

高温背面反射X線回折法によるひずみ測定

Strain Measurement by High Temperature Back Reflection X-Ray Diffraction

—試料加熱炉の試作—

A Controlling Atmosphere Furnace

本 間 禎 一*・細 井 祥 子*

Teiichi HOMMA and Sachiko HOSOI

1. ま え が き

高温で特殊な雰囲気中に置かれた材料中に発生するひずみを測定することはしばしば要求されることである。

ひずみを測定する方法の一つとして、背面反射X線回折法は検出感度が高く 0.01% のひずみの検出も可能であるが、高温で特殊な雰囲気中で測定することは必ずしも容易ではない。

著者らは最近背面反射X線回折法を用いて、とくに高温で $\sin^2\psi$ 法に応用できる加熱炉を試作したので本報ではそれについて紹介し、合わせて二、三の試験結果を述べる。

2. 試料加熱炉の構造

試作した加熱炉の本体は外径 34mm ϕ 、長さ 170mm ステンレス鋼製の横形円筒状であり、内部にはアルミナ

製炉心管が2重に入っている。炉心管の中央部にはX線が入り出せるための窓が開き、さらにステンレス製円筒筒本体にも窓がある。本体の窓は炉内と炉外をシャ断し、X線のみを透過させるために雲母(またはアルミニウム箔)を取付けてある。

図1に回折カメラの全体を示している。左右に2台のカメラマウントが置かれていて、その上にフィルムカセットおよび加熱炉がセットされてある。加熱炉部を除く部分は市販の背面反射カメラ(理学電機製)を利用しており、その試料支持台上に加熱炉を取付けてネジで固定できるようになっている。

試料は、加熱炉の横からそう入されるステンレン鋼製の試料保持用シャフトの先端に取付けられる。図2は、加熱炉から取出したシャフトであり、側に並べられた試料本体(A)と、試料をはさんでシャフトに固定する部品(B, C)および固定ネジ(D)を組立てた試料がシャフト

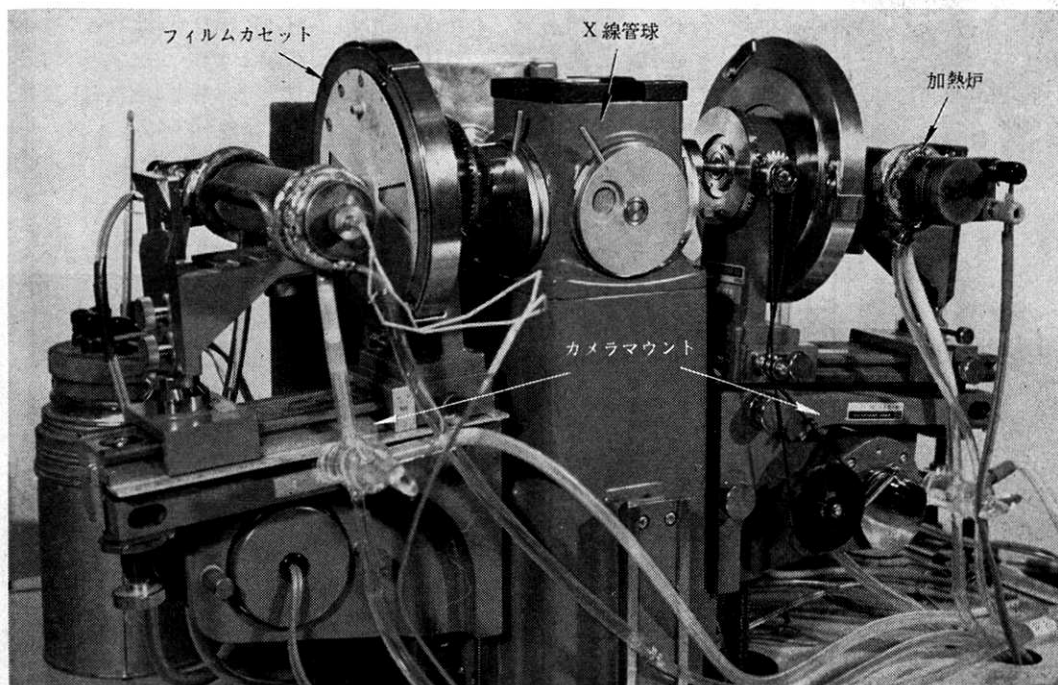


図 1

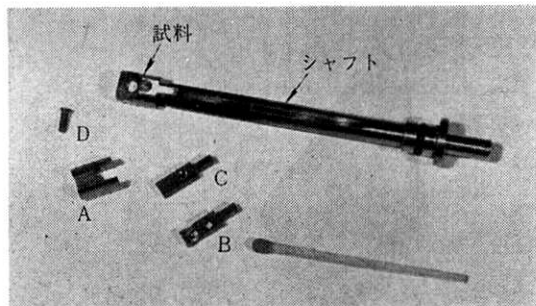


図 2

先端に取付けられている。X線は固定部品Bの小穴を通して試料Aに入射できる。この試料は1軸応力が発生するように断面形状がI字形になっている。シャフトには(向かって右側に)炉内の気密を保つためにシリコンゴムOリングが取付けられている。

試料へのX線入射角を変えるためには、シャフトの端に固定される円板による、シャフトの回転によって行なう。回転角は測角定規(市販の分度器利用)によって 1° の精度で読まれる。図3は測角部側から炉の1端を見たものである。炉の別の端からは炉内温度を測定するために保護管にそう入された熱電対が導入される(図4)。図

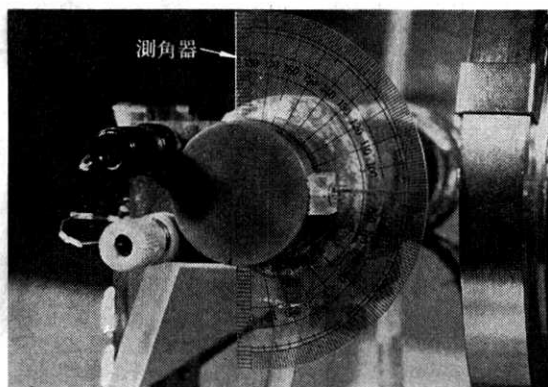


図 3

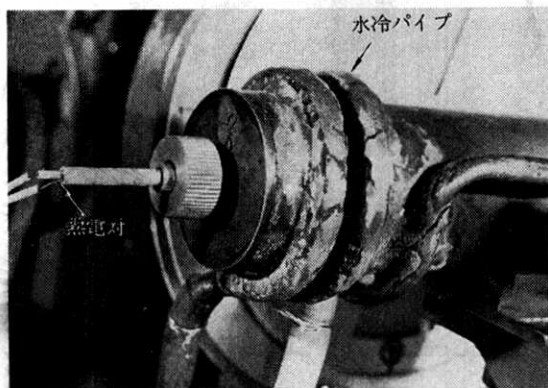


図 4

には、水冷用の銅パイプの一部が見えている。

炉の加熱はカンタル線による抵抗加熱方式であり、温度は温度調節器によって制御される。

炉内の温度分布を良くして均熱部分を大きくするために2重炉心管構造となり、この炉心管に開けられたX線取出窓を可能な限り小さくしたので、本装置で測定できるX線回折角は $2\theta > 150^\circ$ である。

3. 二、三の試験結果

図5は軟鋼試料を用いて、炭酸ガス雰囲気中で 400°C に加熱した際の熱膨脹による回折環の変化を示したものであり、撮影はクローム $K\alpha$ 特性X線を用いて、鉄の(211)回折線によった。撮影条件は、管電圧30kV、管電流15mA、 $1\text{mm}\phi$ シングルピンホールコリメータを用い、試料フィルム間距離50mmで集中法によって10min露出した。フィルムはフジ200X線用フィルムを用いた。

既知の格子定数と熱膨脹係数の値を用いて、試料フィルム間距離の正確な決定と温度の校正を行なうことができる。

図6はタンタルの板状試料を用いて、加熱によるひずみ発生挙動を観察したものである。この場合に、試料はアルゴンガス中で 370°C に加熱され、次いで酸化性雰囲気に変えて酸化を進行させながら金属試料内に発生するひずみを 45° 単一法で測定した。

同図から、(220)回折線の直径が時間経過につれて大きくなり、ひずみに異方性が現われてくるのが認められる。これはタンタルの格子中に酸素が拡散侵入してゆき酸素固溶体の中で TaO_y 擬酸化物へのマルテンサイト形変態が起こるためであるとして説明されている現象によるものである。

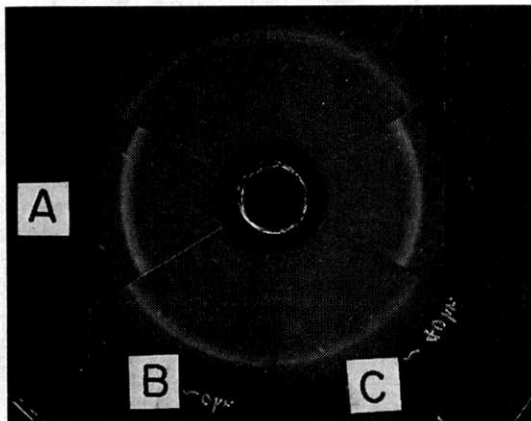
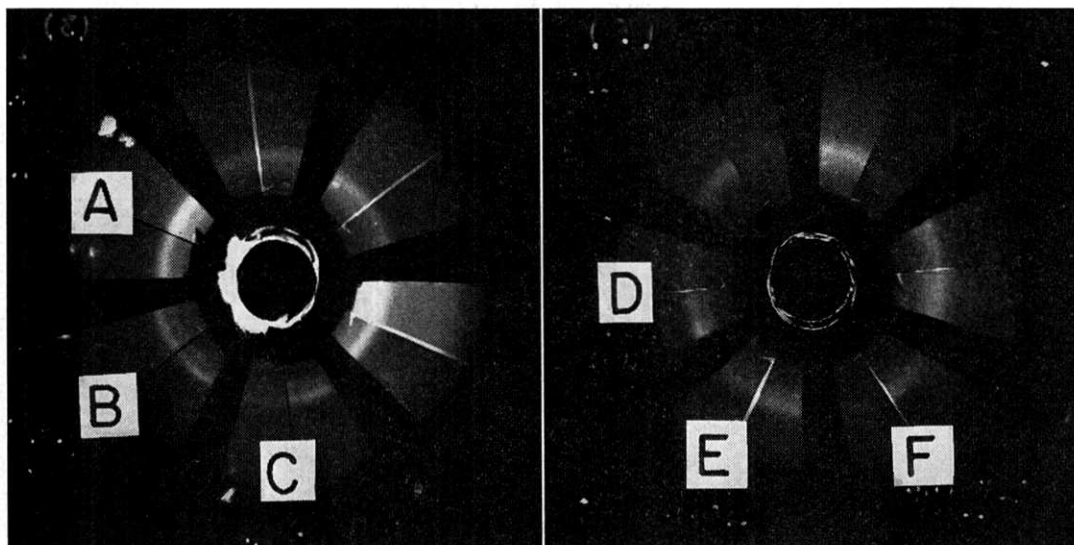
A: 室温, B: 400°C , 0hr, C: 400°C 40hr

図 5



A: 室温, B: 370°C 0min, C: 370°C 10min

D: 370°C, 160min, E: 370°C 220min
F: 同上, $\Psi=0^\circ$

図 6

4. 結 び

加熱炉の調整および試験の結果, 約 700°C までの加熱が可能であり, 45° 単一法を用いれば標準試料を用いることなしに応力成分の測定が可能であることが明らかと

なった。

最後に, 本加熱炉の本体部の製作を担当された生産技術研究所試作工場およびセラミックの超音波加工を担当された鈴木理研工業に感謝の意を表します。

(1971年4月21日受理)

(12 ページより続く)

参 考 文 献

- 1) A. Szalay: Z. physik. Chem. A 164 (1933) 234; Phys. Z. 35 (1934) 293, 639.
- 2) G. Schmid und O. Rommel: Z. physik. Chem. A 185 (1939) 97; Z. f. Elektrochem. 45 (1939) 659.
- 3) G. Schmid: Physik. Z. 41 (1940) 326; Z. physik. Chem. A 186 (1940) 113.
- 4) G. Schmid und E. Beutenmüller: Z. f. Elektrochem. 49 (1943) 325; 50 (1944) 209.
- 5) R. O. Prudhomme et P. Grabar: J. Chim. phys. 46 (1947) 667.
- 6) A. Weissler: Phys. Rev. 75 (1949) 1313; J. Appl. Phys. 21 (1950) 171.
- 7) H. H. G. Jellinek and G. White: J. Polymer Sci. 6 (1951) 745, 757; *ibid.* 7 (1952) 21, 33.
- 8) M. Okuyama and T. Hirose: J. Appl. Polymer Sci. 7 (1963) 591.
- 9) S. Akiya, O. Nomoto and S. Okui: J. Pharm. Soc. Japan 69 (1949) 133.
- 10) R. S. Porter, M. J. R. Cantow and J. F. Johnson: J. Appl. Polymer Sci. 11 (1967) 335.
- 11) W. B. Smith and H. W. Temple: J. Phys. Chem. 72, No. 13 (1968) 4613.