

X線回折における強度補正と統計変動について

1. はじめに

[前回](#)では、X線強度固有の統計変動による積分強度のばらつきの大きさを計算で求める方法を紹介しました。ここで、積分強度を利用した材料評価としては、残留オーステナイトの測定が挙げられます。X線回折を用いた鋼の残留オーステナイト量の測定は、マルテンサイト相（ α 相）とオーステナイト相（ γ 相）の回折X線強度分布の積分強度から求めます。

さて、鋼の残留オーステナイトの体積はマルテンサイトの体積に比べて少ないため、マルテンサイトとオーステナイトで測定時間（プリセットタイム）を変えて回折X線強度分布を測定するのが一般的です。 α 相と γ 相でプリセットタイムを変えて測定した結果から残留オーステナイト量を求めるには、見かけ上、同じプリセットタイムの結果となるよう、少なくとも α 相と γ 相いずれか一方のX線強度の補正が必要となります。

ここで、X線強度の補正を行った回折X線強度分布から求まる積分強度については、X線強度固有の統計変動によるばらつきをもちます。そこで今回は、X線強度を補正したときの積分強度のばらつきの大きさを求める方法について紹介します。

2. X線強度を補正したときの積分強度のばらつき

ここでは、測定で得られたX線強度を N 倍に補正したときの積分強度のばらつきの大きさを求めます。記号や式番号については[前回](#)と同じとし、前回と異なる式だけ式番号にプライム「'」を付けて表すこととします。

まず、バックグラウンド補正、LPA補正および N 倍に補正したときのX線強度 z_i は、式(4)に計数 N を付けて

$$z_i = liN(y_i - E_{iy0} - F_{iy_{n+1}}) \quad (4')$$

と表せます。ここでは、 N を強度補正係数と呼ぶことにします。

式(4')を式(6)に代入して式(9)を計算します。はじめに、 $i=0$ については

$$\partial I \partial y_0 = -cN \sum liE_i \quad (10')$$

となります。次に、 $i=1 \sim n$ については

$$\partial I \partial y_i = cNi \quad (11')$$

となり、さらに、 $i=n+1$ については

$$\partial I \partial y_{n+1} = -cN \sum liF_i \quad (12')$$

となります。式(10')～(12')を式(9)に代入すると

$$\sigma^2 I = c^2 N^2 [(\sum liE_i)^2 y_0 + \sum Li y_i + (\sum liF_i)^2 y_{n+1}] \quad (13')$$

を得ます。式(13')において、強度補正係数 N を k 倍にすると、 I の標準偏差 σI も k 倍にな

ることが分かります。

3. 実験方法

「[X線応力測定における応力値のばらつきについて](#)」の2節において、プリセットタイム 10s および 100s に対して同条件で 100 回測定した純鉄の回折 X 線強度分布を使って積分強度を計算しました。積分強度の計算には、回折 X 線強度分布のデータのうち回折角が 150～164deg の範囲を用いました。X 線強度はバックグラウンド、LPA 因子、強度補正係数 N で補正しました。 N は 1/4、1、4 としました。1 回ごとの回折 X 線強度分布から式(13')で求めた積分強度の標準偏差と、100 個の積分強度の標準偏差を比較しました。

4. 実験結果および考察

表 1 および表 2 に、プリセットタイム 10s および 100s について種々の強度補正係数 N に対する

①100 個の積分強度の平均値とその 95%信頼区間

②一回ごとに式(13')から求めた積分強度の 95%信頼区間の 100 個の平均値

を示しました。表 1 および表 2 において、①と②の 95%信頼区間が近い値を取っており、式(13')から求まるばらつきの実際のばらつきを良く表していることが分かります。さらに、式(13')で示したように、①と②の 95%信頼区間が N に比例して変化していることが分かります。これらの結果より、式(13')は強度補正した積分強度のばらつきの評価に有効と考えられます。

表 1 X線による積分強度とその 95%信頼区間 (プリセットタイム 10s)

強度補正 係数 N	①100 個の積分強度		②1 回ごとに解析的に求めた積分強度の 95%信頼区間
	平均値, counts · deg	95%信頼区間, counts · deg	100 個の平均値, counts · deg
1/4	1868	±55	±44
1	7470	±218	±178
4	29880	±872	±711

表2 X線による積分強度とその95%信頼区間 (プリセットタイム 100s)

	①100個の積分強度		②1回ごとに解析的に求めた積分強度の95%信頼区間
強度補正係数 N	平均値, counts · deg	95%信頼区間, counts · deg	100個の平均値, counts · deg
1/4	15731	±142	±129
1	62922	±570	±518
4	251688	±2280	±2071

問い合わせ：新潟県工業技術総合研究所

県央技術支援センター 齋藤 雄治

TEL : 0256-32-5271 FAX : 0256-35-7228