

放射光を利用した結晶粒を直接投影する高速・高分解能極点図法の開発と電磁鋼板、薄鋼板の高温観察への応用

Development of a New Pole Figure Method for Directly Projecting Crystal Grains with High Speed and High Resolution Using Synchrotron Radiation and Its Application to Observe Electrical Steel Sheets and Mild Steel Sheets at High Temperature

川崎 宏一⁽¹⁾ 岩崎 博⁽²⁾ 島津 高英⁽³⁾ 吉永 直樹⁽⁴⁾
Koichi *Hiroshi* *Takahide* *Naoki*
 KAWASAKI IWASAKI SHIMAZU YOSHINAGA

佐久間 康治⁽⁵⁾ 菊池 利治⁽⁶⁾
Yasuharu *Toshiharu*
 SAKUMA KIKUCHI

抄 録

放射光(SR又はSOR)の高輝度性とイメージングプレートの高感度性を利用し、考案を重ね、結晶粒1個1個が投影できる高速・高分解能極点図法を開発した。これは従来実現不可能とされていた“直接極点図法”であり、従来のpoint-by-point法を動的解析及び局所解析に拡張するものである。更にX線用加熱炉を開発し、高エネルギー物理学研究所放射光実験施設において高温での電磁鋼板の二次再結晶過程を観察し、ゴス方位粒が爆発的に成長していく様子をとらえた。また、薄鋼板のオーステナイト域における高温集合組織の測定を行い、変態集合組織の形成機構についての知見を得た。更に、圧延～再結晶によるAl合金の極点図の変化も検出され、一次再結晶過程の観察も可能であることを示した。この方法は再結晶研究及び高温・微小領域・粗大粒極点図の測定に活用が期待される。

Abstract

Taking advantage of the high brilliance of synchrotron radiation and the high sensitivity of an Imaging Plate, a new pole figure method was developed for projecting crystal grains directly with high speed and high resolution. This direct method replaced the traditional indirect point-by-point pole figure method, and an application field can be extended to dynamic and local area studies. Combining with a furnace for X-ray study, dynamic observation of secondary recrystallization process of electrical steel sheets was carried out at Photon Factory, National Laboratory for High Energy Physics, and explosive growing process of Goss-oriented grains was observed. Furthermore, Austenite pole figures of mild steel sheets were measured at high temperatures, revealing the formation mechanism of transformation texture. Also primary recrystallization process was studied: for example, changes in projected patterns of aluminum alloys during rolling and recrystallization.

1. 序

現代の工業技術社会においては種々な“材料”が用いられているが、それらの大部分は金属及び合金である。これらの材料は板状の形をしていることもあるし、線状のこともある。また複雑な形状に加工されることもある。いずれの場合も材料は多結晶状態であるが、結晶粒の方位がどのような分布をしているかは製造工程によって様々である。板状材料の場合、鑄塊(Ingot)の状態から出発して、圧延、加熱が繰り返され実用に適する厚さに到るが、これらの工程を経るごとに結晶粒の方位分布は圧延集合組織といわれる状態に

なったり、再結晶集合組織と呼ばれる状態になったりする。一方、材料の加工特性、磁気特性、電気特性などは結晶粒方位分布によって大きな影響を受けるので、望ましい方位分布が実現するように製造工程において工夫がなされている。

ところで、材料の結晶粒方位分布を表示する方法に極点図(pole figure)法がある。その原理については文献(1)に詳しく記述されているが、簡略に表現すれば、結晶粒の特定の原子面、例えば面心立方格子の111面、の法線の極の位置を極点球の表面上に表わしたものである。図1はAlの圧延板の従来法による111極点図である²⁾。

⁽¹⁾ 技術開発本部 先端技術研究所 解析科学研究所
 主任研究員 学博

⁽²⁾ 高エネルギー物理学研究所 放射光実験施設 施設長
 現立命館大学 理工学部 教授 理博

⁽³⁾ 技術開発本部 広畑技術研究所 主任研究員

⁽⁴⁾ 技術開発本部 鉄鋼研究所 鋼材第一研究部 主任研究員

⁽⁵⁾ 技術開発本部 君津技術研究所 主任研究員 工博

⁽⁶⁾ 技術開発本部 先端技術研究所 工長

図においてRDは板の圧延方向(Rolling direction), TDは板幅方向(Traverse direction)である。紙面に垂直な方向が板面の法線方向である。このような極点図を実験的に決定する一般的な方法はX線回折法である¹⁾。試料を回折計の中心に置き、X線計数管を特定の原子面からのブラッグ反射が観測される角度位置に固定し、回折計の試料回転機構を用いて試料の方位角、極角を変化させつつブラッグ反射の強度を測定する。そして強度を極点球の表面上に記録し、等高線で強度の分布を表示する。このような測定法はpoint-by-point法であり、通常X線源を用いて行うとすれば約1時間を要する。特に方位角、極角を細かく分解した分布を見ようとすれば日単位の仕事となる。

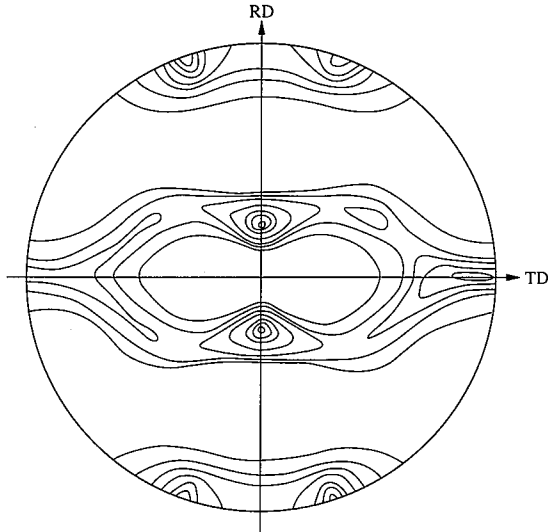


図1 Alの冷間圧延板のpoint-by-point法による111極点図²⁾

材料研究においては結晶粒方位分布が加熱などによって急速に変化する様子を追跡することにより、材料特性変化のメカニズムを解明する必要がある。ところが実験室X線源を用いたpoint-by-point法ではこのような追跡は不可能である。著者は放射光の高輝度性を活用したX線回折研究を行っているが、高感度の二次元検出器を採用することにより材料の結晶粒方位分布変化の動的観察を可能にする方法を開発し、それを電磁鋼板の高温における二次再結晶過程の観察に応用することに成功した³⁾。本報においてはまずAl合金の例を紹介しながら測定法について説明し、次に薄板も含めた応用の結果を述べる。最後にこの測定法の更に広範な応用の可能性について触れる。

2. 高速・高分解能極点図法の原理

著者らが開発した高速・高分解能極点図法の原理説明図を図2に示す³⁾。極点球(Sphere of poles)とEwald球(Ewald sphere)との交線上にある法線の極に対応する原子面がブラッグ反射を起こすが、それは円弧の形となって図の右上方に置いてあるイメージングプレート⁴⁾に投影記録される。イメージングプレートは新しい二次元検出器で高い検出感度を持つ⁵⁾。このとき測定しようとする原子面以外の原子面からも同時にブラッグ反射が生ずるので、それらを除外するために検出器の前に円弧型の開口部を持つスクリーンを置く。この配置においてEwald球を回転させて(実際には試料を回転させて)極点

球との交線を移動させ、この回転運動に同期してイメージングプレートを平行移動させると、極点球面上の強度分布がイメージングプレートの面上に記録される。つまり、Ewald球が走査した範囲の極点図がイメージングプレート上に転写される。当然のことではあるが、球面上の分布を非球面上に転写するのであるから極点図の形に歪が導入されるし、回転速度の大小によって走査方向における極点図の尺度に大小が現れる。しかしこれらは測定結果の解釈に本質的な困難を導入するものではなく、必要があれば幾何学的補正を施して歪のない極点図に変換することは可能である。

図3(a)は単色化された放射光(波長0.06nm)を入射線とし、イメージングプレートを用いて本法により記録したAl合金冷間圧延板(厚さ1mm)の透過極点図(部分)である。Ewald球の回転角度範囲は

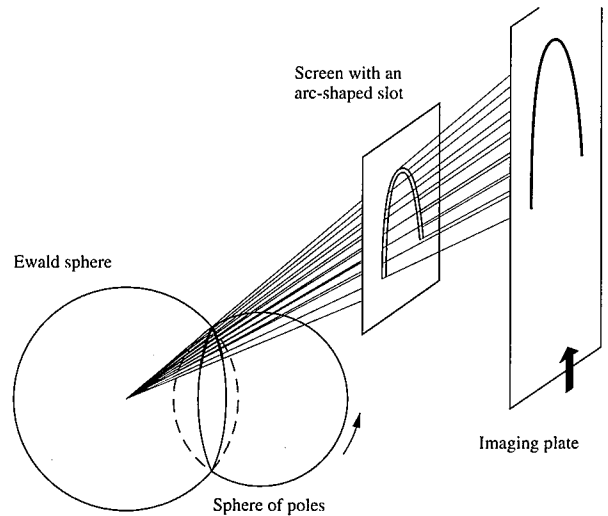


図2 高速・高分解能極点図法の原理説明図

40°である。この測定において走査した領域を図3(b)に示す。等高線表示の図1(部分)を再掲し破線で示した。本材料はAl合金であるが低合金のため、図3(a)に示した本法による極点図はpoint-by-point法による図3(b)のAlの極点図と冷間圧延状態ではほとんど同一で、北極近傍の二つの方位集積のピークとそのすぐ下方にある空白地帯が明瞭に捕らえられている。Ewald球の回転角度範囲を大きくすれば図3(b)の走査領域を示す扇形の上下の幅が厚くなるし、スリット開口部の長さを大きくすれば扇形の広がりが大きくなる。図3(a)のパターンを得るのに要した時間は80sという短さであり、放射光の高輝度性がいかに発揮されている。もう一つの例として写真1にAl合金の再結晶板について常温で測定した本法による極点図(部分)を示す。走査した領域は図3の場合と同じである。約800Kでの再結晶により集合組織が一変し、図3(a)において空白であった領域に集積のピークが移動していることがみてとれる。ここで注目すべきは図3(a)では個々の結晶粒からの反射が分解されずに記録されているのに対して、写真1では再結晶による粒成長の様子が明瞭に写し出されていることである。もしこの二つの試料をpoint-by-point法で測定し、等高線で結晶粒方位分布を表示したならば二つの試料の相違は方位の集積のピークが移動したことしか表さないであろう。しかし、本法による投影極点図では、圧延直後は結晶粒が小さくしかも圧延歪が導入されていて極点図は連続的な濃淡模様となっているのに対し、再結晶すると粒が成長し歪も解放され

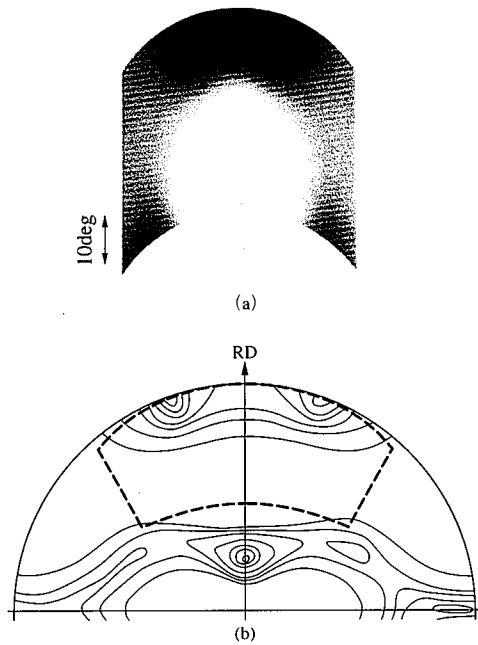


図 3 (a) Al合金冷間圧延板(厚さ1 mm)の本法による111常温極点図(部分) 試料回転角度範囲: 40° , 投影時間: 80s, (b): (a)の走査領域 図1を再掲し破線で示した。

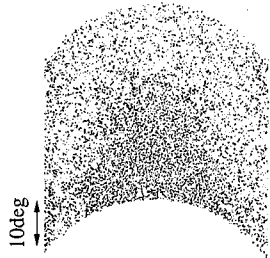


写真 1 Al合金の再結晶板(厚さ1mm)の本法による111常温極点図(部分)

て極点図は斑点の集合に変わっていることまでも示している。これは本法の空間分解能及び角度分析能の高さによるもので、材料の状態をより正確に伝えている。

なお、文献を調査してみると図2に示した極点図の二次元的記録のアイデアはGuinier⁹⁾などによって1950年前後に提案されている。しかし、通常のX線源とX線用フィルムを用いたのでは一枚のパターンを得るのに長時間を要し、実用化されるに到らず、これらは埋没されたまま経過していた。

さて放射光を用いることにより極点図(部分)が分単位の時間で記録できるとなると材料の結晶粒方位分布の変化を実時間で追跡することが可能となる。すなわち図2においてEwald球の回転運動(実際は試料の回転運動)を繰り返させ、一方長尺の二次元検出器を一方方向に連続的に移動させることにより、極点球面上の同一角度範囲の極の分布が時間を追って記録されるのである。これが著者の開発した結晶粒方位分布の動的観察を可能とした高速・高分解能極点図法である。次章においてその具体的な実験配置について説明する。

3. 実験方法

高速・高分解能極点図法の装置概念図を図4に示す。高エネルギー物理学研究所放射光実験施設の2.5GeVリングのビームラインBL-3 A⁶⁾に設置してあるX線四軸回折計⁷⁾の試料部に高温加熱炉を装着した。試料を入れた加熱炉を回折計の ϕ 軸の機構を用いて回転させる。それと同時に二次元検出器の移動を回折計の 2θ 軸の回転機構を用いて行う。

動的観察用高温加熱炉は電磁鋼板を実際の熱処理工程と同じ環境下に置いて観察するために開発した。試料は厚さ0.2mm、長さ70mm、幅10mmの板状である。試料温度の測定には熱電対を使用し、PID制御方式により温度保持中の目標温度に対する変動を1233Kにおいて ± 1 K以内とした。試料の均熱性は1233Kにおいて、5 mm \times 5mmの面積で ± 2 K以内である。二次再結晶に対する引張歪の影響を調べるために、加熱炉に引張歪を加える機構を附加した。加熱中、炉内を中性雰囲気を保つ必要があるのでアルゴンガスを流すようにした。

写真2は測定装置の写真である。中央に見えるのが回折計に搭載した加熱炉である。また円弧型の開口部を有するスクリーン、そしてイメージングプレートを張付した湾曲ホルダーが見える。試料からスクリーンまでの距離は200mm、検出器までの距離は310mmである。ここで検出器として用いたイメージングプレートは幅200mm、長さ400mmの大きさである。

BL-3 Aは偏向電磁石からの放射光を利用するビームラインで、

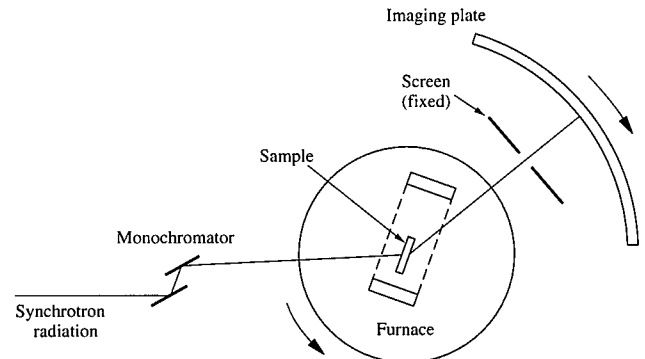


図 4 高速・高分解能極点図法の装置概念図

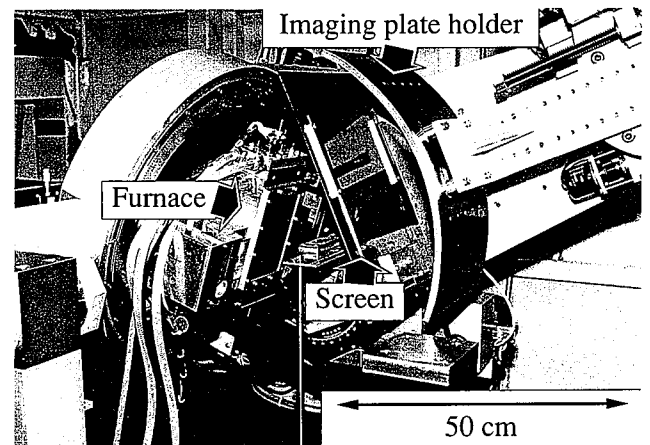


写真 2 高速・高分解能極点図法の装置写真 高エネルギー物理学研究所放射光実験施設に設置されている。

一対のシリコン単結晶((111)面が反射面)がモノクロメータを構成している⁶⁾。放射光ビームは加熱炉内の試料に入射し、回折するX線は炉の窓材、ヒーター板、絶縁板を通過する。これらによる吸収効果を小さくするためには使用する放射光の波長が短ければ短いほど良いが、放射光のスペクトルは短波長側に行くとき強度が弱くなるという事情がある。また回折計に広面積の二次元検出器を設置する角度位置にも制限がある。これらの諸因子を考慮して最適波長として0.06nmを選択した。放射光の大きな特徴はこのように波長選択の自由度があることで、実験条件の設定がきわめて容易になる。この波長での試料、窓材、ヒーター板などによる全吸収を μt 値で表現すれば4.0である。

実験時における光源リングの平均電流値は300mAであった。BL-3Aにおける試料位置は光源から28mの距離にある。モノクロメータの第二結晶を湾曲し、単色化された入射光を水平面内で集光させた。試料に入射するビーム寸法は縦4mm、横4mmとした。

4. 電磁鋼板の高温における二次再結晶過程の観察への応用

4.1 電磁鋼板の二次再結晶

変圧器、モーターなど電気機器の鉄心に大量に用いられている電磁鋼板(FeSi合金板)は鉄損と呼ばれるエネルギー損失が最小になるような性質が要求される。電磁鋼板は日本で一年間に約100万t消費されていて、鉄損を電力代に換算すると一年間に約1兆円の巨額にのぼる。鉄損の低減は省エネルギーのための緊急かつ重要な課題である。3%(重量%)のSiを含む変圧器用素材は溶解したのち凝固させ、圧延、加熱を数回経て製品とする。圧延材を短時間(1分程度)加熱すると一次再結晶が生じ、直径約20 μ mの均一な微細な結晶粒組織(一次再結晶組織)となっている。この段階では鉄損はまだ大きい値を示す。高温加熱を行うと二次再結晶と呼ばれる重要なミクロ変化が起き、結晶粒の巨大化が生ずる。二次再結晶組織は直径2~10mmに達する巨大な結晶粒組織で、鉄損が著しく低減する。

高温加熱前後のpoint-by-point法による100常温極点図を図5(a),(b)に示す。(b)はラウエ法による測定データ⁸⁾に基づき作成したものである。Fe-3%Si合金の結晶構造は体心立方格子構造であり、図5はその{110}面の法線の極の分布である。(a)は高温加熱前の状態で北極及び南極付近にゆるやかな方位集積のピークがある。ところが、二次再結晶が起こった後は(b)に示すように北極、南極に加えて赤道線上の二つの位置に鋭い方位集積のピークが生じている。図5(b)の方位分布は結晶の{110}面が板の圧延面に平行に、 $\langle 001 \rangle$ 方向が圧延方向に平行になっていることを示している。合金の容易磁化軸は $\langle 001 \rangle$ 方向であるので圧延方向の鉄損を下げる結果となっている。このような結晶粒方位は製造法の発明者の名にちなんでゴス方位と呼ばれ⁹⁾、{110} $\langle 001 \rangle$ 方位と表記される。電磁鋼板の製造工程のポイントはいかに多くの大きなゴス方位結晶粒を作り出すかにあるといえる。実際の材料では{110}面及び $\langle 001 \rangle$ 方向がそれぞれ板面及び圧延方向に完全に平行となることは少ないが、例えば理想的方位から7°以内の範囲に収まっていればそれらをゴス方位と定義している。

ところで、二次再結晶のための高温加熱中にどのような機構で結晶粒の方位変化が起こり、粒成長が進むのかを実環境、実時間の条件下で観察する試みはまだなされたことがない。ただしTanner¹⁰⁾らによる放射光トポグラフィによる一次再結晶過程の高温での観察が

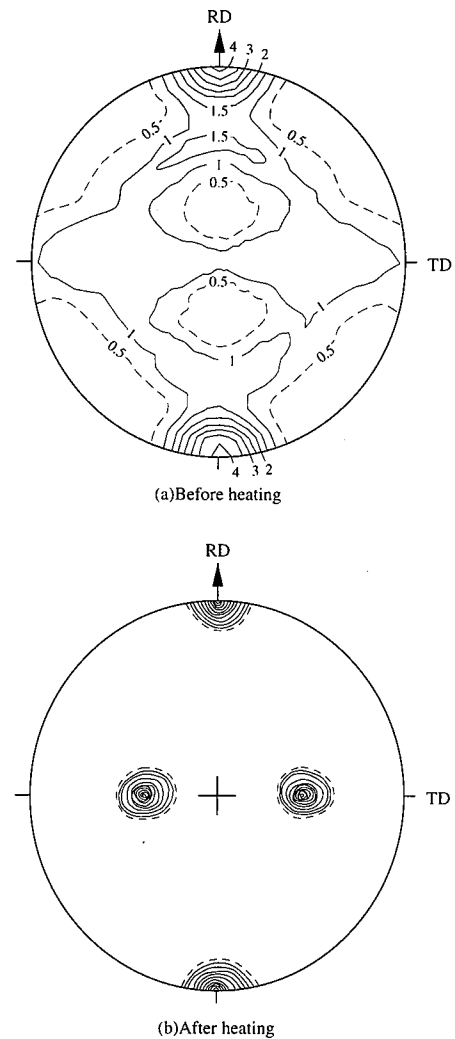


図5 電磁鋼板の高温加熱前後のpoint-by-point法による100常温極点図 (a)高温加熱前、(b)高温加熱後 ラウエ法による測定データ⁸⁾より作成

あるが、X線フィルムによる検出法を採用したため、満足すべき結果を得るに到っていない。従って電磁鋼板の高温における二次再結晶過程はブラックボックスのまま残されていたのである。

4.2 二次再結晶過程の動的観察

電磁鋼板の二次再結晶に伴う結晶粒方位分布の変化の追跡を行うに当って、本実験では全過程が10分程度の時間で終わることを考慮して極点図の中の重要な部分を選定し、そこに焦点を当てて測定するという方法をとった。図6は図5(a)を再掲し測定領域を斜線を施して示したものである。第一シリーズの測定では(a)に示すように北極近傍の変化が、第二シリーズの測定では(b)に示すように赤道近傍の変化が追跡された。(a)の測定では試料片はTD方向に長く、(b)の測定ではRD方向に長く切り出されている。斜線領域を走査するに要するEwald球の回転角度範囲は10°であった。試料片を加熱炉内にセットし1秒に1Kの速さで温度上昇させ、1233Kに達したところで等温保持し、直ちに測定を開始した。その結果を写真3に示す。これは北極近傍の極点図の変化である。常温に比べ高温ではブラッグ反射の強度が著しく減少するが、それでも10°の角度範囲のパターンを記録するのに要する時間は40sであった。図中

の0sなどの時間の表示は高温保持を開始してからの経過時間である。1回の走査を終えると試料の角度位置を元に戻し、次の走査を始めるがそれまでに80sを要するので2回目の走査は加熱開始後120s経ってからになる。加熱直後(最下部)のパターンは加熱前の極点図(図6(a))に対応した結晶方位分布の集積を示している。加熱によってすぐには変化が生じないことを示している。次の120s経過後のパターンでも同様である。しかし、240s後には突然激しい結晶粒方位分布の集中が生じ、鋭いピークが形成されていることが見られる。このピークは時間の経過とともにその積分強度を増していく(後述)。次に赤道近傍の極点図の変化の連続測定結果を写真4に示す。やはり最初のパターンは高温加熱前の極点図(図6(b))と対応しており、この場合は方位集積の見られない分布を呈している。ここでも加熱後240s経過してから爆発的な鋭いピーク出現がみられる。写真3及び写真4で出現したピークは図5(b)に示したピークに対応するもので、ゴス方位の結晶粒からのものである。以上に示したように電磁鋼板の二次再結晶過程の初期には何の変化も起きていないように見える期間があるが、これを潜伏期間と呼ぶことにする。潜伏期間の存在とそれに続く爆発的な粒成長は動的観察によって初めて確認されたものである。

次に二次再結晶過程に及ぼす歪の影響を調べた。歪付加は加熱途

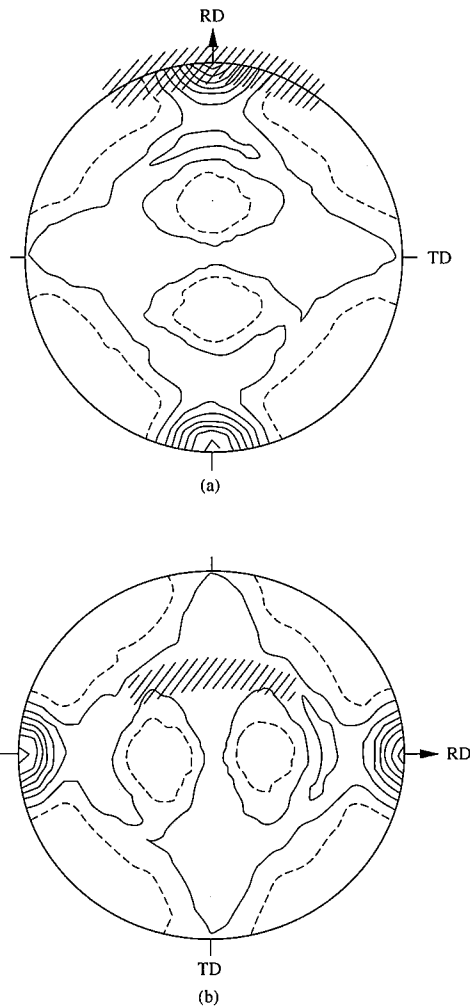


図6 本法による電磁鋼板の高温極点図の測定領域 図5(a)を再掲し斜線で示す。(a)北極近傍の領域、(b)赤道近傍の領域

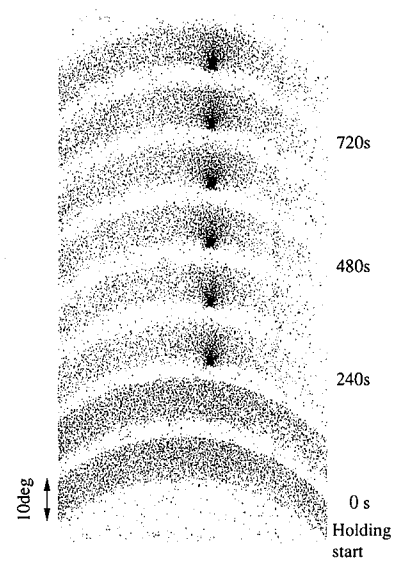


写真3 電磁鋼板を1233Kで等温保持中に繰り返し測定した本法による100極点図(部分) 北極近傍 試料回転角度範囲:10°, 投影時間:各40s, 測定周期:120s, ゴス方位粒の潜伏期間後の爆発的な粒成長を示す。

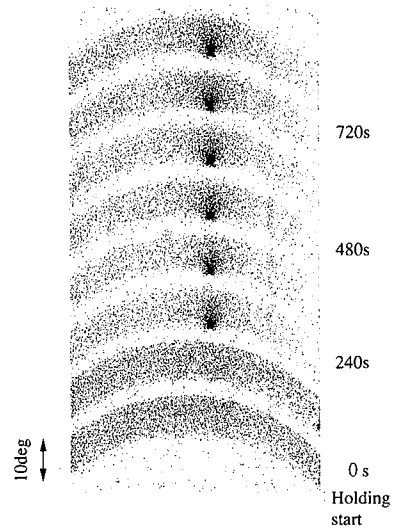


写真4 電磁鋼板を1233Kで等温保持中に繰り返し測定した本法による100極点図(部分) 赤道近傍 試料回転角度範囲:10°, 投影時間:各40s, 測定周期:120s, ゴス方位粒の潜伏期間後の爆発的な粒成長を示す。

中の973Kの温度で開始し1233Kに到達後300sまでの間で行った。試料片のチャック移動速度は1 $\mu\text{m/s}$ とした。これは歪速度では 10^{-6} /sオーダーである。引張方向はRD, TD及びRDとTDの中間の3方向を選択したが、結果に差異は見られなかった。写真5に引張歪付加時の結晶粒方位分布の連続測定結果を示す。これは極点図の赤道近傍の領域である。ここで注目すべきは引張歪が付加されている間は結晶粒方位の集積のピークの爆発的な出現が抑制されていることである。引張歪の付加の中止とともに方位集積のピークが出現する。北極近傍においても同様の現象が観測された。これらの結果

はゴス方位粒の成長の駆動力が引張歪の存在によって減殺されることを示している。

図7にゴス方位粒のピーク積分強度の等温保持時間経過に伴う変化を示す。ピークは時間経過とともにその積分強度を増していくが、ゴス方位粒の潜伏期間後の爆発的な粒成長をよく示している。また、引張歪付加による潜伏期間の増加がはっきりと認められる。積分強度は結晶粒の体積と対応しているが、両者の換算については別稿に譲る。

二次再結晶過程に潜伏期間が見いだされたが、この期間はマイクロ

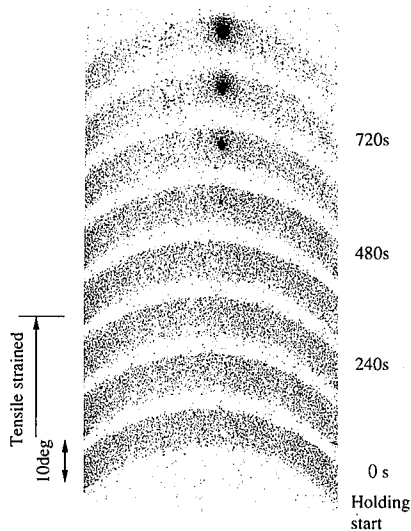


写真5 電磁鋼板に引張歪を付加した1233Kで等温保持中に繰り返し測定した本法による100極点図(部分) 赤道近傍 試料回転角度範囲: 10° 、投影時間: 各40s、測定周期: 120s、引張歪の付加は加熱途中の973 Kの温度で開始し1233 Kに到達後300 sまでの間継続した。試料片のチャック移動速度は $1 \mu\text{m/s}$ 、チャック間距離は60mm。引張歪が付加されている間はゴス方位粒ピークの爆発的出現が抑制されている。

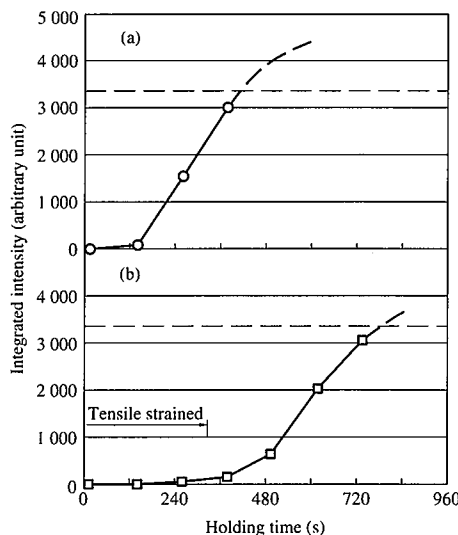


図7 電磁鋼板のゴス方位粒のピーク積分強度の等温保持時間経過に伴う変化 (a)写真4の引張歪付加無し、(b)写真5の引張歪付加有り 破線は結晶粒が観察視野を越えて成長したことを示す。水平の破線は観察視野の上限に対応する積分強度を示す。

にみたとき何を意味しているだろうか?それを調べるために詳細な観察を行った。S/N比を改善するために厚さ0.10~0.12mmとなるように片面から化学研磨した試料片を用いた。この試料片でも厚さ0.20mmの試料片で観測したのと同様な二次再結晶が生じることを確認した。写真6に極点図の北極近傍のパターンを8倍に拡大して示す。イメージングプレートに記録されている多くの回折斑点が明瞭に識別できる。斑点が水平方向に伸びているがこれは回折ビームが水平方向に発散しているためである。図において0s、120sという時期は潜伏期間に相当する。0s、120sの二つのパターンは一見変わりが無いようであるが、対応する斑点を詳しく調べてみると、斑点が大きくかつ黒化度が強くなっているもの(白矢印で示した)と、その反対に斑点が小さくかつ黒化度が弱くなっているもの(黒矢印で示した)のあることがわかる。これは個々の結晶粒の大きさが変化していることによると解釈できる。つまり、潜伏期間においては材料全体にわたる変化は生じないが、それを構成する結晶粒(平均の大きさ $20 \mu\text{m}$)の大きさに“ゆらぎ”が生じていることを示している。写真6で240s経過したパターンには中央部にゴス方位粒の方位集積ピークが現れ、360sではそれが急激に成長していることが見られる。ゴス方位粒の出現した位置P点を120s、0sというように時間をさかのぼって調べてみるとそこには平均サイズ以上の大きな斑点は認められない。このことは重要な意味をもっている。すなわち、二次再結晶でゴス方位の粒が急成長するとき、その核となる大きな結晶粒は120sごとの観察では存在しない(あるいは存在しないように見える)。これはゴス方位粒の成長のメカニズム解明のためのヒントを与えている。今後更に測定周期を短縮して研究を行う。

なお、上述した結晶粒方位分布変化の動的観察を補うために、放射光による動的トポグラフィ観察も行っている。その詳細は文献11,12)に譲る。

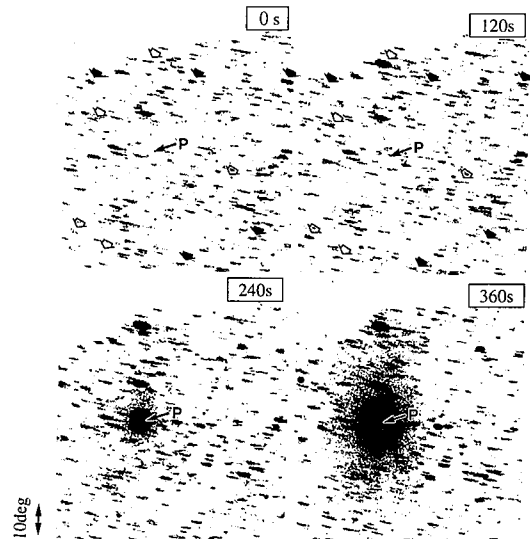


写真6 電磁鋼板の1233K等温保持中に繰り返し測定した本法による100極点図(部分)の拡大観察 北極近傍の投影を8倍に拡大、試料回転角度範囲: 10° 、投影時間: 各40s、測定周期: 120s、爆発的粒成長したゴス方位結晶粒の発生位置をPで示す。0s、120sは潜伏期間に相当するが、斑点が大きくかつ黒化度が強くなっているものを白矢印で、斑点が小さくかつ黒化度が弱くなっているものを黒矢印で示した。

5. 薄鋼板の高温極点図の測定

高速・高分解能極点図法によれば従来測定が不可能であった高温での極点図を得ることも容易である。薄鋼板のオーステナイト(γ)域における高温集合組織の測定を行い、変態集合組織の形成機構について知見を得た。Mn-Nb-Ti系極低炭素冷延鋼板は冷間圧延後 $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ と変態を介しても集合組織がほとんど変化せず、良好な r 値が得られるが、その機構は不明であった。写真7に示すように、世界で初めて γ 域での高温極点図の測定に成功し、逆変態(加熱)ではなく変態(冷却)時にバリエーションが生じ高 r 値となるとの知見を得た¹³⁾。今回は、試料回転角度範囲 56° を112sで測定したが、測定時間は10s程度に短縮可能である。

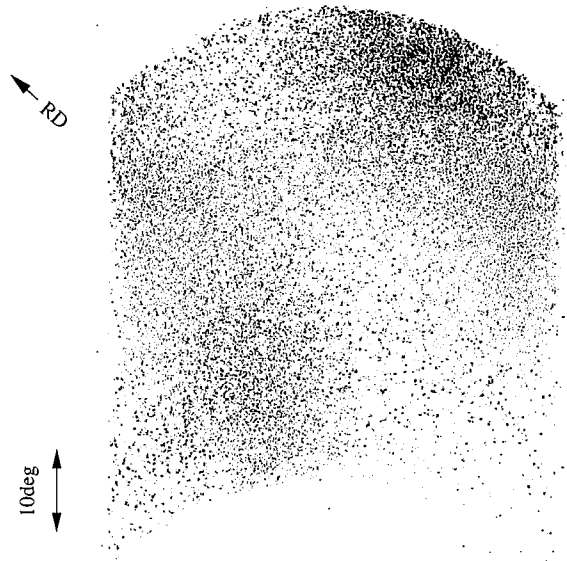


写真7 Mn-Nb-Ti系極低炭素冷延鋼板のオーステナイト域等温保持中に測定した本法による100極点図(部分) 2K/sで昇温し、1233Kで保持開始後60sより極点図測定を開始し、112sで投影を完了した。試料回転角度範囲: 56°

6. 本法の発展の可能性

本法によれば圧延、再結晶の金属組織の識別が容易であり、一次再結晶過程の観察の有力な手法と考えられる。図3、写真1に示したAl合金のほか薄鋼板¹⁴⁾、ステンレス鋼板¹⁵⁾について本法を用いて静的な観察が行われている。冷間圧延組織中に発生する数 μ mの大きさの一次再結晶初期粒の観察が可能で、初期粒発生以降の過程の継続観察が行える。今後、高温での動的観察が望まれる。また、本方法では結晶粒の数によらず測定が可能とも大きな特徴である。従って、粗大粒材料や微小領域の極点図測定にも適している。

電磁鋼板の粗大粒の極点図測定¹⁶⁾にも活用されている。粗大粒材料では粒の数が1個でも測定ができる。微小領域では回折強度と関連するが $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ 程度は可能である。

高速・高分解能極点図法は結晶の逆格子空間に広がる強度分布を二次元的に迅速に記録する方法であり、Ewald球の回転と二次元検出器の(平行)移動という二つの運動の組合せより成っている。X線源の輝度が更に上がれば動的観察の時間間隔を短縮することができるが、装置の機械的構造から考えて秒単位以下にすることは難しいと思われる。しかしこのような1~100s単位の記録でも材料の組織変化について多くの知見が得られることが期待される。板状材料の場合、加熱だけではなく、引張り、ねじりなどの応力附加、強磁場の印可などによる変化の追跡などを材料の種類を金属、合金に限定せず、無機物、高分子などにも拡げて活用することにより新しい知見が得られるものと期待される。

謝 辞

イメージングプレートの利用について助言いただいた高エネルギー物理学研究所放射光実験施設の両宮慶幸博士に深く感謝いたします。また東京工業大学工業材料研究所佐々木聡博士にはビームラインBL-3Aの光学系について助言いただきました。ここに深く感謝いたします。

文 献

- 1) 松尾宗次: 集合組織(長嶋晋一編著) 初版、丸善、1984、第1章
- 2) Hu, H., Sperry, P. R., Beck, P. A.: Trans. AIME. 194, 76 (1952).
- 3) Kawasaki, K., Iwasaki, H., Kawata, H., Nose, K.: Rev Sci Instrum. 63, 1110 (1992)
川崎宏一: 博士論文、総合研究大学院大学、(1992)
川崎宏一、岩崎博: 放射光. 5, 239 (1992)
Kawasaki, K., Iwasaki, H.: J Synchrotron Radiation. 2, 49 (1995)
- 4) Miyahara, J., Takahashi, K., Amemiya, Y., Kamiya, N., Satow, Y.: Nucl Instr Meth. A 246, 572 (1986)
- 5) Guinier, A.: Theorie et Technique de la Radiocristallographie. 2nd ed. Dumond, 1956, Chap. 7
- 6) Sasaki, S., Mori, T., Mikuni, A., Iwasaki, H., Kawasaki, K., Takagi, Y., Nose, K.: Rev Sci Instrum. 63, 1047 (1992)
- 7) Kawasaki, K., Takagi, Y., Nose, K., Morikawa, H., Yamazaki, S., Kikuchi, T., Sasaki, S.: Rev Sci Instrum. 63, 1023 (1992)
- 8) Taguchi, S.: Trans ISIJ. 17, 604 (1977)
- 9) Goss, N. P.: U. S. Patent 1 965 559. 1934
- 10) MacCormack, I. B., Tanner, B. K.: J Appl Cryst. 11, 40 (1978)
- 11) Kawasaki, K., Matsuo, M., Ushigami, Y.: Photon Factory Activity Report. #4, 323 (1986)
- 12) 川崎宏一、松尾宗次、牛神義行、河田洋: 鉄と鋼. 77, 2044 (1991)
- 13) 吉永直樹、川崎宏一、潮田浩作: 材料とプロセス. 7, 823 (1994)
- 14) Kawasaki, K., Iwasaki, H., Yoshinaga, N.: Rev Sci Instrum. 66, 1404 (1995)
- 15) 進藤卓嗣、川崎宏一: 材料とプロセス. 8, 717 (1995)
- 16) Shimazu, T., Shiozaki, M., Kawasaki, K.: J Mag Mag Mat. 133, 147 (1994)