

山形大学工学部技術部
機器分析技術室 佐竹忠昭

1. はじめに

金属材料など、結晶性材料の特性は、組織や化学成分に左右されることは言うまでもないが、材料を構成する結晶粒の方位分布も特性に大きく影響する。一般に、多結晶材料は、ある程度の特定位に結晶粒が配向した組織、すなわち、集合組織を有している。鋳造、塑性加工、再結晶など、あらゆる加工行程で集合組織が形成される。これらの集合組織に起因して、材料特性に種々の異方性が現れる。

近年、集合組織の測定には、主としてX線による方法と、EBSP法が利用されている。本稿では、X線を利用した集合組織の測定法の中でも最も普通に利用されているschultzの反射法を紹介する。

2. X線による集合組織の測定法

1) 試料の準備

最も一般に利用されているschultzの反射法では、試料を直径30mm程度の円盤とし、金属材料の場合、表面を電解研磨あるいは化学研磨で仕上げるのが一般的である。機械研磨のみの仕上げでは、試料表面層に研磨による集合組織が現れることがあり、アルミニウムのような柔らかい金属の場合には注意が必要となる。

厚さは、X線が透過しない程度にする。通常は0.2mmより厚く、上限は試料保持具によって決まる。

2) schultzの反射法

Fig. 1にschultzの反射法の測定原理を示す。試料の配置は、圧延材であれば圧延方向をディフラクトメータ軸と一致させる。schultz スリットとよばれる1mm程度の水平スリットにより、上下方向の幅を制限した発散X線束を試料に入射し、表面から出てくる回折X線の全強度を測定する。X線源は一般に点焦点とし、集中法を満足する光学系となっている。このため、試料に入射するX線束の幅は発散スリットにより決められる。

試料を水平位置から、回折角 θ だけ傾けて設置し、計数管を 2θ の位置に固定する。この位

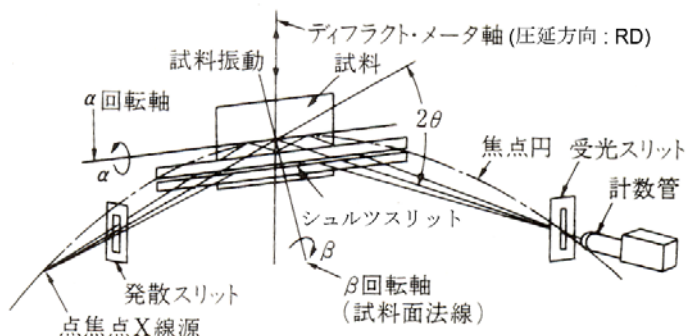


Fig. 1 schultzの反射法による集合組織の測定

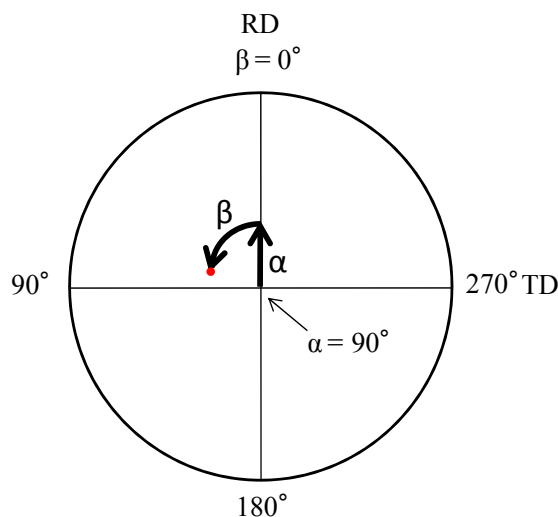


Fig. 2 回折強度のポーラーネット上へのプロット(極点図)

置を $\alpha = 90^\circ$ と定義して、角度 α 回転の後、 β 回転を 360° 実施する。この時の回折X線強度(回折面の存在量)を連続的に測定する。通常 α 、 β ともに 5° ステップで実施する。

この際、十分な数の結晶粒から回折線を得るため、試料面内で揺動をかける。

schultzの反射法では α 回転に伴う強度補正は原理的に必要としないが、実際には傾斜角が大きくなると焦点ずれが起こり、回折線が相当に広がる。このため、受光部で回折線がカット

されることになり、強度補正が必要となる。この場合、ランダム試料との比較あるいは理論式に基づく計算による補正を行う。また、schultzの反射法では、測定可能な α の範囲は回折角に依存せず、装置上の制限でのみで決まる。このため、広範囲の α について測定可能であるが、スリットに当たるなど装置上の制約と α の高角度領域の回折強度の低下から $\alpha=90\sim 15^\circ$ が限界となる。

集合組織は、各 α と β に対応するX線強度(回折面の存在量)にバックグラウンド補正や平滑化、規格化处理等の補正をかけた後、ポーラーネット上にプロットし、回折強度の等高線を引くことにより表現する。得られた図を、目的とした回折面に対応する部分極点図と呼ぶ。これは 15° 以下の α 領域が測定できないための呼称であり、全面を測定するためには反射法で測定できない領域を透過法で測定し、結合しなければならない。この結果得られる極点図を完全極点図と呼ぶ。しかしながら、透過法では試料をX線が透過可能な厚さまで薄くする必要があり、バルクな試料の場合には手間がかかる。

極点図の測定は、最近では自動化が進んでおり、データの収集や作図はコンピューターにより自動的に行われる。

3. 測定例

Fig. 3に工業用純Al A1070の{111}、{110}、{100}極点図を示す。試料には冷間圧延後、3/4硬質の一部焼きなましが行われている。組織は再結晶には至らず、回復段階にある。測定には(株)理学のRINT2200を使用し、附属の集合組織測定用ソフトを使用した。条件は、40kV、30mA、広い領域からの回折線を測定するため10mmの揺動をかけながら測定した。

測定後、平滑化、バックグラウンド補正、吸収補正後、最終的に規格化处理を施した。Fig. 3下部の数値は規格化強度を示す。

同図より、本試料は典型的な純アルミニウムの圧延集合組織を示していることが分かる。すなわち、集合組織はCu方位{112}<111>からS方位{123}<634>を経て、Bs方位{011}<211>へ連なるファイバーが形成されていると判断される。また、最大の規格化強度16と得られた。

4. まとめ

本稿では、X線による集合組織の測定法を簡単に紹介した。結晶性材料を研究されている方々の参考になれば幸いである。

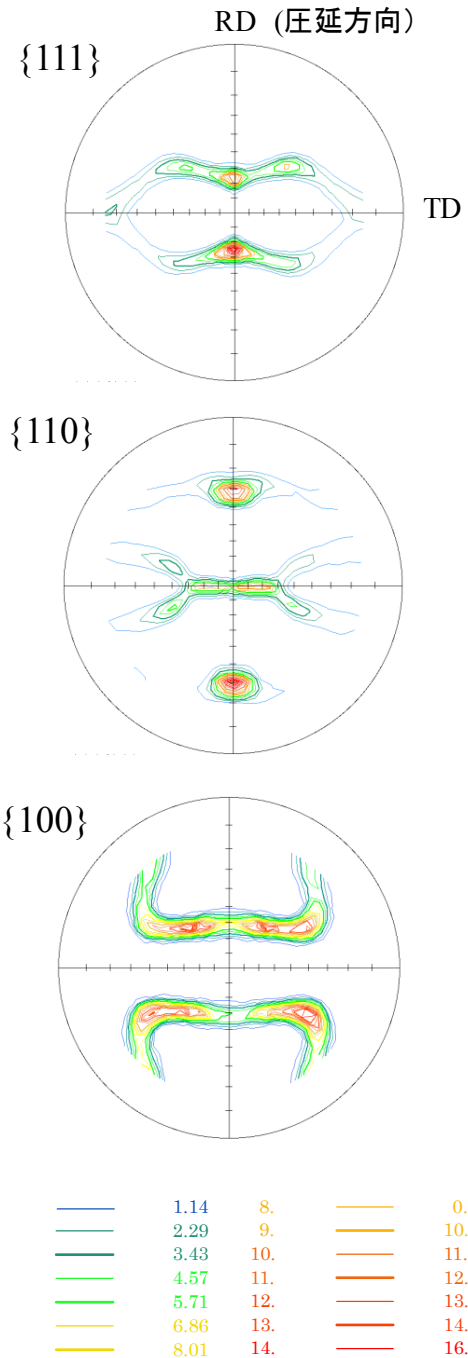


Fig. 3 工業用純Al A1070の極点図

日頃からご指導いただいている 本学
武田武信 教授に感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 井上博史, 稲数直次: 軽金属, **47**(1997)246.
- 2) 井上博史: 高温学会誌, **26**(2000)3.
- 3) 長嶋晋一: “集合組織”, p9(1984)丸善.
- 4) 理学電機株式会社 X線研究所編: “X線回折ハンドブック”, p94(1999)理学電機.