

直視式結晶方位解析装置の開発について

A Special X-Ray Diffractometer for Determining the Crystal Orientation

鶴岡 一夫* 安部 忠広**

Kazuo Tsuruoka

Tadahiro Abe

深尾 良郎***

Yoshiro Fukao

Synopsis:

A special X-ray diffractometer has been developed for the purpose of determining the orientation of a single crystal or an individual grain in an aggregate.

The apparatus consists of an X-ray source, a special goniometer, an X-ray detector, an intensity modulation circuit and a displaying unit such as a Brown tube.

A specimen mounted on the holder of the goniometer is rotated about both α and β axis continuously. The α axis rotates at 1° during the rotation of 360° about β axis. The detector is fixed at the position on the goniometer at an angle to the beam equal to twice Bragg diffraction angle for the desired plane. When the detector receives the diffracted X-rays, signals induced are transmitted to the displaying unit through the intensity modulation circuit. Since the unit operates synchronously with the rotations of both α and β axis, the poles of the desired plane of a crystal are displayed as bright spots on the Brown tube, and the crystal orientation can be easily determined. The time required to determine the orientation of a crystal is less than 4 minutes.

The apparatus is now being improved so as to apply to the determination of the degree of the preferred orientation of the aggregate.

1. まえがき

筆者の1人は、さきに、極点図装置を粗大結晶粒試料に適用するための検討を行ない、X線に照射される結晶粒の数が約400個以上あれば、ほぼ満足すべき集合組織を決定でき、被照射面積の拡大により超粗大粒試料まで適用しうることを明らかにした。実際には試料台および積分機構の複雑化、大面積の試験片調整の困難、あるいは精度

の問題などの制約を受けるので、それらの点を考慮して装置を開発した。その装置により、JISフェライト粒度番号-2(平均粒径約0.8mm)までの粗大結晶粒試料の定量的極点図の作製が可能になったが、それより粗大な結晶粒についてはそれぞれの結晶粒を単結晶として取扱ひ、ラウエ法でひとつずつ方位解析をしなければならぬ。

一般にラウエ法は、普通の装置を使用すると、露出、写真処理、ラウエはん点の解析およびステレオ投影図(極点図)の作製などに、かなりの時

* 技術研究所物理研究室室長

** 技術研究所物理研究室主任研究員

*** 東京芝浦電気株式会社玉川工場電子計測設計部 理学博士

間を必要とする。このために最近では、写真処理時間を短縮できるポラロイドランドフィルムを使用したカメラが市販されるようになったが、それでも解析に手数を要するのであまり能率的とはいえない。したがって、材料全体を代表するような方位決定には、ばり大な時間と労力を要することになり、やむなく任意に選んだ少数の結晶粒の方位測定により、データの処理をしなければならなかった。

これらの問題点を解決するため、筆者らは、X線回折装置に特殊な試料回転機構と輝度変調回路およびポーラーネットを具備したブラウン管装置とを組合わせて、簡単、迅速に、所定の格子面の極点図が直接像として表示できる装置を試作した。さらに本装置を多結晶体にも応用できるように検討を加えた。

2. 基本的構想

計数管付のX線回折装置を用いて単結晶の方位を測定するには、図1に示すように、X線回折装置に試料を固定し、一定波長のX線を照射する。検出器を結晶中の特定の格子面に対するブラッグ角 θ の2倍の位置に設定すれば、反射が検出される。そのとき特定の格子面は入射X線と反射X線との二等分線に垂直である。たとえば反射を検出する格子面として、 α -Feの(100)のような直交軸系結晶の軸面を選べば、上記の二等分線が結晶軸の方向を与える。測定原理は単純であり、ブラッグの法則はつねに成立するので、この方法ははなはだ有効である。しかし、実際に適用するには以下に述べるような若干の問題がある。

(1) 結晶面法線を与える上記の二等分線は、回折装置の機械系を基準とした方向である。しかし結晶方位を数量的に表現するには、試料に固定した座標軸を基準にとる必要がある。したがって試料と回折装置との相対関係が不明確であれば、方位決定の目的を達することはできない。不規則な形状の試料あるいは微小な試料ではこの困難はとくに大きい。さいわい筆者らの対象とする試料は板状のものが多くあまり不都合はないが、それでも試験片の平坦度などが測定精度に影響する。

(2) 試料を回転して図1に示す反射条件をみたす位置を求めるには、2種の回転要素を必要とする。2種の回転要素としては種々の取り方が可能であるが、回転角が結晶方位を直接的にあらわしかつ機械的には単純な方式が望ましい。

(3) ひとつの結晶面あるいは結晶軸の決定は前述のように二次元の問題であるが、ひとつの結晶方位を決定するのは三次元の問題になる。すなわち格子面(100)の極点の二次元座標 (α, β) は、a軸の方向を与える。しかし、他の結晶軸bあるいはcは、a軸に垂直な平面内にあることはわかるが、その平面内のどの方向を向いているかわからない。したがって、結晶方位を完全に決めるには、bあるいはc軸の方向をあらわす数値を知る必要がある。

(4) 測定は結晶方位が未知であることを前提としているので、試料を回転させながらX線検出器の反応を観測し反射位置を決定する。検出器はブラッグ反射の条件をみたす位置で顕著に反応するが、その他の位置ではなんらの情報も伝えない。しかも反射の起こる角度幅は狭いので、回転が速いと反射を見すごす可能性がある。したがって、反射位置を確実に知るためには2種の回転要素を系統的かつ適正な速度で動かし、ステレオ投影図の全面を走査させる必要がある。全域走査は多結晶体の優先方位測定に用いられるが、この場合、方位分布が連続的に変化するので間けつ的な走査で足りる。実際に、2種の回転要素の少なくとも

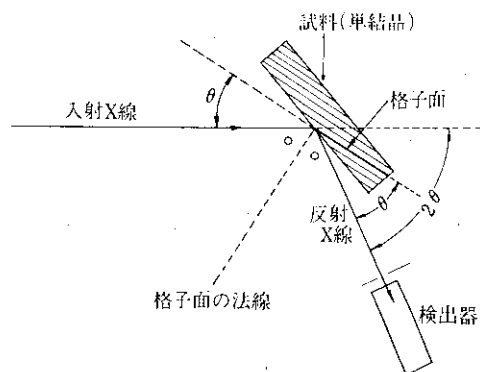


図1 ブラッグの法則と結晶方位

一方は 5° , 10° などの角度間隔で走査している。この方法をそのまま単結晶に応用する場合、角度間隔を十分小さくしないと反射の観測漏れを起こすおそれがあり、正確な方位決定には走査時間が極端に長くなる。また筆者らの目的は、他の方法を適用しにくい粗大結晶粒で構成された多結晶体の優先方位の決定にある。結晶粒が粗大なとき、やむを得ず個々の結晶を単結晶として扱い統計的に結論を下すには、多数の結晶粒の方位測定を行なわなければならない。したがって、このような多結晶体にこの方法を適用するには、時間の面から考えて実用性に欠ける。

前述の問題点中(1)ないし(3)は、装置の設計、操作技術などに十分な配慮が必要であること、および適用範囲、測定精度などに限界のあることを示唆するが、この方法の価値を否定するほどのものでない。残る(4)の所要時間の問題は、この方法の実用性に致命的なものである。そのため、時間を大幅に短縮する可能性について考える。

まず前段階として、優先方位の測定に長時間を必要とする理由を考察する。X線光量子を計数して、X線強度とする測定では、 $1/\sqrt{N}$ の統計誤差を伴うことが知られている。ここにNは計数値である。一般に優先方位の分布をあらわす回折X線強度は、計数率として大きい場合には 10^3cps をこえるが、小さい場合は 10^2cps 程度に過ぎない。 10^2cps を1sec計数すれば誤差は $\pm 10\%$ 、4sec計数すれば $\pm 5\%$ となる。 α と β をともに 5° 間隔とし、 α を $0\sim 90^\circ$ 、 β を 360° にわたって走査するとき、測定点は $(360/5) \times (90/5) = 1,296$ 点となる。1点での計数時間を4secとし、最低の計数率に対して $\pm 5\%$ までの誤差を許容すると、 $4 \times 1,296 = 5,184$ sec、すなわち約1.5hが全所要時間となる。

単結晶の場合、測定間隔を 1° にとり他の条件を等しいとすれば、全所要時間は前記の25倍の36hにおよぶ。この場合回折X線強度を 10^3cps としているが、単結晶の方位測定では、

- (a) ピーク値はきわめて高く 10^5cps 程度の回折X線強度が得られる
- (b) ピーク値以外は低いバックグラウンド計数を与えるに過ぎない

(c) ピーク位置を α , β などの角度値として求めることが目的で、回折X線強度を定量的に測定する必要がないなどの特徴がある。ピーク位置での計数率を 10^5cps とすれば、4m secで400の計数値が得られる。 $\pm 5\%$ の統計誤差があっても、ピーク位置をバックグラウンドと明確に区別して認識することができるので、全所要時間は36hの $1/1,000$ すなわち約2minとなる。この程度の測定所要時間であれば十分迅速であるということができ、多結晶中の100個の結晶の方位を、個別に測定することもさほど困難を伴わず実施可能である。

この可能性を現実化するための装置は、m sec程度的高速現象を適確に処置できるものでなければならない。 1° 間隔の1点ごとの測定をくり返す方法をとると、 1° ごとの回転および停止などの機械的操作に多くの時間を要し迅速性に欠ける。そのため試料の回転は、間けつ的なものでなく連続的なものでなければならない。前例では 1° に4m secを要するので、 360° の角度範囲の測定には1.44 secを必要とする。これを連続回転の速度に換算すると41.7rpmとなる。このような高速回転を与えるには 360° の変域をもつ β 軸が適当であり、 α 軸には β の1回転の1.44 sec間に 1° 進むような回転を与えればよい。

試料の連続回転に対応して、回折X線の検出も1点ごとの計数でなく連続的に監視する形式となる。検出を認識するための表示装置として、指示計器、自動記録計器などは、指針の慣性のためにm sec程度的高速現象には適さない。したがって、純電子的な方法、たとえばブラウン管が適当な表示装置として考えられる。

表示は一瞬に終る検出を明瞭に指示するだけでなく、最終目的である結晶方位を適確に数量的に指示するものでなければならない。角度を読取りこれを計算処理し、得られた値を結晶方位として解釈するなどの手続きに、手数と時間とを要するような方法は望ましくない。この点でもブラウン管は、次の理由により有利性が認められる。すなわちテレビジョンなどでは、ブラウン管の画面中の位置を規定する二次元の変数に対して明るさを変化させているが、これと同様の手段によりX線量を輝度で代表させ、 α , β の2個の独立変数の

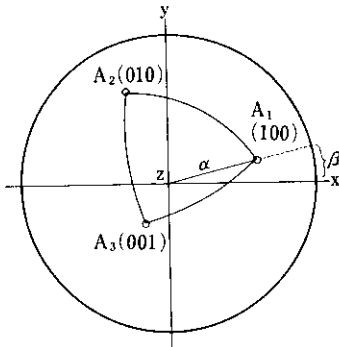


図 2 直交軸系結晶の軸面(100), (010), (001)のステレオ投影の例

関数としてこれを表示することが可能である。具体的にはブラウン管面をステレオ投影面に見立て、X線を反射した格子面の極点を輝点として表示する。これにより結晶方位は画面を一見すれば直観的に把握され、数量的にも α, β あるいはその他の角度値として直読できる。(図2参照)

X線検出器および検出回路は 10^5 cpsの不規則パルスに応答させるため、時間分解能の十分高いものが必要である。またX線管の電源には、回折X線の検出される時間が、前述のようにm sec程度で商用周波数の半サイクルよりも短いので、コンデンサーを用いた平滑回路を使用しなければならない。

3. 装置の説明

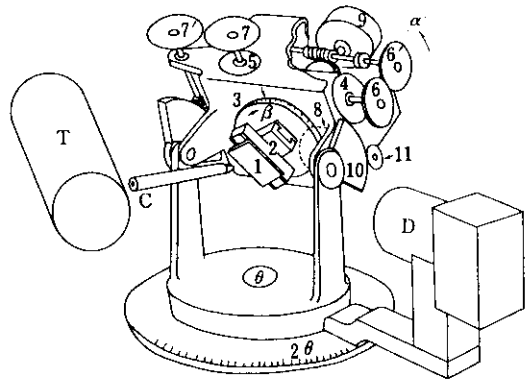
3.1 試料回転機構 (図3参照)

試料の回転は、前述のように優先方位測定の場合と原理的に同じにし、回転様式として α 角度範囲を大きくとれるシュルツ法¹⁾を採用した。 α は

表1 回転速度と走査線間隔および所要時間

α 回転速度 (deg/min)	β 回転速度 (rpm)				所要時間* (min)
	40	20	10	5	
	走査線間隔 (deg)				
40	1	2	4	8	2
20	0.5	1	2	4	4
10	0.25	0.5	1	2	8
5	0.125	0.25	0.5	1	16

* $\alpha=0^\circ$ より 80° までの走査時間



- 1. 試料
- 2. 十字動試料保持器
- 3. β 角目盛板
- 4. β 駆動用モーター
- 5. α 駆動用モーター
- 6. β 変速用歯車
- 7. T α 変速用歯車
- 8. α 信号用ポテンシオメーター
- 9. β 信号用ポテンシオメーター
- 10. H. α 伝達歯車
- θ ゴニオメーターの θ 軸
- 2θ ゴニオメーターの 2θ 目盛板
- D 検出器
- T X線管
- C コリメーター

図 3 試料回転機構概略

0° から 90° まで回転可能であるが、 80° 以上になると試料とコリメーターが接触するため 80° までの回折しか検出できない。

試料は、 β 軸と1体に回転する。試料の面を、 β 軸に垂直にかつ α, β および θ の3軸の交点を含む面に固定する。この条件を保ちながら、試料を β 軸に垂直な平面内で移動させる試料保持器を β 軸にとりつけてある。この十字動装置と照準用顕微鏡とにより、試料面内の任意の位置を装置の中心に移動させ、任意の結晶粒を選んで測定することができる。

α, β の両軸は、それぞれ同期電動機で回転させ、図3の歯車を交換して、速度を表1のように変えることができる。測定に要する時間および走査線間隔は、 α, β 両回転速度の組合せによって定まる。

図3の8と9はともにポテンシオメーターで、 α および β の回転角に対応した信号を出す。角度表示の精度をよくするためには、 β 軸のように同期電動機と直結させる方がよいが、 α 軸に一段の歯車を入れたのは α の回転範囲が 90° と小さいので、ポテンシオメーターの回転角を大きくして感度を向上させるためである。

3.2 ゴニオメーターおよびその他

以上の回転機構を、1:2の連動機構を有する

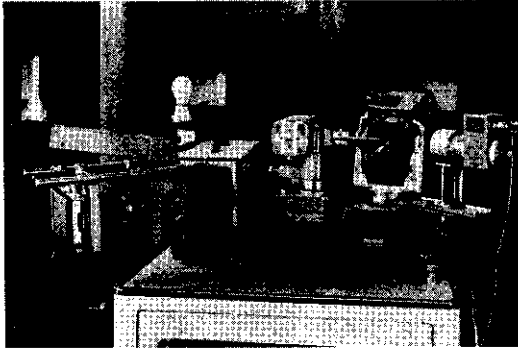


写真1 装置の外観

通常のX線回折用ゴニオメーターの θ 軸に装架する。試料の所望の格子面に対する 2θ 角に検出器を設定すれば測定ができる。

コリメーターは入射X線束の方向を規定し、かつ試料面上の照射面積を限定する目的がある。小さい粒子を選んで測定できるためには、孔径を小さくしなければならないが回折X線強度が低くなるので限界があり、今までに $0.2\text{mm}\phi$ から $3.0\text{mm}\phi$ までの種々の大きさの孔径のものを試用した。

前記の分解能の要求に適合する検出器として、シンチレーション計数管を使用した。ゴニオメーター、検出器、その他比例増幅器、波高分析器などの検出回路およびX線発生装置などは、すべてX線回折用の標準品を用いた。(写真1参照)

3.3 表示装置

3.3.1 偏向回路

試料の空間的角度を、ステレオ投影図としてブラウン管上に表示すれば目的は達成される。その位置をステレオ投影図上の極座標 r, ϕ であらわせば、 α, β との関係は

$$\left. \begin{aligned} r &= k \tan(\alpha/2) \\ \phi &= \beta \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots(1)$$

となる。 k はステレオ投影図の半径である。試料の回転と同期して式(1)の関係を實現する方法は種々考えられるが、試作では前述のように α および β 軸とともに回転するポテンシオメーターを用い

た。ともに関数形ポテンシオメーターで、抵抗値は α 軸のものは $\tan(\alpha/2)$ に、 β 軸のものは $\cos\beta$ および $\sin\beta$ に比例する。これらを一定電圧 E_0 の電源とブラウン管装置の偏向端子との間に、図4のように接続すれば式(1)の関係が實現される。

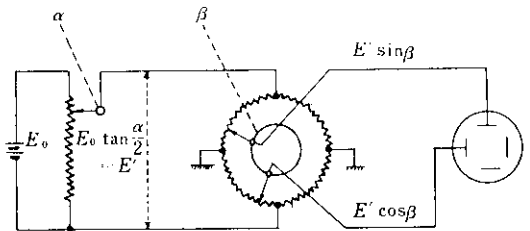


図4 ステレオ座標発生原理

この結果、試料回転に応じ輝点はブラウン管上を渦巻状の軌跡を描いて全面走査する。

3.3.2 輝度変調

(1) 波高分析器の出力は幅 $0.8\mu\text{sec}$ の電圧パルスである。原則としてこれをそのままブラウン管回路の輝度変調端子に加える。ブラウン管は上述のように渦巻状に走査されるが、パルス電圧が入力された時以外は、軌跡が輝線として見えないように負のバイアスをかけてある。パルス電圧が入力するとバイアスを打消して輝点があられる。すなわち1個のパルスに1個の輝点に対応する。

輝いている時間は入力パルス幅に等しく μsec 程度であるから、1個の単独パルスは輝点としては肉眼で認識し難い。この理由でバックグラウンド計数はほとんど識別できない。回折位置では数十ないし数百のパルスが密集して入力する。おのおの輝点の位置は試料の回転につれていく分偏位するが、輝点の大きさに対してその量が小さいので、ほとんど同一の位置で繰返し光ることになり、重畳の効果で肉眼観察および写真撮影が可能である。

(2) 輝度の弱いブラウン管装置を用いた場合この機構では輝点が見えないことがある。パルス電圧を増幅してもブラウン管の応答に限界

があるので、輝点の視覚的明るさを増すには回路的にパルス幅を拡げる方法がある。この方法は、回路の分解能を落した数え落しを多くするが、ピークを認識する目的には支障はない。

この回路を使用すると、低い計数率のバックグラウンドに対しても入力に対応する輝点が見られる。この輝点はピークと区別できるが、不要の輝点を除去するために、一定の計数率以下ではパルスを切捨て、ブラウン管に入力しないような機能をもつ回路も取りつけることができる。

(3) 以上の回路は終始パルスを扱う点に特長があり、時定数を利用して計数率に比例する電圧を発生させる、いわゆるレートメーター回路は応答の遅れが大きく、高速で移動するブラウン管上の位置に誤差を生ずるおそれがあり本目的には適しない。

3.3.3 ブラウン管装置

輝度変調回路には高速の応答性が要求されるが、この種の技術はすでに確立されている。回路に混入する雑音が輝点としてあらわれると、測定上支障となるので雑音は十分に防護する必要がある。

通常の観測用ブラウン管装置に要求される偏向感度と、高周波に対する偏向応答性はこの装置には必要でないが、偏向量の精度および再現性を確保するため、安定な直流増幅回路を付属させなければならない。

輝点発生は1瞬間であるから注意して観察しないと見逃すおそれもある。試作装置では残光性のブラウン管を使用したのでこの点は幾分改善されたが、残光時間が数十秒であるので走査の初期にあらわれた輝点は終期には消失している。ブラウン管の像を写真に撮影することは、記録として保存する目的のほか、瞬時に発生し消失する像を見やすくする手段ともなる。

ブラウン管にステレオ尺度の目盛板(ポーラーネット)を重ね、 α および β の角度値を直読できるようにしてある。

なお、現在、人為的に消去するまで像が保持されるブラウン管を用いる装置を製作中である。

4. 総合特性

4.1 感度と走査速度

十分な大きさをもつ結晶粒に対し、孔径の大きいコリメーターを使用して強い反射が検出され、前述のように2 min で全域を走査できることを確かめた。走査速度をより高くして1 min 以内で測定することも感度の点からは可能と思われるが、機械的要因から回転速度が制限される。すなわち 3×6 cm の試料の端の部分測定するとき、十字動機構をも含めて β 回転軸に、はなはだしく不平衡の荷重がかかるので、あまり高速回転はできず前記の速度におさえられる。

微小な粒子を選んで測定するために、コリメーターの孔径を小さくすると感度が低下し、時間を要するかあるいは測定不可能となる。この関係および測定可能の限界については目下実験中である。

4.2 分解能

さきに走査線間隔 1° の場合を例にとり考察したが、表1のように α と β との回転速度を組合すことにより、走査線間隔は広範囲に選べる。ただし β の回転速度に制限があるので、走査線を密にすると測定時間は長くなる。

走査間隔 1° の場合、反射を逃さずに捕えるには、反射可能域は α の 1° の変化にわたる幅を持たなければならない。前述のようにシュルツ法の回転様式においては、 α の変化に対するピークの幅は大きくなりがちで、むしろ 1° 以内におさえるのにとくにX線光学的な考慮を要する。したがって反射が観測から洩れるおそれはないが、この事情が α の分解能を決定する。

反射を洩らさずに確実に捕えるためには、一般に極点は2本以上の走査線にまたがることになる。この場合分解能は走査線間隔よりもむしろX線光学的な拡がり依存する。

分解能を向上させるためには、輝点はできる限り小さく輪郭のはっきりした円形であることが望ましいが、この点もブラウン管の特性から制限を

うける。また前記の理由から極点の像は一般に単独の輝点より大きくなるが、この寸法がそのまま分解能に相当しない。すなわちある大きさの極点像の中心点の α , β を読取ることもできるからである。

β は連続的に変化しまた α よりも正確に位置が定まるので、分解能にはあまり影響を与えない。

4.3 測定精度

4.3.1 再現性

装置の不定の変動は、機械的にも電氣的にも、この方法の本質的な精度範囲内におさえることが容易なため、同一試料の繰り返し測定時の再現性は十分である。

不定の変動の要因としてもっとも警戒を要するのは、前述の試料と装置との相対関係で、これは試料の保持方法および試料自身の形状などにより影響される。

4.3.2 角度測定値の絶対精度

読取った α , β の値の正確さに影響する要因として次の諸項がある。

- (1) ポテンシオメーターの関数精度
- (2) 偏向増幅器の直線性と安定度
- (3) ブラウン管の偏向感度の直線性
- (4) ブラウン管の水平・垂直軸の直角度

回路技術上の問題(2)のために誤差を導入することはまず考えられない。その他の要因については、現在市場で入手し得るポテンシオメーターおよびブラウン管の特性上の限界がある。図4とは異なる原理でもっと精度のよい方式もあるが、ブラウン管上での測定の性質として、測定精度 $\pm 0.5^\circ$ 以上を期待するのは無理である。この程度までの誤差が許され迅速性を主眼とする目的に本方法が適する。

機械部分は十分に高精度に製作し得るから、試料回転装置上の角度目盛を正確に読取ることができる。精密な方位決定を行なうには、輝点の出現した位置で走査を中止し、手動により α と β とを動かし、ブラウン管の輝度またはレートメーターの指示の最大の位置を求めて、 α と β とを読取る

ことにより可能となる。

5. 多結晶試料への応用

本装置は、多結晶試料中の1個の粗大結晶粒あるいは単結晶を対象として設計した。一般に多結晶体中の個々の結晶は、微細であるが単結晶であり寸法に大小がある。このような多結晶体中の複数の結晶を対象とした場合、本装置の適用上の問題を検討する。試料は平坦な面を有するものとし、便宜上粒度によって次のように分類する。

- (1) 極粗粒：1個の結晶粒のみX線で照射される
- (2) 粗粒：照射野内に数個結晶が存在する
- (3) 中粒：照射野内に数十個結晶が存在する
- (4) 微粒：数百個以上が照射される

5.1 粗粒の試料

分類(1)の“極粗粒”はX線照射野よりも結晶粒が大きい場合、あるいはX線束を細く絞って照射を1個の結晶粒内に制限しうる場合であって、測定技術としては単結晶法となる。この種の試料については十分に目的を達したことはすでに詳述した。

分類(2)の“粗粒”の試料についても、検出される限りの格子面の極点がブラウン管上で観測され、あるいは写真に記録されることは分類(1)と同様であるが、定量的に測定する場合にはX線照射野に問題がある。すなわちX線束の断面形状はコリメーターにより円形になっているが、試料面がX線束に垂直でないために照射野は楕円形となる。その長軸の長さは α とともに長くなり、この楕円が β 回転とともに相対的に試料面上で回転する。したがってつねに一定の結晶粒が照射されないので、回転中心からやや離れた結晶粒は α が大きくかつ β の特定の範囲内でのみ照射される。しかも照射されたときに反射を起こすとは限らない。

この事情を考慮すると、統計的な方位分布の資料を得るには、試料面上の位置を変えて相当の数の測定を行なう必要がある。この場合は走査を繰返し全所要時間も必ずしも短かくはないが、他の方法でははるかに長時間を要するか、あるいは全く不可能なので優位性は認められる。

5.2 中粒の試料

数十個ないし百個以上の結晶粒が観測にかかる場合が分類(3)で、この程度に結晶粒が多くなると局所的な不均一は平均化されて、上記粗粒の場合の不都合はなくなる。しかし画面はそれぞれの結晶粒に対応する多数の極点から構成されるので、次の問題が起こる。

(a) 一般の極点図において方位分布を示す数量は、結晶粒の個数よりはむしろ容積に比例する。本方法の場合、1個ごとの検出パルスに対応する輝点が画面上で分離していれば、輝点の密度分布がそのまま結晶方位分布を表わす。しかし優先方位を持った試料では、極点の位置に多数の輝点が重畳するので、実効的の明るさが入力パルス数に比例すれば方位分布が決定できる。しかしこの装置では、明るさの定量的な測定が困難である。

(b) X線量は計数率すなわちパルスの時間的密度に比例する。これを平面上の空間的密度として表現するには、平面上の単位は時間に比例しなければならない。 α および β を定速で回転する前述の装置はこの条件を満足しないから、単結晶の方位測定には十分であっても多結晶には完全でない。 β 回転が定速のため、走査の線速度はポラーネットの外周部で速く中心部で遅い。また走査線間隔は α の角度値では一定でも、ポラーネット上では外周部が開いている。このため等しい計数率に対しても輝点密度は中心部で密、外周部では粗となる。

X線量とブラウン管上の実効的明るさとの関係を均一にすることは可能である。ポラーネット上で走査の線速度が一定となるように β 回転速度を、また走査線間隔が一定となるように α 回転速度を、ともに α の関数として自動的に変化させる方法がそのひとつである。また回転は定速とし、1個のパルスの輝度を回路的に α の関数として調整する方法もある。

5.3 微粒の試料

各結晶粒に対応する極点はもはや分離せず連続的分布となる場合である。従来の装置で用は足り

るが所要時間の長いことが難点である。本方法の原理を応用して迅速化ができるならばその効用は大きい。

単に方位分布を直視できる像を作る原理としては、前項の中粒の場合の諸点が解決されていればよい。残る問題として次の2点がある。

(a) 計数率が低いための統計誤差をいかに処理して必要な定量性をもたせるか。

(b) 単結晶あるいは中粒までの試料では、表示されるのは本来バックグラウンドにくらべてコントラストの高い極点像であり、これはブラウン管に適するものであった。微粒試料の極点図は連続的遷移的に変化する分布像であり、これを視覚的観察にも定量的測定にも都合よく表示する方式を確立する必要がある。

5.4 照射面積

中粒ないし粗粒の試料は従来の方法では方位分布測定がもっとも困難であり、場合によっては不可能であった。

本報告の方法がこの種の試料に対しても有効であり、しかも迅速に測定ができることは注目すべきことと思われる。しかし高速回転のため試料を平行移動する手段は適用されず、したがって実効照射面積はあまり大きくできないが、それでも統計的平均値が得られるのは、走査線間隔が小さいことおよび表示方法の特性による。

もちろん照射面積の大きいことは望ましい。これにより上記分類で“粗粒”に属した試料も“中粒”の扱いが可能となり、1回の走査で方位分布の全般が把握されることになる。しかし照射面積を大きくすると一般に入射X線束の発散度が結晶方位の測定誤差を大きくし、また極点のX線量は増えないのにバックグラウンドはX線束の断面積に比例して大きくなる。ここにも高度で周到なX線光学的技術が要求される。

6. 測定例

6.1 粗大結晶の測定例

写真2に、板面が(110)面にまた圧延方向が

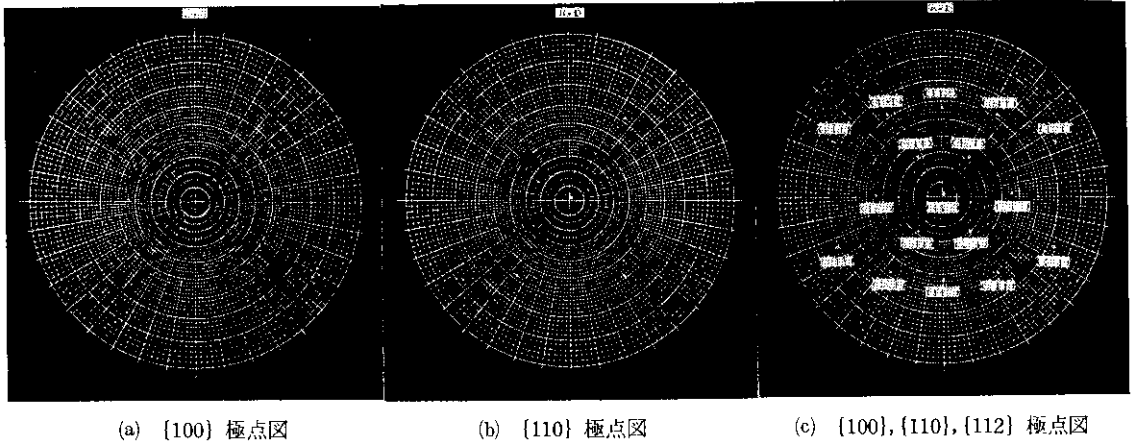


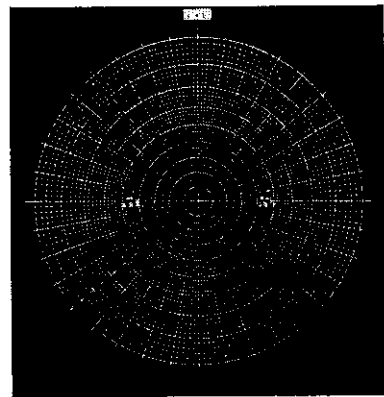
写真 2 (110)[001] 方位に近い優先方位をもつ方向性珪素鉄のひとつの結晶粒の極点図

[001] 軸に平行な、いわゆるゴス方位に近い優先方位を持つ、方向性珪素鉄のひとつの結晶粒を測定した例を示す。(a)は{100}極点図。(b)は{110}極点図、(c)は{100}、{110}、{112}各極点図の多重露出写真である。結晶粒径が8mmφと大きいので、いずれも測定条件はCo管球、25kV、5mA、0.8mmφのコリメーター、α方向の回転速度は40°/min、β方向の回転速度は40rpmで、ひとつの特定格子面の測定所要時間は2minである。

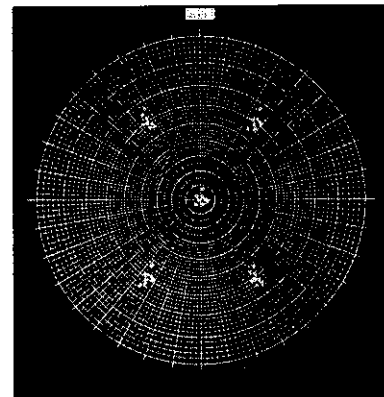
写真2(c)には任意の格子面の極点図が得られることを示したが、方位の決定には写真2(a)かまたは写真2(b)のように、ひとつの格子面の測定で十分であり、傾き角はポラーネットの角度を読めばよい。

なお、前述のようにα方向を80°以上回転すると試料とコリメーターが接触するので、ポラーネットの外周部の10°は測定できない。したがって写真2(a)では圧延方向の(001)とその逆方向の(00 $\bar{1}$)。また写真2(b)では東端の($\bar{1}$ 10)と西端の(1 $\bar{1}$ 0)の極点は現出しないが、このことは方位の決定にはなんらさしつかえない。

以上のように、試料をセットして、所定の格子面の回折位置 2θ に検出器を設定し、スタートボタンを押すだけで短時間に極点図形が得られる。したがってオペレーターは従来の方法のように結晶学的知識を必要とせず、簡単、迅速に測定ができることになる。



(a) {100} 極点図



(b) {110} 極点図

写真 3 (110)[001] 方位に近い優先方位をもつ方向性珪素鉄の数個の結晶粒の多重露出写真

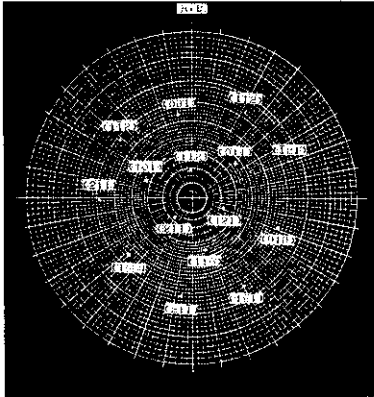


写真4 方位が(111)[2 $\bar{1}$ 3]に近い単結晶の{100} {110} {112} 各極点図の多重露出写真 (0.2mm ϕ コリメーターによる)

写真3は、ゴス方位に近い優先方位をもつ方向性珪素鉄の数個の結晶粒の多重露出写真で、(a)は{100}極点図、(b)は{110}極点図である。結晶粒径は7~20mm ϕ と大きいので、測定条件は前の例と同じくひとつの結晶粒の測定時間は2minである。この写真からいずれもゴス方位に近い方位の結晶であることがわかる。

ここで、方位の決定には支障はないが、写真3(b)のように外周部に比べて中心部の輝点が少し大きくなっているのは、前述のように α および β 方向の回転が定速なためである。

写真4は、単結晶としての測定限界を調べるために用意したコリメーターのうち、最小孔径である0.2mm ϕ で測定した{100}、{110}、{112}各極点図の多重露出写真である。コリメーターの孔径を小さくすると感度が低下するので、測定条件は30kV、8mA、 α 方向回転速度20°/min、 β 方向回転速度40rpmとした。したがってひとつの格子面の測定所要時間は4minとなる。このようにX線強度を上げ測定時間を少し増やせば、かなり小さな結晶粒まで任意の格子面の極点図が得られる。なおこの写真から(111)[2 $\bar{1}$ 3]から約3°傾いた方位の

結晶であることが容易にわかる。

6・2 多結晶試料の測定例

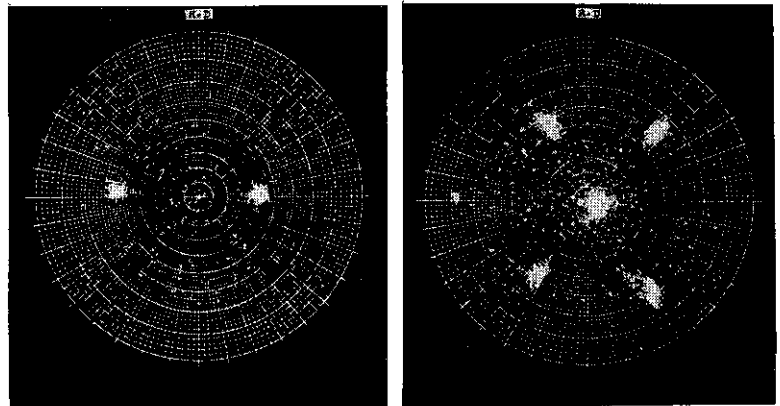
一例として冷間圧延後一次再結晶させた珪素鉄の測定結果を写真5に示す。(a)は{100}極点図、(b)は{110}極点図である。測定条件はいずれもコリメーター0.8mm ϕ 、35kV、10mA、 α 方向回転速度20°/min、 β 方向回転速度40rpmで、測定所要時間は4minである。なおこの試料の平均粒径は0.05mmである。写真から、ゴス方位に近い優先方位をもつ集合組織であることが容易にわかる。このように、迅速に再結晶集合組織の測定ができるようになった効果は大きいと思われる。

7. む す び

ひとつの単結晶の方位決定に長時間を要する従来の方法の欠点を除く目的で、市販のX線回折装置に特殊な試料回転機構と輝度変調回路およびポラーネットを具備したブラウン管装置とを組合せた装置を試作した。

この装置では2~4minでポラーネット上に、試料結晶の所定の格子面極点のステレオ投影図(極点図)が直接像として得られるので、結晶学的知識のない者でも、試料をセットしてスタートボタンを押すだけで直ちに方位の測定ができる。

なお本装置を多結晶集合組織の迅速測定にまで



(a) {100} 極点図
写真5 (110)[001] 方位に近い優先方位をもつ方向性珪素鉄の一次再結晶集合組織

拡張するために検討を加え、定性的極点図の作製が可能であることを明らかにしたが、さらに定量的な方位解析ができるように試料回転機構および電気回路を改造中である。

最後に、本装置の開発に当って種々ご協力頂いた東京芝浦電気株式会社玉川工場電子計測設計部・桜井貞雄、河合敏昭の両氏に厚く御礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) L. G. Schulz: J. Appl. Phys., 20(1949), 1030