

# 微小部XRDによるX線ラインプロファイル解析

## X-ray Line Profile Analysis by Micro-focus XRD

伊 藤 敦 広\*  
Atsuhiko ITOH

今 福 宗 行  
Muneyuki IMAFUKU

### 抄 録

X線ラインプロファイル解析(X-ray Line Profile Analysis: XLPA)は、材料中の転位密度、結晶子サイズ、転位の性質(らせん転位、刃状転位)、転位の配置を簡便に解析できる有力な手法である。しかし微小領域や湾曲材料への適用に関する研究はほとんど行われていない。そこで本研究では平板および円柱に成形した鉄粉を微小部X線回折法で測定しXLPAを行った。その結果、平板試料では微小部法と通常の測定法(Bragg-Brentano法)でほぼ同じ転位密度が得られ、円柱試料では半径10mmまで平板試料とほぼ同じ転位密度が得られる事がわかった。

### Abstract

**X-ray Line Profile Analysis (XLPA) is a powerful and convenient method to investigate dislocation density, crystallite size and nature (screw or edge), and arrangement of dislocation in a material. However, few studies have been conducted concerning the application limit of dislocation density measurements for localized regions or curved materials. In this study, X-ray diffraction measurements of iron powders formed into flat plates and cylinders were performed using the micro-focus method, and XLPA was performed. The result revealed that almost the same dislocation density as that of the Bragg-Brentano method could be derived for the flat specimen by the micro-focus method, and the dislocation density of the cylindrical specimen was almost the same as that of the flat specimen up to a radius of 10 mm.**

## 1. 緒 言

転位は金属材料の機械強度や原子の拡散速度を変化させ、また析出物の核生成サイトになるなど多様な特性をもっている。そのため材料開発を行う上で転位密度を正確に測定する技術は様々な分野で必要とされている。

転位密度の一般的な定量法は透過型電子顕微鏡(TEM)による直接観察法であるが、転位密度が高い材料では転位どうしが重なり合って見分けがつかなくなるため正確な定量が困難となる。一方、X線回折(X-ray Diffraction: XRD)では転位密度の増減を回折ピークの幅と形状を元に定量するため転位密度が高い材料にも対応できる。XRDで転位密度を定量する手法はX線ラインプロファイル解析法(X-ray Line Profile Analysis: XLPA)と呼ばれる。XLPAには、回折ピークの積分幅あるいは半値幅を用いるWilliamson-Hall法<sup>1)</sup>とフーリエ係数を用いるWarren-Averbach法<sup>2)</sup>が1950年代から存在し用いられてきたが、どちらも金属のも

つひずみの異方性(結晶方位によってひずみ量が異なる性質)により誤差が大きくなる問題を抱えていた。

このような中、1990年代にUngárらが、ひずみの異方性を補正する新規法modified Williamson-Hall/modified Warren-Averbach法<sup>3,4)</sup>を提案した事により、XRDで鉄鋼材料の転位密度や結晶子サイズを精度よく測定する事が可能となった。さらに近年では、多数のX線ピークプロファイル全体を一度にフィッティングするConvolutional Multiple Whole Profile(CMWP)法も放射光や中性子解析に用いられるようになってきた<sup>5)</sup>。これら新規法では、転位密度や結晶子サイズだけでなく、転位セル形成の有無、らせん転位の割合といった今までにないパラメーターの評価も可能となった。

XLPAには正確なピークプロファイルが必要なため集中法(Bragg-Brentano)と呼ばれる角度分解能の高い光学系が使用され1~2cm四方の平滑な測定面が必要とされている。そのため、微小引張試験片、加工フォーモスタなどの

\* 日鉄テクノロジー(株) 研究試験事業所 物理解析ソリューション部 構造解析室 主幹 博士(工学) 千葉県富津市新富 20-1 〒293-0011

小さな試料や、線材、ねじり試験片などの湾曲部への適用が困難という問題がある。放射光はビーム径が非常に細く輝度も高いため小さな試料の測定には適しているものの、XLPA では巨視的平均を求めるには測定体積 (gauge volume) 内に少なくとも数千個の結晶粒が存在する事が必要なので、ビーム径が結晶粒径に近くなりすぎて統計精度に問題がある<sup>6)</sup>。

一方、ラボでの微小部法ではプローブ径が 1mm $\phi$  前後で統計精度の問題が放射光に比べて小さい。しかしラボでの微小部法で XLPA を適用している事例は非常に少なく精度が不確かである。

そこで本研究では、ラボでの微小部法と集中法で XLPA の結果を比較し、さらに湾曲試料への適用限界も検討した。

まず、平板試料を用いた場合に微小部法と集中法で同じ転位密度を算出する方法を検討し、次に湾曲試料を用いた場合、試料の湾曲率が上がるに従い X 線ピークプロファイルがどのように変化するかを実測とシミュレーションによって調べた。最後に湾曲試料への微小部法の適用限界について調べた。

## 2. 実験

### 2.1 試料作製

ふるいがけで粒径を 32 $\mu$ m 以下にそろえた純度 99.8wt% の鉄粉をボールミルした後、エポキシ樹脂で平板状および半円柱状に成型して試料を作製した。試料の形状とミリング時間を表 1 に示す。Flat は平板状試料、R5, R10, R15 はそれぞれ半径 5mm, 10mm, 15mm の半円柱状の湾曲試料である事を示す。

### 2.2 X 線回折

表 1 に示す試料をリガク製の XRD 装置 SmartLab で測定した。入射 X 線には CoK $\alpha$  線を用い、集中法では発散スリットと散乱スリットは 2/3deg, 受光スリットは 0.3mm, 入射および受光ソーラスリットの発散角は 0.5deg とし、検出

器にはグラファイト湾曲モノクロメーターとシンチレーションカウンターを使用した。一方、微小部法では入射側に多層膜ミラーとポリキャピラリーを使用しコリメーターの口径は 0.2mm $\phi$  とした。検出器には半導体 2 次元検出器を使用し  $\theta$ -2 $\theta$  測定を行った。それぞれの光学系に対する湾曲試料の位置関係を図 1 に示す。

紙面奥行き方向を x 方向、回折ベクトルを y 方向、X 線入射角  $\theta$  が 0° の時の X 線進行方向を z 方向とし、湾曲試料では中心を通る軸と z 方向が平行になるように配置し、かつ湾曲面の頂点がゴニオメーターの中心になるように調節した。

試料から得られた X 線ピークプロファイルは  $\alpha$ -Fe (bcc 相) の回折指数  $hkl = 110, 200, 211, 220$  であり、CoK $\alpha_2$  線によるプロファイルを Rachinger 法<sup>7)</sup>で除去した後、Gauss 関数と Lorentz 関数のコンボリューションからなる Voigt 関数でフィッティングして Gauss 成分の半値幅  $W_G$  と Lorentz 成分の半値幅  $W_L$  を求めた。

次に式 (1) によって標準試料 (NIST 製 LaB<sub>6</sub>, SRM 660b) から得られる装置由来のピークプロファイルを、試料のピークプロファイルからデコンボリューションする事で転位密度算出に必要な物理プロファイルを抽出した。

$$W_{fg}^2 = W_{hg}^2 - W_{gG}^2 \quad (1a)$$

$$W_{fL} = W_{hL} - W_{gL} \quad (1b)$$

ここで  $W$  は半値幅であり下付きの G は Gauss 成分、L は Lorentz 成分である。f は解析に使用する物理プロファイル (試料由来のプロファイル)、h は試料を測定して得られたプロファイル、g は LaB<sub>6</sub> を XRD 測定して得られた装置由来のプロファイルに対応する事を示す。

XLPA ではプロファイルを逆空間に変換してから解析するため、物理プロファイルの実空間におけるピーク位置  $2\theta$  は、逆空間でのピーク位置  $K = 2\sin\theta/\lambda$  に変換した。また、実空間でのピーク幅  $\Delta 2\theta$  は、近似式  $\Delta K = (\Delta 2\theta)\cos\theta/\lambda$  を用いて逆空間に変換した。ここで  $\theta$  は回折角の半分、 $\lambda$  は X 線波長である。 $\Delta 2\theta$  の単位は degree から radian に変換している。

### 2.3 解析方法

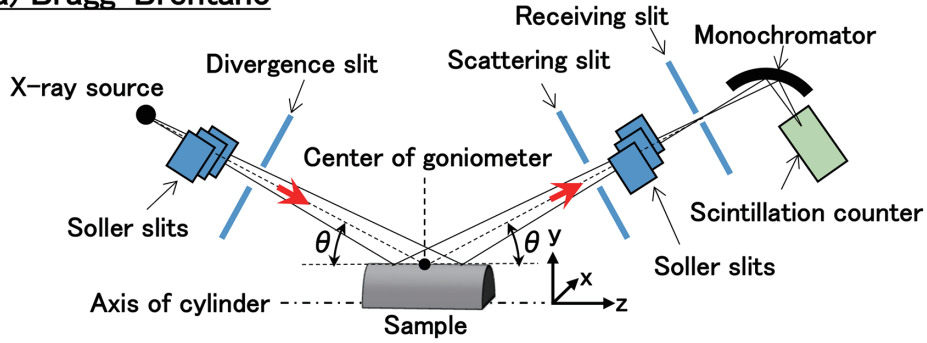
転位密度、結晶子サイズ、転位配置パラメーター、らせん転位の割合を、modified Williamson-Hall/modified Warren-Averbach 法から算出した。解析方法の概要を次に示す。

まず modified Williamson-Hall 法を用いて、ひずみの異方性を補正するためのパラメーター (平均コントラスト・ファクター) と、らせん転位の割合を算出する。modified Williamson-Hall の式は 2 通り存在し、一つ目は結晶子サイズによるピーク広がり  $W_{size}$  と格子ひずみによるピーク広がり  $W_{distortion}$  が両方とも Lorentz 関数で表せると仮定し  $W = W_{size} + W_{distortion}$  の関係から導かれる (2a) 式であり、二つ目は Gauss 関数で表せると仮定し  $W^2 = W_{size}^2 + W_{distortion}^2$  の関係から

表 1 試料の形状とミリング時間  
Milling time and shape of samples

Sample name	Milling time / h	Shape
0h-F	0	Flat
0h-R5		R5
0h-R10		R10
0h-R15		R15
1h-F	1	Flat
1h-R5		R5
1h-R10		R10
1h-R15		R15
6h-F	6	Flat
6h-R5		R5
6h-R10		R10
6h-R15		R15

### (a) Bragg-Brentano



### (b) Micro-focus

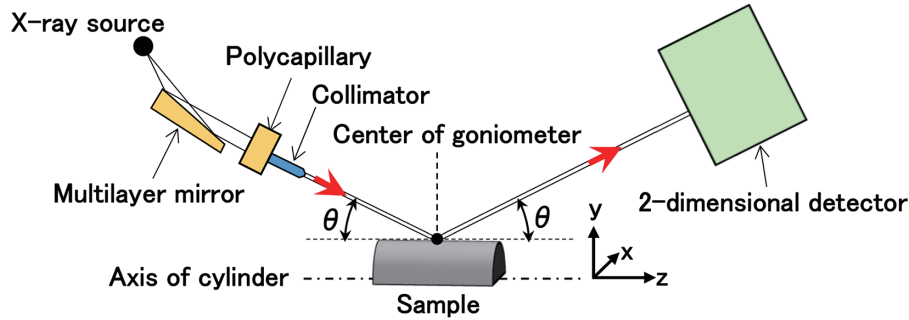


図 1 XRD 装置の模式図  
Schematic diagram of the X-ray diffraction system

導かれる (2b) 式である。Ungár ら<sup>4)</sup> は後述する (5) 式を導くために (2b) 式を用いている。

$$\Delta K \cong \frac{k}{\langle t \rangle_{\text{vol}}} + \left( \frac{\pi T^2 b^2}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \rho^{\frac{1}{2}} (K \bar{C}^{\frac{1}{2}}) + O(K^2 \bar{C}) \quad (2a)$$

$$\Delta K^2 \cong \left( \frac{k}{\langle t \rangle_{\text{vol}}} \right)^2 + \left( \frac{\pi T^2 b^2}{2} \right) \rho (K^2 \bar{C}) + O(K^4 \bar{C}^2) \quad (2b)$$

ここで、 $k$  はシェラー定数であり回折ピークの半値幅を用いる場合は 0.9、積分幅を用いる場合は 1 となる。本実験では積分幅を用いるため  $k=1$  とした。 $T$  は転位の有効カットオフ半径  $R_e$  に依存する係数、 $b$  はバーガース・ベクトルの大きさ、 $\rho$  は転位密度、 $\bar{C}$  は平均コントラスト・ファクター、 $\langle t \rangle_{\text{vol}}$  は体積加重平均の結晶子サイズ、 $O$  は高次項である。 $\bar{C}$  は立方晶の場合は次式で表される。 $h k l$  は回折指数である。

$$\bar{C}_{hkl} = \bar{C}_{h00} (1 - qH^2) \quad (3)$$

$$H^2 = \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (4)$$

$\bar{C}_{h00}=0.28$  および  $q_{\text{edge}}=1.29$ ,  $q_{\text{screw}}=2.63$  は、A. Borbély により開発されたソフトウェア ANIZC<sup>8)</sup> に純鉄の弾性コンプライアンスを入力して算出した。

$\bar{C}_{h00}$  以外の  $\bar{C}_{hkl}$  は、(3) 式に、 $\bar{C}_{h00}$  と  $H^2$  の値および実験値  $q_{\text{exp}}$  を代入すると求める事ができる。実験値  $q_{\text{exp}}$  の算出法を次に示す。(2b) 式に (3) 式を代入し高次項を消して変形すると (5) 式が導かれる。

$$\frac{\Delta K^2 - \alpha}{K^2} \cong \beta \bar{C}_{h00} (1 - qH^2) \quad (5)$$

$$\beta = \left( \frac{\pi T^2 b^2}{2} \right) \rho, \quad \alpha = \left( \frac{1}{\langle t \rangle_{\text{vol}}} \right)^2 \quad (6)$$

(5) 式は変数を  $H^2$  とする一次関数なので  $H^2$  に対し  $(\Delta K^2 - \alpha)/K^2$  をプロットし、プロットが直線上に乗る  $\alpha$  を求めれば、 $x$  切片の逆数から  $q_{\text{exp}}$  の値が求まる。この値を (7) 式に代入すれば、らせん転位の割合  $f_{\text{screw}}$  が得られる。

$$f_{\text{screw}} = 1 - f_{\text{edge}} = \frac{q_{\text{exp}} - q_{\text{edge}}}{q_{\text{screw}} - q_{\text{edge}}} \quad (7)$$

次に modified Warren-Averbach 法<sup>3)</sup> を用いて転位密度、結晶子サイズ、転位配置パラメーターを導く。modified Warren-Averbach の式は、Warren-Averbach の式に、格子ひずみと転位の関係式 (8)<sup>9,10)</sup> を組み込んだ (9) 式で表される。

$$\langle \varepsilon_L^2 \rangle \cong \frac{\rho \bar{C}_{hkl} b^2}{4\pi} \ln \left( \frac{R_e}{L} \right) \quad (8)$$

$$\ln A(L) \cong \ln A^s(L) - \rho B^* L^2 \ln \left( \frac{R_e}{L} \right) (K^2 \bar{C}_{hkl}) + O(K^2 \bar{C}_{hkl})^2 \quad (9)$$

ここで  $\langle \varepsilon_L^2 \rangle$  は平均自乗ひずみ、 $L$  はフーリエ長である。 $L = na_3$  とし  $n$  は整数で、 $a_3 = \lambda / [2(\sin \theta_2 - \sin \theta_1)]$  である。 $\theta_1$  と  $\theta_2$  は、それぞれ回折ピークの開始と終了角度であり、 $\lambda$  は X 線波長である。また、 $A(L)$  は実測ピークのフーリエ係数の実部、 $A^s(L)$  は結晶子サイズ由来のフーリエ係数、 $O$  は高次項、 $B^* = \pi b^2 / 2$  である。

modified Warren-Averbach の式は、 $K^2 \bar{C}_{hkl}$  を変数とする二次関数なので  $K^2 \bar{C}_{hkl}$  に対して  $\ln A(L)$  をプロットすれば様々

な  $L$  に対して  $y$  切片から結晶子サイズに係る  $\ln A^s(L)$  の値が求まり、1 次の係数から転位密度に係る  $-\rho B^* L^2 \ln(R_e/L)$  の値が求まる。 $-\rho B^* L^2 \ln(R_e/L) = X(L)$  と置き  $L^2$  で割ると (10) 式が得られる。この式は変数を  $\ln L$  とした一次関数なので  $\ln L$  に対して  $X(L)/L^2$  をプロットすれば直線の傾きから  $-\rho B^* = -\rho(\pi b^2/2)$  の値が求まり転位密度  $\rho$  が決まる<sup>9)</sup>。

$$\frac{X(L)}{L^2} = \rho B^* \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) = \rho B^* \ln R_e - \rho B^* \ln L \quad (10)$$

同時に  $y$  切片から求めた  $\rho B^* \ln R_e$  の値を  $\rho B^*$  で割ると  $R_e$  が決まり (11) 式に代入すると転位配置パラメーター  $M^*$  が求められる。ここで  $R_e^* = R_e/\exp 2$  である。

$$M^* = R_e^* \sqrt{\rho} \quad (11)$$

また、 $L$  に対して  $A^s(L)$  をプロットした時の  $L=0$  近傍の初期勾配から求まる直線の  $x$  切片からは面積加重平均の結晶子サイズ  $\langle t \rangle_{\text{area}}$  が決まる。

なお、サイズ・ひずみ分布と回折プロファイル形状との関係の基本的な考え方、古典的 Williamson-Hall 法 / Warren-Averbach 法および modified Williamson-Hall / modified Warren-Averbach 法による XLPA 手法については参考文献 11) に詳しくまとめられているので参照されたい。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 平板試料での解析

ミリング時間の異なる平板試料を集中法と微小部法で測

定した時の解析結果を図 2 に示す。

転位密度と結晶子サイズについては両手法ともほぼ同じ値となるが微小部法での値の方が少し高くなる傾向がある。転位配置パラメーター  $M^*$  については両手法で近い値となった。らせん転位の割合については、0 時間と 1 時間では近い値となり 6 時間で若干の差が出た。

まず、らせん転位の割合の変化について考察する。転位論では同一すべり面上で正と負の転位が出会うと対消滅する事が知られており、高温でなければ別のすべり面へ移動できない刃状転位に比べ、交差すべりによって別のすべり面へ容易に移動できるらせん転位の方が転位どうしの出会う確率が高いため対消滅しやすい。よって高温でない環境で転位密度が増加する場合、らせん転位の割合は減少する傾向にあると考えられる。図 2 の (d) では、微小部法の方は転位密度の増加に伴い、らせん転位が徐々に減少するという転位論に沿った結果となっている。Khatirkar ら<sup>12)</sup> は鉄粉を遊星ボールミルで強加工し集中法で XRD 測定して modified Williamson-Hall 法によりミリング時間とらせん転位の割合について調べている。それによるとミリング 4 時間後では、らせん転位が主成分であり、8, 12, 16 時間後では、らせん転位と刃状転位が半々になり 20 時間後には再びらせん転位が主成分となっている。これに関する考察は記載されていないが強加工ミリング (遊星ボールミル) が使用されている事から鉄粉試料は高温状態になり刃状転位

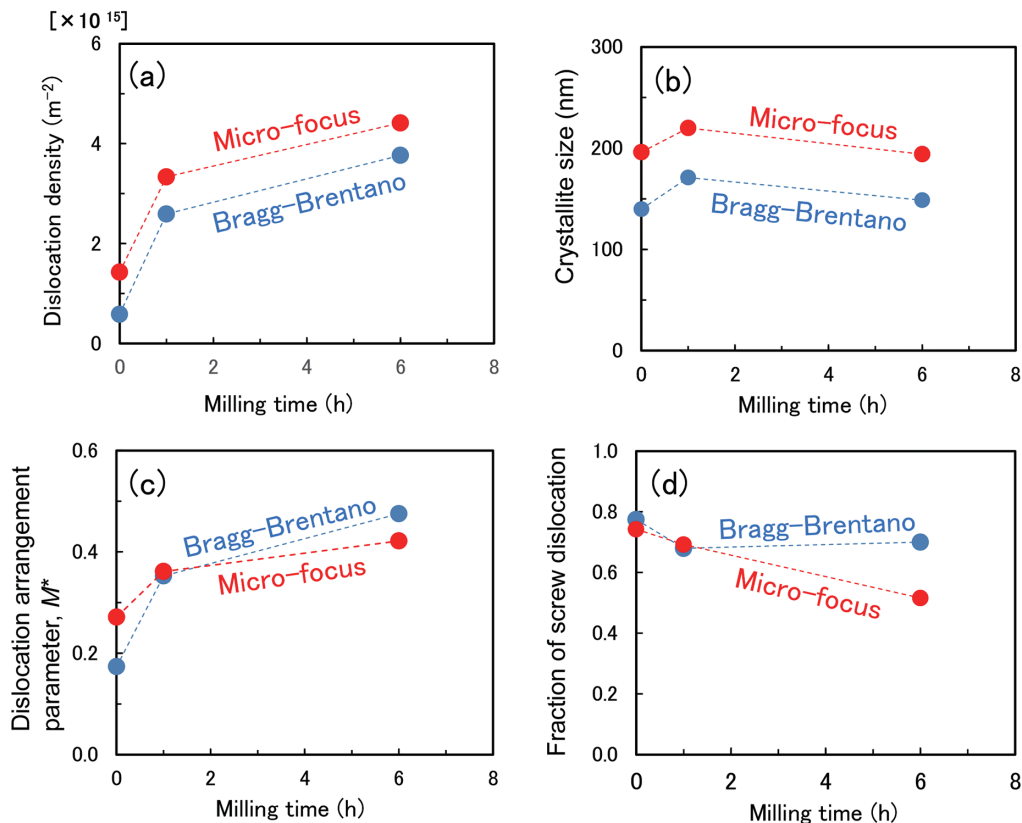


図 2 ミリング時間と (a) 転位密度, (b) 結晶子サイズ, (c) 転位配置パラメーター, (d) らせん転位の割合との関係  
 Changes in (a) dislocation density, (b) crystallite size, (c) dislocation arrangement parameter  $M^*$ , and (d) fraction of screw dislocation as a function of milling time. ● Bragg-Brentano geometry, ● Micro-focus geometry



が対消滅しやすい環境となり、らせん転位の割合が相対的に増加した可能性がある。Khatirkar らと結果が異なるのは、本研究では回転ボールミルを使用しており常温に近い環境での弱ミリングであるためと考えられる。

次に、転位配置パラメーターの変化について考察する。対消滅できなかった個々の転位は安定になるため自身の周囲にある弾性場が打ち消し合えるような配置となる。安定配置になった転位のペアを転位双極子といい、高転位密度の壁と比較的低転位密度の領域とに分かれて安定になる組織を転位セルという。個々の転位が相互作用なくランダムに配置している場合、転位線周りの弾性場の半径  $R_e^*$  は平均転位間距離  $1/\sqrt{\rho}$  よりもはるかに大きい。この状態を式で表すと  $R_e^* > 1/\sqrt{\rho}$  であり式を変形すると  $R_e^* \sqrt{\rho} (=M^*) > 1$  となる。また、転位の相互作用が強い場合 (転位双極子や転位セルなどを形成している場合) は逆符号の転位どうしが近接して弾性場を打ち消し合っているため  $R_e^*$  は  $1/\sqrt{\rho}$  よりも小さくなっている。この状態は  $R_e^* < 1/\sqrt{\rho}$  なので  $R_e^* \sqrt{\rho} (=M^*) < 1$  となる<sup>13,14)</sup>。本実験結果では、ミリング前後で  $M^* < 1$  なため、ミリング前から転位双極子などが存在しておりミリングに伴ってランダム配置の転位が増加したと考えられる。

次に、微小部法で求めた転位密度と結晶子サイズが集中法で求めた場合より少し高くなり、らせん転位の割合が6時間のボールミルの場合に差が出た事について考察する。この差が出た理由は明確ではないが微小部法の方が集中法よりも適切に解析が行われたためである可能性がある。一つ目の根拠は  $\text{LaB}_6$  を XRD 測定した際のピークプロファイルである。 $\text{LaB}_6$  など格子ひずみの無い結晶を XRD 測定した場合の理想的なピークプロファイルはラウエ関数型でありラウエ関数はガウス関数と近似である。 $\text{LaB}_6$  のラインプロファイルは集中法ではフォクト関数形状なのに対し微小部法ではガウス関数形状をしていることから、微小部法では理想的なピークプロファイルが得られやすい可能性がある。二つ目の根拠としては、ミリング時間の増加に伴い、らせん転位の割合が減少するという転位論に沿った傾向が微小部法から得られた事である。ただし、これらの事が他の材料を解析した際にも同様にあてはまるかは不明であり更なる詳細な検討が必要であると考ええる。

### 3.2 湾曲試料での解析

#### 3.2.1 湾曲試料の X 線ピークプロファイルのシミュレーション

1 時間ミリングした鉄粉を樹脂で成型した平板試料と湾曲試料を微小部法と集中法で測定して  $\alpha\text{-Fe}$  の 110 ピークプロファイルと比較した。 $\text{K}\alpha_2$  線のプロファイルは Rachinger 法で除去している。図 3 の (a) は微小部法で測定したピークプロファイルであり平板試料 (Flat)、湾曲試料 (R5, R10, R15) とともに左右対称なので Voigt, Lorentz といった

対称関数でのフィッティングが可能であり半値幅の変化もほとんどない。一方、図 3 の (b) は集中法で測定したピークプロファイルであり平板試料 (Flat) では左右対称だが湾曲試料 (R5, R10, R15) では左右非対称であり半値幅が倍近く広がっている。よって集中法で湾曲試料を測定すると誤った半値幅が得られてしまう。

湾曲試料のピークプロファイルが非対称になるのは測定面の高さが一定でない事が関係していると考えられる。そこで測定面の高さとのピークプロファイルの関係について実験を行った。図 3 の (c) は、1 時間ミリングした鉄粉を樹脂で成型した平板試料の測定面をゴニオメーターの中心よりも 0.5mm ずつ図 1 の -y 方向にずらして集中法で XRD

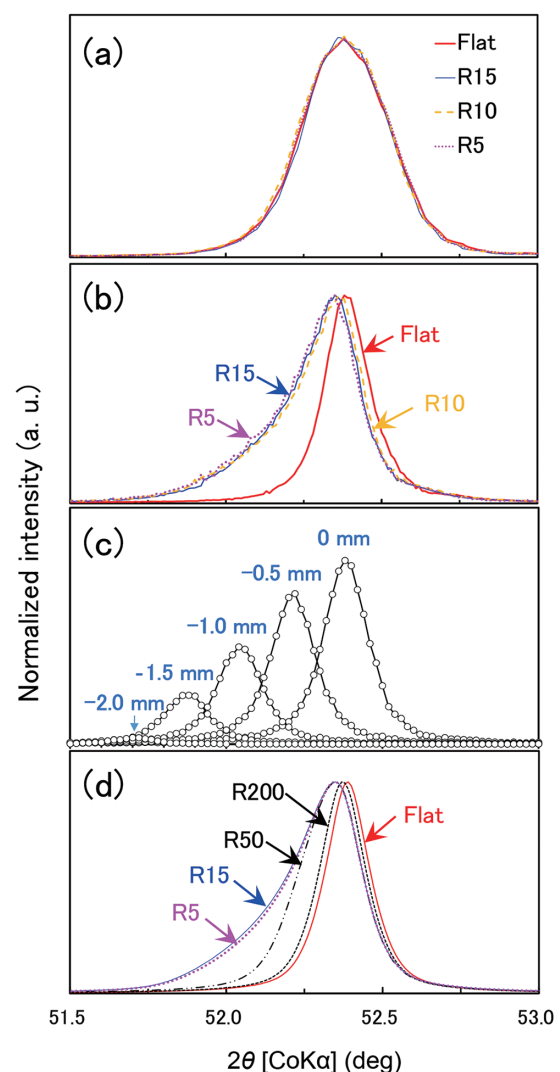


図 3 1 時間ミリングした鉄粉試料の 110 XRD ピークプロファイル (測定およびシミュレーション結果)

X-ray peak profiles of 110 reflection for 1 hour milled Fe samples

- (a) measured by the Micro-focus method
- (b) measured by the Bragg-Brentano method
- (c) measured by the Bragg-Brentano method with various heights
- (d) simulated by the Bragg-Brentano method with various heights

測定した時の  $\alpha$ -Fe の 110 ピークプロファイルである。測定面の高さを低くする (図 1 の -y 方向にずらす) に従いピークプロファイルは半値幅を保ちながら低角度側にシフトし回折強度は単調に減少した。このことから湾曲試料のピークプロファイルは図 3 の (c) に示す様な複数のピークプロファイルが積算して構成されていると予想される。そこで湾曲試料の測定面の高さずれ量からピークプロファイルのシフト量を計算し、複数のピークプロファイルを積算する事で湾曲試料の非対称ピークプロファイルをシミュレーションした。シミュレーションの詳細については参考文献 15) を参照されたい。結果としては、図 3 の (d) に示すプロファイルがシミュレーションから得られ、図 3 の (b) に示す実測プロファイルとほぼ同じ形状となった。よって湾曲試料のピークプロファイルが非対称になる原因が測定面の高さずれによるものである事が明らかになった。また、このシミュレーションから、湾曲試料を集中法で測定する際にどの程度の湾曲率であればピークプロファイルの変化が少ないかを湾曲試料を作製して測定せずとも計算から予測する事が可能となった。

次に試料の湾曲率と X 線照射幅との関係を調べるため、X 線進行方向と垂直な方向 (図 1 の x 方向) の X 線照射幅  $L$  を変化させてシミュレーションを行った。X 線照射幅  $L=1, 5, 15\text{mm}$  でシミュレーションした  $\alpha$ -Fe の 110 回折ピークプロファイルの対称性  $S$  と試料半径  $R$  との関係を図 4 に示す。

縦軸は対称性  $S=\text{FWHM}_L/\text{FWHM}_R$  である。ここでピークプロファイルのピークトップを境にして左半分の半値幅が

$\text{FWHM}_L$  で右半分が  $\text{FWHM}_R$  である。ピークプロファイルが左右対称の場合、 $S$  の値は 1 となる。湾曲率の大きな試料を集中法で測定すると X 線照射幅  $L=5, 15\text{mm}$  とともにピークプロファイルが非対称となるが、 $L=1\text{mm}$  の時は湾曲率によらず左右対称なピークプロファイルが得られる事がわかる。

### 3.2.2 湾曲試料のラインプロファイル解析

微小部法で口径  $0.2\text{mm}\phi$  のコリメーターを使用し、表 1 に示す半円柱状の湾曲試料を  $\theta$ - $2\theta$  測定した。 $0.2\text{mm}\phi$  のコリメーターを通過した X 線は発散し試料面での実際の X 線照射幅は X 線進行方向と垂直な方向 (図 1 の x 方向) では約  $1\text{mm}$  となる。図 5 に湾曲試料の半径  $R$  を変えた時の (a) 転位密度、(b) 結晶子サイズ、(c) 転位配置パラメーター、(d)

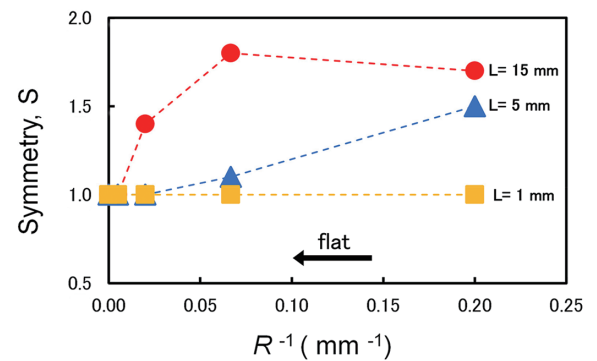


図 4 110 ピークプロファイルの非対称性と試料半径の関係  
Relationship between asymmetry of 110 peak profile and radius of sample

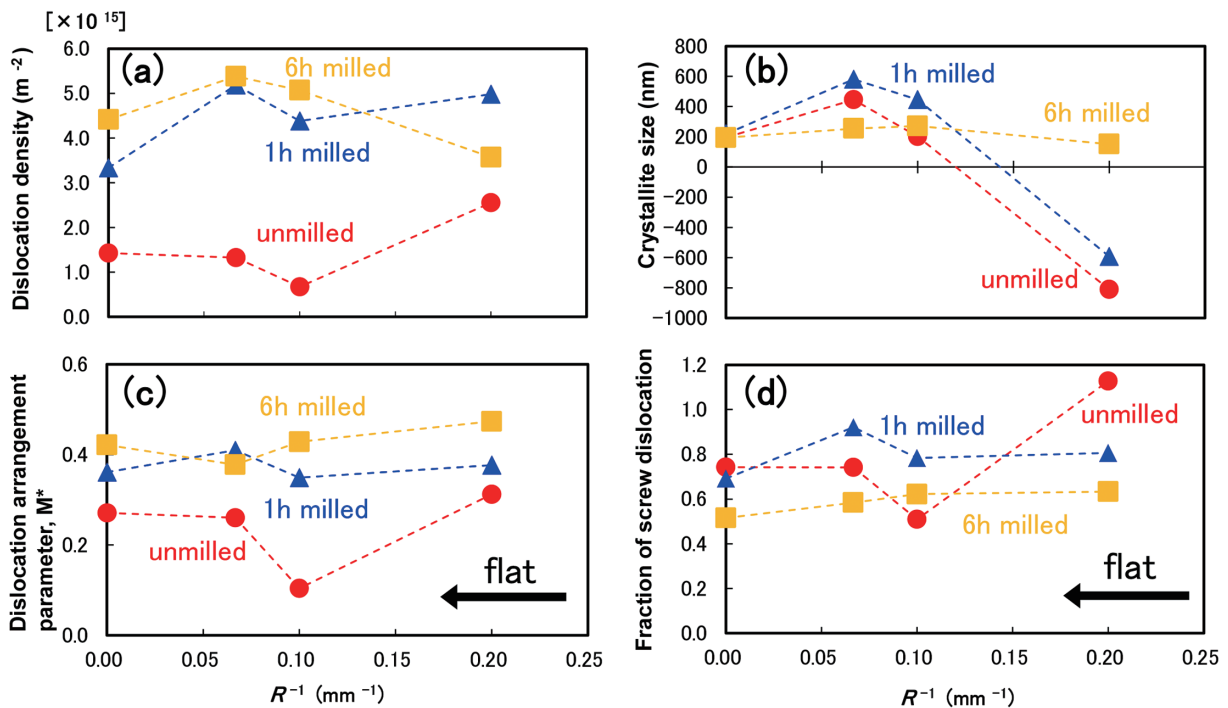


図 5 (a) 転位密度、(b) 結晶子サイズ、(c) 転位配置パラメータ  $M^*$ 、(d) らせん転位の割合と  $R^{-1}$  の関係  
Changes in (a) dislocation density, (b) crystallite size, (c) dislocation arrangement parameter  $M^*$ , and (d) fraction of screw dislocation as a function of  $R^{-1}$ . ●: unmilled, ▲: 1h milled, ■: 6h milled

らせん転位の割合を示す。

ミリング時間の増加に伴い転位密度が上昇する傾向は R10, R15 でもとらえる事ができたが,  $R^{-1}=0.2$  (R5) ではとれられなかった。

ミリング時間の増加に伴う結晶子サイズの傾向はミリングした試料(1時間と6時間)のみに注目すれば,  $R^{-1}=0.2$  (R5) 以外は大きく外れてはいない。

転位配置パラメーター  $M^*$  については  $R^{-1}\approx 0.07$  (R15) 以外は同じような傾向を示す。

ミリング時間の増加に伴うらせん転位の割合の傾向はミリングした試料(1時間と6時間)だけに注目すれば大きな変化はない。

以上より幅 1mm の X 線を用いて湾曲試料の転位密度を評価する場合の適用限界は R10 までと考えられる。ミリング前の試料(unmilled)で値のバラつきが大きい原因は、微小部法の角度分解能が低いためミリング前の試料ではピーク幅が狭すぎて試料由来のプロファイルの半値幅の評価が厳しくなるためと推定される。試料半径  $R$  の変化に伴って転位密度、結晶子サイズなどの値が変動する原因としては、低角度側の回折ピークが高さずれの影響を受けやすくピークプロファイルにもその影響が及んだためと推定される<sup>15)</sup>。

## 4. 結 言

平板および円柱状に成型した鉄粉末を集中法と微小部法で XRD 測定して X 線ラインプロファイル解析を実施し、微小領域や湾曲した材料への適用限界に関する調査を行った。

その結果、平板試料では微小部法と集中法でほぼ同じ転位密度と結晶子サイズが算出できる事がわかった。湾曲試

料を集中法で測定するとピークプロファイルが非対称になる原因が試料測定面の高さずれによる事が明らかとなり、X 線照射幅を 1mm にすると対称なピークプロファイルが得られる事がわかった。そして微小部法で X 線照射幅を 1mm にすれば半径 10mm までなら転位密度の測定が可能である事がわかった。

## 参考文献

- 1) Williamson, G.K. et al.: Acta Metal. 1 (1), 22 (1953)
- 2) Warren, B.E. et al.: J. Appl. Phys. 21 (6), 595 (1950)
- 3) Ungár, T. et al.: Appl. Phys. Lett. 69 (21), 3173 (1996)
- 4) Ungár, T. et al.: Phys. Status Solidi. 171 (2), 425 (1999)
- 5) Ungár, T. et al.: Acta Mater. 46 (10), 3693 (1998)
- 6) Tomota, Y. et al.: Tetsu-to-Hagané. 103 (2), 73 (2017)
- 7) Rachinger, W.A.: J. Sci. Instrum. 25 (7), 254 (1948)
- 8) Borbély, A. et al.: J. Appl. Crystallogr. 36 (1), 160 (2003)
- 9) Krivoglas, M.A.: Theory of X-Ray and Thermal Neutron Scattering by Real Crystals. New York, Plenum Press, 1969
- 10) Simmons, J.A. et al.: Fundamental Aspects of Dislocation Theory. Spec. Publ. No. 317. Vol. II. Washington DC, Nat. Bur. Stand. (US), 1970, 1195p
- 11) 伊藤敦広：X 線回折による鉄鋼材料の転位特性解析の基礎的研究。東京都市大学 博士(工学)論文 甲第 184 号。2023-03-19. 第二章. pp. 50-67
- 12) Khatirkar, R.K. et al.: Mater. Chem. Phys. 123 (1), 247 (2010)
- 13) Wilkens, M.: Phys. Status Solidi A. 2 (2), 359 (1970)
- 14) Ribárik, G. et al.: Crystals. 10 (7), 623 (2020)
- 15) Itoh, A. et al.: Tetsu-to-Hagané. 109 (4), 267 (2023)



伊藤敦広 Atsuhiko ITOH  
日鉄テクノロジー(株) 研究試験事業所  
物理解析ソリューション部 構造解析室  
主幹 博士(工学)  
千葉県富津市新富20-1 〒293-0011



今福宗行 Muneyuki IMAFUKU  
東京都市大学 機械システム工学科  
教授 工学博士