

## (2-28) X線応力測定に於けるピーク位置測定の誤差要因

住友金属工業(株) 中央技術研究所

白岩俊男

阪本喜保

## I. 緒言

X線応力測定では、被測定物の結晶粒度等の材質的条件を満足していれば、 $\sin^2\psi$ 線図は理論的に直線になる筈であるが、ピーク位置測定にバラッキがあると直線の勾配に不確定さが生じ、これがX線応力測定値の誤差になる。カウンター法による測定を考えた場合セッティング等光学系が完全でも、回折強度曲線を測定する際には統計変動が不可避であり、ピーク位置測定のバラッキとなる。X線応力測定値の誤差の殆んどはこの要因によると考えられるが、統計変動は測定条件、回折強度に影響される。ピーク位置測定値のバラッキにこれらがどう影響を与えるかは、X線応力測定値の誤差を検討する上で重要である。

この様な観点から我々は、ピーク位置決定法として広く使われている半価巾法を採った時、ピーク位置測定値のバラッキに及ぼす要因を理論的、実験的に検討した。

## II. 理論的検討

カウンター法による場合タイムコンスタント( $\tau$ )がスキャン速度( $v$ )に比して比較的小さいとき、Fig.1に示すような回折チャートが得られる。通常用いられる手順としてはこのチャートを線でえどって平均的なプロフィールを得、半価巾法によりピーク位置を求める。測定強度  $I$  での統計変動のチャート上の巾は、フルスケールを  $M$  とすれば

$$\Delta y = \frac{\Delta I}{M} = \frac{1}{M} \sqrt{\frac{I}{2\tau}} \quad (1)$$

プロフィールを線でえどることは、ある角度範囲の統計変動を平均していると考えられる。単位角度当りのサンプリング回数  $n$  は

$$n \propto 1/\tau \cdot v \quad (2)$$

従ってえどった線  $Y(x)$  の信頼区間は

$$\Delta Y \propto \frac{\Delta y}{\sqrt{n-1}} \approx \frac{1}{M} \sqrt{I \cdot v} \quad (3)$$

ピーク決定の手順を考えると、ピーク強度  $I_{(0)}$  およびバックグラウンド強度  $I_B$  を求める。回折角  $x$  の半価巾位置 ( $x_{\frac{1}{2}}$ ) 近傍のプロフィールを直線近似する。

$$Y = ax + b \quad (4)$$

$Y_{\frac{1}{2}} = \frac{1}{2}(Y_0 - Y_B) + Y_B = \frac{1}{2}(Y_0 + Y_B)$  が(4)と交わる点を求める。 $Y_{\frac{1}{2}}$  の信頼区間  $\Delta Y_{\frac{1}{2}}$  は

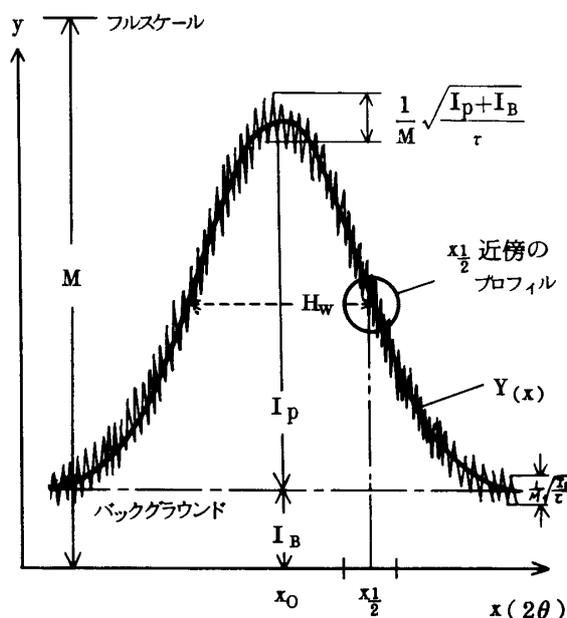


Fig.1 半価巾法によるピーク位置決定法

$$\Delta Y_{\frac{1}{2}} = \Delta \left( \frac{Y_0 + Y_B}{2} \right) \approx \frac{1}{2} \sqrt{(\Delta Y_0)^2 + (\Delta Y_B)^2} \propto \frac{1}{2M} \sqrt{(I_p + 2I_B) \cdot v} \quad (5)$$

但し  $I_p$  は回折ピーク強度で回折プロフィールはガウス分布と仮定する。

$$I = I_p \exp\{-r(x-x_0)^2\} + I_B \quad (6)$$

(4)式の  $a$  は(6)式より半価巾  $H_w$  を使って

$$a = -\frac{2 \ln 2}{M \cdot H_w} \cdot I_p \quad (7)$$

$b$  の信頼区間は  $x_{\frac{1}{2}}$  近傍 (強度  $I_{\frac{1}{2}} = \frac{1}{2} I_p + I_B$ ) の信頼区間と考えられる。

$$\Delta b \propto \frac{1}{M} \sqrt{\left(\frac{1}{2} I_p + I_B\right) \cdot v} \quad (8)$$

$x_{\frac{1}{2}}$  は(4)より

$$x_{\frac{1}{2}} = \frac{1}{a} (Y_{\frac{1}{2}} - b) \quad (9)$$

$x_{\frac{1}{2}}$  の信頼区間  $\Delta x_{\frac{1}{2}}$  は

$$\Delta x_{\frac{1}{2}} \approx \frac{1}{a} \sqrt{(\Delta Y_{\frac{1}{2}})^2 + (\Delta b)^2} \propto \frac{1}{a \cdot M} \sqrt{(I_p + 2I_B) \cdot v} \quad (10)$$

従ってピーク位置決定誤差は(7)、(10)よりとなる。

$$\Delta x_0 \propto \frac{H_w}{\sqrt{I_p}} \sqrt{\left(1 + \frac{2I_B}{I_p}\right) \cdot v} \quad (11)$$

この仮定の許では  $\Delta x_0$  はプロフィール ( $I_p, I_B, H_w$ ) 及び  $2\theta$  走査速度 ( $v$ ) に依るが、タイムコンスタントには依存しない。

### III. 実験的検討

式(11)を実験的に検証する為、中炭素鋼及び低合金鋼で熱処理を変えた各種半価巾の試料について Cr  $K_{\alpha}$  線の (211) 面回折を使って  $2\theta$  走査速度を  $\frac{1}{4}, 1, 4$  ( $^{\circ}/\text{min}$ )、タイムコンスタントを 4, 8, 16 (sec) の範囲で変化させ、又管電流を調整してピーク強度を変えた時の半価巾法によるピーク位置のバラッキを求めた。尚、チャート速度は  $2\theta$  で  $1^{\circ}$  が  $20\text{mm}$  になるよう選んだ。測定は平行ビームカウンタ法で、 $\psi=0^{\circ}$  に固定し、同一試料、同一条件で 10 回測定した時のピーク位置の標準偏差 ( $\sigma$ ) を求めた。式(11)のパラメーターで整理すると Fig.2 の如くである。バラッキは大きい、このパラメーターで一応整理できる。0 点を通らないのはゴニオメーターの精度から  $1/100$  程度の誤差がある為と思われる。 $\tau$  にはあまり関係しない。

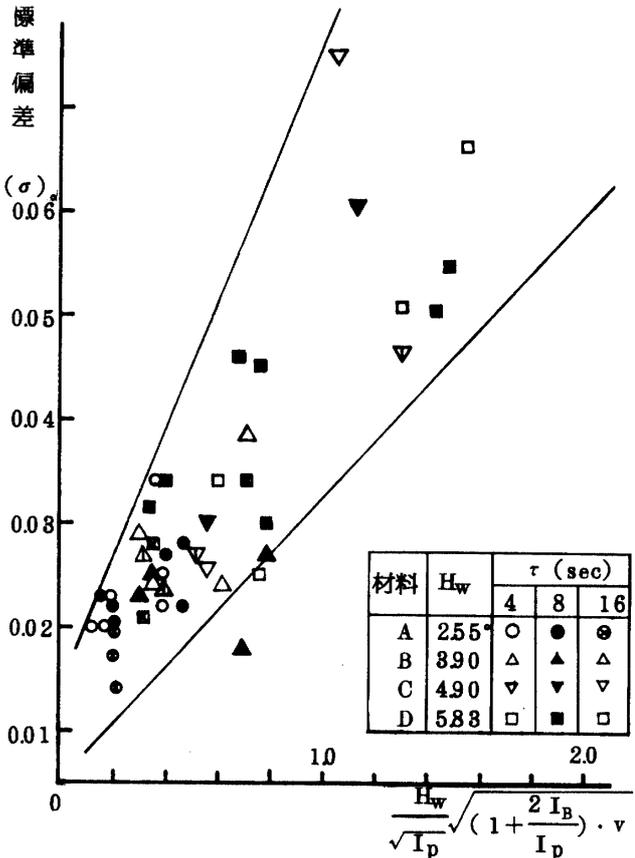


Fig.2 ピーク位置測定値のバラッキ

### N. 結語

以上の結果より、ピーク位置測定の誤差要因は(11)式の形で与えられることがわかった。X線応力測定の誤差を検討する場合の有力な手がかりとなる。尚ピーク位置そのもの、測定条件による移動についても報告する予定である。