち図 5.3 に示すようにき裂先端から既知の距離 r だけ離れた個所において X 線照射長さ Δr 内の

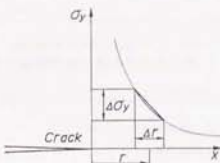


図 5.3 き裂面前方の応力分布

応力勾配 $|\Delta \sigma_y / \Delta r|$ を求めれば応力拡大係数 K_I が求められる。そこで高張力鋼HT80を想定して、応力拡大係数測定の可能性について検討する。高張力鋼HT80の疲労き裂進展第2段階における応力拡大係数範囲 ΔK_I は完全片振り ($R=0$) のとき $20 \sim 100 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ である。⁸⁾ したがって発見した疲労き裂の応力拡大係数はほぼ $20 \sim 100 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ の範囲である

として考察する。図 5.4 に $K_I=20$, 50, $100 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ を設定した場合のき裂先応力分布の算出結果を示す。図中の応力分布で平坦な部分は塑性域であり、その応力値は高張力鋼HT80の降伏点を示している。

ただしこの応力分布は塑性域補正は行っていない、

この応力分布に対して X 線照射長さ Δr を適宜設定し、図 5.4 から

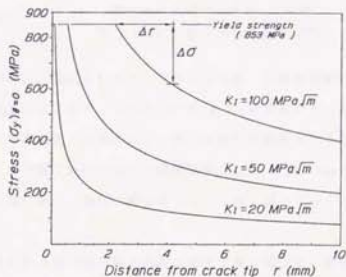


図 5.4 き裂面前方の応力分布 (σ_y)

X線照射長さ Δr 内の応力変化量 $\Delta\sigma$ を求めた結果が図5.5である。第3章で述べた応力勾配測定法ではX線照射面内の応力変化の測定限界は150MPa程度である。したがって図中の丸印(○)の領域ではそれぞれのX線照射長さ内の応力変化量 $\Delta\sigma$ は十分な精度で測定可能と推定できる。つぎに図5.5の $\Delta\sigma$ が150MPa以上の領域において、その応力勾配 $|\Delta\sigma/\Delta r|$ を求め、式(5.3)から応力拡大係数 K_I を算出した結果を図5.6に示す。いずれの K_I 値の場合も応力勾配から求めた応力拡大係数 $(K_I)_{es}$ の方が大きな値となっている。そして K_I 値が小さくなるにしたがいこの傾向は顕著に現れ、 $(K_I)_{es}$ は $K_I=100\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ で2~8%、 $K_I=50\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ で6~16%そして $K_I=20\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ では約5~25%高めの値となった。

本研究で提案した応力勾配測定法はX線照射長さ Δr 内の応力分布が直線的であることを仮定しており、特に応力拡大係数が小さな場合にはX線照射長さ内の応力変化量は測定限界(150MPa)よりは充分大きくなるが、X線照射面内の応力分布は直線に近似できない状態になるため、応力拡大係数 $(K_I)_{es}$ が真値より大きくなるものと考えられる。したがって応力拡大係数の減少に伴いX線照射面長さは小さなものが要求されることになる。この考察で取り上げたX線照射長さ Δr は0.25~2mmでありこの範囲なら実験操作上支障はないが、これ以上微小になるとX線入射スリットの工夫などが必要となる。

以上のことから実機などで発見されたき裂の応力拡大係数を測定する手順をまとめる

と以下ようになる。

以上のことから実機などで発見されたき裂の応力拡大係数を測定する手順をまとめる

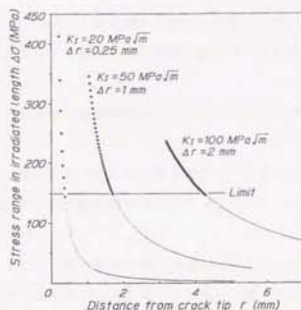


図 5.5 X線照射長さ内の応力変化量

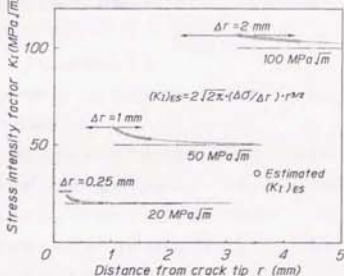


図 5.6 応力拡大係数の推定結果

- (1) X線照射長さを大きく設定し(例えば 2mm)、き裂先端から離れた位置より回折線半価幅を測定し、半価幅に変化が起こるまで徐々にき裂先端に近付けて回折線測定を繰り返す。
- (2) き裂先端まで半価幅変化がなかった場合はX線照射長さを小さくして、(1)の操作を繰り返す。
- (3) 回折線半価幅に変化があった場合、その位置で数点の ϕ 角を設定し、改めて各 ϕ 角の回折線を測定してX線照射長さ内の応力変化量を算出する。
- (4) 式(5.3)により応力拡大係数 K_I を求める。

以上、応力勾配より応力拡大係数を求める方法は応力拡大係数 $K_I=20\text{MPa}\sqrt{\text{mm}}$ 以上ならX線照射面長さ0.25mm以上を使用して測定可能であるものと考え、また先にも述べたとおり本方法により得られた K_I 値は真値に比較して大きな値となることが予想されるが、このことは発見したき裂の状態を実際より危険側に評価していることとなり強度評価の点では支障はない。

またこの方法の特長としては以下のような点が挙げられる。

- (1) r, θ を任意に数点選択して応力勾配 $\Delta\sigma_r/\Delta r$ を測定すれば混合変形モードにおける K_I および K_{II} が式(5.2)により分離して求まる。
- (2) 一般にき裂近傍に残留応力が存在するときの応力拡大係数は付加応力による応力拡大係数と残留応力による応力拡大係数の重ね合わせによって得られているが、本方法であれば残留応力の影響も包括した状態で応力拡大係数が求まる。

本方法は弾性論に基づいたものでき裂先の降伏域の存在を無視している。したがって実際の測定の際には降伏域の大きさにより応力拡大係数の精度が大きく影響されることが懸念されるが、この問題を解決すれば応力拡大係数を非破壊的に直接測定する方法として応力勾配測定法の適用が大いに有用であるものと考え。

5.3.2 動的き裂開閉口の測定

Elber は疲労き裂進展過程に付加応力が引張応力であっても疲労き裂先端が閉口していることを実験的に確認し、疲労き裂進展速度を有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} で整理する方法を提案した⁴⁾。この研究を機に国内外を問わず疲労き裂開閉口挙動の研究が多数行われ、き裂進展速度を有効応力拡大係数範囲を用いて推定可能であることが一般的な知見となっている。そしてき裂閉口現象は塑性誘起、酸化物誘起、破面粗さ誘起による圧縮残留応力に起因することも知られている。そこで疲労試験中にき裂後方の面をはさんでX線応力を測定し、動的なき裂開閉口挙動を検出する方法について述べる。

【従来のき裂開閉口測定法】

従来より使用されているき裂開閉口測定法には

- (1) 顕微鏡などの光学機器を用いる方法
- (2) き裂面をはさむ変位計あるいはひずみゲージによる観察法
- (3) CT試験片における背面ひずみ除荷弾性コンプライアンス法
- (4) 電位差法
- (5) 超音波法

などの方法が用いられている。

ここで自動的な計測手段として古くから使用されている方法は電位差法である。電位差法はき裂開閉口測定のみならずき裂発生やき裂長さの検出、そして近年では有限要素法の援用により3次元き裂形状の推定にも多く使用されている。電位差法によるき裂開閉口測定はき裂面の酸化による絶縁が憂慮されるがき裂深さ方向の情報を得るには有効である。またコンパクト試験片(CT試験片)でのき裂開閉口測定法としては背面ひずみ除荷弾性コンプライアンス法が一般的な手法となっている。しかし実際疲労試験中の動的なき裂開閉口挙動の測定に背面ひずみ除荷弾性コンプライアンス法を用いている例はほとんど見当たらず、静的あるいは準静的負荷状況下で測定している例が多い。

【今回の方法および特長】

先にも述べたように除荷時のき裂面には圧縮残留応力が存在するのが一般的である。したがってき裂先端から後方のき裂面の応力変化を動的に測定し、この測定応力値からき裂開閉口挙動を調べる方法について述べる。

夏目は疲労き裂開閉口挙動におよぼす残留応力の影響を調べる目的で、X線応力測定法を用いて静的な引張荷重の負荷過程、除荷過程における疲労き裂先端近傍の σ 、(き

裂面直角方向の応力)の応力変化を調べている⁹⁾。

その結果を図 5.7 に示す。図中で X はき裂先端からの距離で負の値はき裂後方を意味している。

き裂先端では引張荷重の増加に伴い X 線応力は圧縮から引張に転じ、最大引張荷重時には降伏点相当の値となっている。またき裂後方においては引張荷重の増加に伴って圧縮応力が急激に減少し、その後は引張荷重が増加しても X 線応力はほぼ 0MPa となっている。そしてこのき裂後方において X 線応力が 0MPa となる荷重の時、疲労き裂閉口・閉口を起こすことを確認している。

したがってき裂後方の位置の実働応力変化を本論文で提案した単一入射法による X 線応力の時分割連続測定法で測定し、実働応力が一定値になる

ときをき裂閉口または実働応力が一定値でなくなる時点を開口と判断することができる。

本測定法の特長は以下のようなことが挙げられる。

- (1) 疲労試験機を停止させずにき裂閉口測定が行え、疲労過程におけるき裂閉口挙動の変化が連続的に観察できる。
- (2) 付加応力のサンプル方法を考慮すれば、その他の実験的準備はほとんど必要としない。したがって実機のき裂に対する閉口測定法となり得る可能性がある。

本方法は X 線による測定のため表面き裂の観察には適しているが、深き方向(板厚方向)の情報は得られない。したがって電位差法などの板厚全体に対するき裂閉口測定法などと併用することにより、今後動的なき裂閉口挙動の研究に有効な手法となるものと考えられる。

5.3.3 実構造物での有効応力拡大係数範囲の測定

これまでの研究により疲労き裂進展速度は有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} で推定可能であることが一般的な見解となっているが、実構造物に対してはこの考え方に基づく残存寿命などの材料評価はほとんど行われていない。

その理由としては実構造物で検出されたき裂に対する適確な応力拡大係数の実験的測

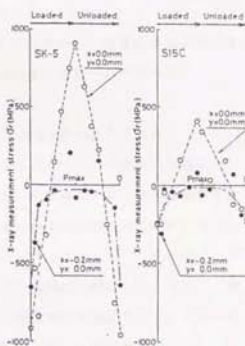


図 5.7 引張荷重負荷・除荷過程における X 線応力[文献 9)]

定法やき裂開閉測定法が見当たらないことが挙げられる。

そこで本節では本論文で述べたすべての手法を総合的に併用し、実構造物や実機に発生した疲労き裂の有効応力拡大係数範囲を実働中に求める方法について述べる。

図 5.8 に測定要領を示す。有効応力拡大係数の測定手順は次のようである。

- (1) 繰返し付加応力状態を代表すると考えられる位置にひずみゲージを張る。
- (2) き裂後方におけるき裂側面(位置 A)に対し、ひずみゲージの出力を基準として単一入射法による連続測定を行いき裂開口 ε_{00} 、あるいは閉口時のひずみゲージ値(付加応力値)を検出する。
- (3) き裂前方の既知の距離 r の位置(位置 B)でき裂開口(閉口)ひずみゲージ値 ε_{00} および最大ひずみゲージ値 ε_{max} の時の回折線間欠測定を行い、それぞれの半価幅比から応力勾配を求め応力拡大係数 K_{00} 、 K_{max} を推定する。

この結果、有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} は

$$\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{00}$$

として求めることができる。

この方法の特長としては付加応力の絶対値を正確に測定する必要はなく、ひずみゲージ出力を単にき裂開閉測定や回折線間欠測定モニター信号として使用すれば良い点が挙げられる。

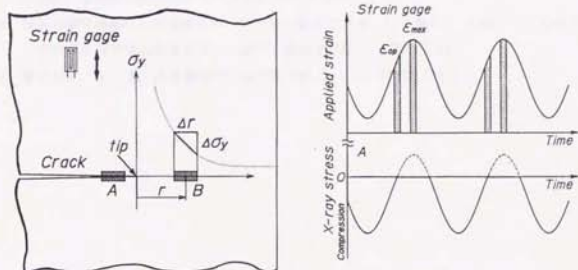


図 5.8 実構造物で発生した疲労き裂の有効応力拡大係数範囲の測定要領

5. 4 結 言

本論文で提案した疲労試験中のX線応力測定法あるいは応力速度測定法は高速信号処理技術と位置検出型比例計数管の組み合わせによる回折強度曲線の時分割測定によりはじめて実現できた手法である。そして本章では各章で提案した測定技術の併用による動的材料強度評価技術について述べた。

特に「き裂先端近傍の応力状態評価への適用」で述べた応力拡大係数測定法と動的き裂開口の測定法を実現可能とするには小さなX線照射面による回折X線強度低下を補うX線源、現場測定用のX線応力測定装置の開発などの問題点が山積しており、現時点では予想の域を脱していないが、今後、実構造物や機器の強度評価に対して本論文で得られた成果が有効に活用されることを期待し、また努力する所存である。

5章参考文献

- 1) 上田幸雄, 高橋英司, 福田敬二, 中長啓治, 溶接学会誌, 44, 466 (1975)
- 2) 上田幸雄, 福田敬二, 中長啓治, 溶接学会誌, 45, 29 (1976)
- 3) Paris, P. C. and Erdogan, F., Trans. ASME, Ser. D, 85, 528 (1963)
- 4) Elber, W., Eng. Fract. Mech., 2, 37 (1970)
- 5) 石田誠, 破壊力学と材料強度講座 “き裂の弾性解析と応力拡大係数”, p. 40 (1976), 培風館
- 6) 國尾武, 中沢一, 林郁彦, 岡村弘之 編集, “破壊力学実験法”, p. 38 (1984), 朝倉書店
- 7) 田中啓介(研究代表者), “X線フラクトグラフィによる事故破面解析手法の確立”, p. 11 (1988), 昭和62年度科学研究費補助金 研究成果報告書
- 8) 科学技術庁金属材料技術研究所, 金材技研疲れデータシート資料3 “各種アーク溶接法による溶接構造用高張力鋼溶接継手の疲労き裂伝ば特性”, p. 25 (1984)
- 9) 夏目喜孝, 宮川進, 日本機械学会論文集 A編, 55-514, 1286 (1989)

第 6 章

結 論

本研究は直線型の位置検出型比例計数管により得られた回折強度曲線の問題点を改善し、また位置検出型比例計数管によるX線応力測定法を動的負荷状況下での応力状態評価のために適用することを目的として、「動的X線応力測定法」の開発およびその確立を検討したものである。

得られた主要な結論は以下のとおりである。

- (1) 直線の位置検出型比例計数管を用いることによって生じる回折X線行路差や位置検出型比例計数管へのX線斜め入射の影響により、測定した回折強度曲線が歪むことを明らかにした。さらにこれらの影響を除去するために非晶質ガラスの散乱X線強度分布を利用した回折強度曲線の実験的補正法を提案した。

そして本方法の有効性について検証した結果、直線位置検出型比例計数管により測定した回折強度曲線の半価幅値は補正を行うことにより従来法（0次元検出器走査方式）で測定した半価幅値と等価になることが確認できた。また直線位置検出型比例計数管を用いた応力測定に際しては、各X線入射角で得られた回折強度曲線の補正処理は必要ないことを明らかにした。（第2章）

- (2) 半価幅による材料評価法のために標準半価幅基準片の確立を検討し、表面加工変質層を除去すれば硬さ基準片が転用できることを確認した。（第2章）

- (3) 位置検出型比例計数管による回折線間欠測定法を考案し、疲労試験中の特定付加応力時のX線応力を $\sin^2\psi$ 法で測定する方法を提案した。そして本方法の応力測定精度を検証した結果、静的負荷状態における測定精度と同程度であることが確認できた。

また測定に要する繰返し回数に関しては位置検出型比例計数管の使用およびヘリウムガス容器による計数率向上を図った結果、従来法による間欠測定に比較して1/4～1/5に減少させることが可能となった。（第3章）

- (4) 疲労試験中の実働応力測定の高速化と時系列測定を目的として、付加応力段階ごとの回折強度曲線を全数一括入力する方式の単一入射法による実働応力の時分割連続測定法を開発した。なお2個の位置検出型比例計数管を直列接続した回折強度曲線の同時測定法そして小型位置検出型比例計数管による計数率向上により、 $\sin^2\psi$ 法による特定付加応力時の測定に比べて1/3程度の測定繰返し回数の改善が行えた。（第3章）

- (5) $\sin^2 \phi$ 法による特定付加応力時の応力測定法および単一入射法による応力連続測定法の応用例として繰返し4点曲げ試験中の平板試験片に発生している実働応力や応力分布を測定した結果、付加応力1周期内の各付加応力段階における応力状態は8取程度までは繰返し速度に影響されず付加応力と残留応力の代数和となっており、残留応力は平均応力の効果と等価であることが実験的に明らかとなった。(第3章)
- (6) X線照射面内の応力が二軸状態で直線分布している時、複数のX線入射角における回折線半価幅比から空間的応力勾配や動的負荷状況下の時間的応力勾配(応力速度)を $\sin^2 \phi$ 法により求める方法を提案し、その検証を行った。本方法の応用例として引張応力負荷時の応力集中部の応力分布状態を推定した結果、X線応力測定と応力勾配測定法の併用により応力状態は近似的に推定可能であることが確認できた。また引張除荷中や繰返し4点曲げ試験中の応力速度を求めた結果、X線照射面内に200MPa以上の応力変動量が存在すれば応力速度は数%の誤差で測定できた。(第4章)
- (7) X線照射面内の応力が単軸状態で直線的に変化している場合は単一のX線入射角での回折強度曲線の半価幅比からでも応力速度が測定できることを明らかにした。そして単一X線入射角での応力速度測定法はゆるやかに増あるいは減する動的負荷状態下でも原理的に適用可能であるものとする。(第4章)
- (8) 本研究で提案した動的X線応力測定法や応力勾配測定法の材料強度研究への応用が期待できる具体例として、溶接残留応力発生過程観察への適用、き裂先端近傍の応力状態評価への適用の可能性について検討し、単一入射法によるX線応力の時分割連続測定と応力速度測定を併用することの有効性、応力拡大係数の測定法および動的き裂閉開口測定法の可能性について示唆した。(第5章)

以上の通り本研究で開発した「動的X線応力測定法」は疲労試験のように繰返し現象を伴う荷重状態下での実用的な動的応力測定手法として充分確立できた。さらにゆるやかに増あるいは減するような動的負荷状況下でのX線応力測定も原理的に可能であり、今後の材料強度研究の革新的な試験方法として大いに貢献するものとする。

付 録

付録 1 [特定付加応力時の回折X線間欠測定プログラム]

| | | |
|------|----------------|------------------------------|
| FE00 | PUSH AX | |
| FE01 | PUSH CX | |
| FE02 | PUSH DX | |
| FE03 | MOV AX, CS | |
| FE05 | MOV DS, AX | |
| FE07 | MOV CX, 0000 | 繰返回数の初期値=0 |
| FE0A | MOV DX, AA50 | エンコーダ信号のI/Oポートアドレス |
| FE0D | IN AL, DX | 現在のエンコーダ値の入力 |
| FE0E | CMP AL, [FE50] | n ₁ と比較 |
| FE12 | JNE FE0D | n ₁ と一致していなければ再入力 |
| FE14 | MOV AL, 4D | |
| FE16 | OUT DA, AL | 回折X線計数開始信号を出力 |
| FE18 | IN AL, DX | 現在のエンコーダ値の入力 |
| FE19 | CMP AL, [FE54] | n ₂ と比較 |
| FE1D | JNE FE18 | n ₂ と一致していなければ再入力 |
| FE1F | MOV AL, 0F | |
| FE21 | OUT DA, AL | 回折X線計数停止信号を出力 |
| FE23 | INC CX | 繰返し回数のカウント |
| FE24 | MOV AL, 5F | |
| FE26 | OUT DA, AL | busy check の準備信号を出力 |
| FE28 | IN AL, D9 | 設定ピーク計数値到達信号の入力 0=到達 1=未到達 |
| FE2A | CMP AL, 00 | 設定ピーク計数値到達のCheck |
| FE2C | JNE FE0D | 次の繰返し周期で再度計数 |
| FE2E | MOV [FE60], CX | 繰返し回数の書き込み |
| FE32 | POP DX | |
| FE33 | POP CX | |
| FE34 | POP AX | |
| FE35 | IRET | Basic へ復帰 |

メモリアドレス

- [FE50] 測定開始のエンコーダ値 n₁ 1byte ←Basicで予め書き込む
 [FE54] 測定停止のエンコーダ値 n₂ 1byte ←Basicで予め書き込む
 [FE60] 測定に要した繰返し回数値 2byte →終了後Basicで読み込む

付録2 [X線応力連続測定用プログラム]

```

0000 50      PUSH AX
0001 53      PUSH BX
0002 51      PUSH CX
0003 56      PUSH SI
0004 57      PUSH DI
0005 52      PUSH DX
0006 8CC8    MOV AX, CS
0008 8ED8    MOV DS, AX
000A 8B0E0201 MOV CX, [0102]
000E 49      DEC CX
000F 8B4001    MOV BX, 0140
0012 8B01    MOV AL, 01
0014 8807    ←MOV [BX], AL
0016 43      INC BX
0017 FEC0    INC AL
0019 E2F9    LOOP 0014
001B 8B00    MOV AL, 00
001D 8807    MOV [BX], AL
001F BA50AA    MOV DX, AA50
0022 8B1E0201 MOV BX, [0102]
0026 8A71F01  MOV AH, 011F[BX]
002A EC      ←IN AL, DX
002B 38E0    CMP AL, AH
002D 75F8    JNE 002A
002F 8B00    MOV AL, 00
0031 E6D6    OUT D6, AL
0033 8B4D    MOV AL, 4D
0035 E6DA    OUT DA, AL
0037 8B0E0401 MOV CX, [0104]
003B BE2000    MOV SI, 0020
003E BF0002    MOV DI, 0200
0041 51      ←PUSH CX
0042 8B0E0201 MOV CX, [0102]
0046 BE2001    MOV BX, 0120
0049 BA50AA    ←MOV DX, AA50
004C 8A27    MOV AH, [BX]
004E EC      ←IN AL, DX
004F 38E0    CMP AL, AH
0051 75FB    JNE 004E
0053 8A00    MOV AL, [BX+SI]
0055 E6D6    OUT D6, AL
0057 8A6020    MOV AH, 0020[BX+SI]
005A EC      ←IN AL, DX
005B 38E0    CMP AL, AH
005D 75FB    JNE 005A

```

CX←1周期の分割数(バンク数)

BX←格納番地の数値設定

[0140]~[014E]←バンク番号1~15

バンク番号設定

[014F]←バンク番号0

パラレル1/0のポートアドレス &h AA50

BX←バンク数

AH←エンコード値 n_0

AL←現在のエンコード値入力

ALとAHの比較

AL≠AHならJump

バンク番号0の設定信号を信号処理装置へ出力

回折X線計数開始命令の出力

付加応力取り込み回数設定

付加応力取り込み回数値の退避

1周期のバンク切り換え回数設定

バンク切り換えエンコード値 n_1 の設定

現在のエンコード値 n の入力

n_1 と比較

$n_1 \neq n$ ならJump

AL←バンク番号1を設定

バンク切り換え命令の出力

付加応力取り込みのエンコード値 n_{AD} 設定

現在のエンコード値 n の入力

n_{AD} と n の比較

$n_{AD} \neq n$ ならJump

| | | | |
|---------------|-----------------|---------------------------|-----------------------|
| 005F B070 | MOV AL, 70 | | |
| 0061 BAD212 | MOV DX, 12D2 | | |
| 0064 EE | OUT DX, AL | AD変換チャンネル設定 | ↑ 付加応力値 入力 ↓ |
| 0065 B001 | MOV AL, 01 | | |
| 0067 EE | OUT DX, AL | AD変換開始 | |
| 0068 BAD012 | MOV DX, 12D0 | | |
| 006B ED | IN AX, DX | ADCから入力 | |
| 006C A90080 | TEST AX, 8000 | EOCのCHECK | |
| 006F 75FA | JNE 006B | | |
| 0071 8905 | MOV [DI], AX | AD変換データの格納[0200]より | |
| 0073 47 | INC DI | AD変換値格納番地を2番地 増 | |
| 0074 47 | INC DI | | |
| 0075 43 | INC BX | バンク切り換えエンコーダ値格納番地を1番地 増 | |
| 0076 E2D1 | LOOP 0049 | 1周期分の切り換えが終了していなければJump | |
| 0078 59 | POP CX | CX←付加応力取り込み回数 | |
| 0079 E2C6 | LOOP 0041 | 付加応力測定回数分終了してなければJump | |
| 007B 8B0E0001 | MOV CX, [0100] | CX←(総測定繰返回数-付加応力取り込み繰返回数) | |
| 007F BE2000 | MOV SI, 0020 | | |
| 0082 BA50AA | MOV DX, AA50 | | |
| 0085 51 | PUSH CX | | |
| 0086 8B0E0201 | MOV CX, [0102] | 1周期のバンク切り換え回数の設定 | |
| 008A BB2001 | MOV BX, 0120 | | |
| 008D 8A27 | MOV AH, [BX] | バンク切り換えエンコーダ値nの設定 | |
| 008F EC | IN AL, DX | 現在のエンコーダ値 n の入力 | |
| 0090 38E0 | CMP AL, AH | n と比較 | |
| 0092 75FB | JNE 008F | n ≠ n ならJump | |
| 0094 8A00 | MOV AL, [BX+SI] | AL←バンク番号iを設定 | |
| 0096 E6D6 | OUT D6, AL | バンク切り換え信号出力 | |
| 0098 43 | INC BX | バンク切り換えエンコーダ値格納番地を1番地 増 | |
| 0099 E2F2 | LOOP 008D | 1周期分の切り換えが終了していなければJump | |
| 009B 59 | POP CX | CX←(総測定繰返回数-付加応力取り込み繰返回数) | |
| 009C E2E7 | LOOP 0085 | 設定繰返回数分測定してなければJump | |
| 009E B00F | MOV AL, 0F | | |
| 00A0 E6DA | OUT DA, AL | 回折X線計数停止 | |
| 00A2 5A | POP DX | | |
| 00A3 5F | POP DI | | |
| 00A4 5E | POP SI | | |
| 00A5 59 | POP CX | | |
| 00A6 5B | POP BX | | |
| 00A7 58 | POP AX | | |
| 00A8 CF | IRET | Basicへ復帰 | |

メモリアドレス

| | | |
|--------|--------------------------|--------------------|
| [0100] | ((設定繰返回数)-(AD値取り込み繰返回数)) | 2byte←Basicで予め書き込む |
| [0102] | 1周期分割数(使用バンク数)-16 | 1byte←Basicで予め書き込む |
| [0104] | 付加応力取り込み回数 | 2byte←Basicで予め書き込む |

[0120]-[012F] バンク切り換えエンコーダ値1byteずつ×16個 ←Basicで予め書き込むデータ並び [0120] [0121] [0122]・・・[012E] [012F]

| | | | | | | | |
|---------------|------------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------------|------------------------|----------------|
| | | n_1 | n_2 | n_3 | | n_{15} | n_0 |
| [0140]-[014F] | 切り換えバンク番号 | | | | | | |
| | データ並び | [0140] | [0141] | [0142] | [014E] | [014F] | |
| | | 1 | 2 | 3 | 15 | 0 | |
| [0160]-[016F] | 付加応力取り込みエンコード値 | | | | | | ←Basicで予め書き込む |
| | データ並び | [0160] | [0161] | [0162] | [016E] | [016F] | |
| | | $\frac{n_0+n_1}{2}$ | $\frac{n_1+n_2}{2}$ | $\frac{n_2+n_3}{2}$ | $\frac{n_{14}+n_{15}}{2}$ | $\frac{n_{15}+n_0}{2}$ | |
| [200]～ | 付加応力のAD変換値 (2byte×1周期分割数×付加応力測定回数) | | | | | | |
| | データ並びはAD値取り込み順 | | | | | | →終了後Basicで読み込む |

謝 辞

本論文を完成するにあたり、東京大学工学部中澤正治教授には懇切なご指導とご鞭撻を賜りました。ここに深甚なる感謝の意を表します。

また東京大学工学部矢川元基教授、宮健三教授、小佐古敏荘助教授、井口哲夫助教授にはご多忙のところ本論文をご校閲下さり、貴重なご助言とご教示を賜りました。厚く感謝の意を表します。

私が本研究の緒に就く際、法政大学工学部長谷川賢一教授、武蔵工業大学工学部吉岡靖夫教授から位置検出型比例計数管の有用性について有益なご教示を頂戴した。そして研究遂行中においても長谷川先生には信号処理装置の改造などに格別のご協力を賜り、また吉岡先生においては常に適切で親身なご指導・ご鞭撻と実験装置などのご便宜を賜りました。本研究の完成は両先生のご指導・ご協りに負うところが多大であり、厚く感謝の意を表します。

私にX線応力測定法の存在をはじめてご教示いただいた武蔵工業大学機械工学科太田省三郎教授をはじめとして浅井公屋講師、東瀬武文技士の先生方には種々のご助言・ご便宜を頂戴致しました。ここに同学機械工学科溶接工学研究室の各先生に感謝致します。

そして武蔵工業大学機械工学科松本誠臣主任教授、萩原方彦教授、榎本良輝助教授をはじめとして同科の諸先生および元同学教授榎嶋卓郎先生には研究遂行にあたり常に暖かい励ましを頂戴致しました。ここに感謝の意を表します。

また実験の遂行にあたっては、同学溶接工学研究室の「X線応力測定」のテーマに着手された卒業論文諸氏のご助力を頂きました。特に現大学院修士課程2年御園茂和氏には多大のご助力を頂きました。厚くお礼申し上げます。

実験装置の製作にあたっては同学機械工場の皆様にお世話になりました。さらに山本科学工具研究社には硬さ基準片をご提供いただき、また東急建設株式会社には本研究の一部に対してご援助をいただきました。これらの方々および各社に感謝の意を表します。なお本研究に対して文部省科学研究費補助金の交付を受けたことを記す。

