

(414)

X線回折による結晶粒度測定原理と応用

(結晶粒度のオンライン自動測定技術の開発 その1)

日新製鋼 周南製鋼所 伊東建次郎 星野和夫 藤岡外吉夫
理学電機 ○円山弘 熊沢昭二 荒木宏信

1. 緒言

金属材料の結晶粒の大きさが材料特性におよぼす影響は使用環境や用途によって利害得失を異にする。オーステナイト(γ)系ステンレス鋼においても例外でなく、用途に応じて結晶粒がコントロールされている。現行実施されている結晶粒度の測定方法は前処理の後、適当な液を用いて化学腐食し、結晶粒界を観察する方法で行なわれている。この測定方法は破壊的であり、かつ迅速性に欠けている。筆者らはX線回折法を用いて非破壊的かつ迅速に結晶粒度を測定する装置および技術の開発をすすめてきた。その結果、オンラインで測定可能な段階になった。ここではその測定原理と応用について報告する。

2. 測定原理

金属材料によるX線回折像は材料の結晶粒径が大きいとき斑点状のデバイリングを与える。結晶方位が全くランダムな場合、回折斑点もランダムに分布する。図1のようにデバイリングを等しいサイズのn個のアーチャーで分割し、それぞれのアーチャー内に入る斑点の数を独立に数え、それらによる相対標準偏差 D_g を求めると

$$D_g = 1/\bar{N}_g \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n (N_{gi} - \bar{N}_g)^2 / n} = 1/\sqrt{\bar{N}_g} \quad \dots (1)$$

となる。ここで N_{gi} は i 番目のアーチャーに入る斑点の数、 \bar{N}_g は n 個のアーチャーによる平均値を示す。

N_g と結晶粒径 d との関係はX線照射野を A 、アーチャーの長さを l_c とし、試料表面にある結晶粒のみが回折に寄与したとすると

$$d = l_c \sqrt{A \cdot \gamma_e} / \sqrt{\bar{N}_g} \quad \dots (2) \quad l_c = \sqrt{P/2L_0 \cdot \cos \theta (\Delta\theta + \alpha)} \quad \dots (3)$$

となる。ここで P は多重度因子、 L_0 はデバイリングの円周、 θ は Bragg 角、 $\Delta\theta$ は試料からX線源をみた開き角、 α は回折線の自然幅である。また、図のように各アーチャーの後にそれぞれ計数管を配備し、i 番目のアーチャーを通過する回折斑点によるX線強度の計数値を N_{si} とすると、n 個の計数管による計数値の相対標準偏差 D は、X線の発生機構からくる統計変動を無視して考えると

$$D = 1/\bar{N}_s \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^n (N_{si} - \bar{N}_s)^2 / n} \quad \dots (4)$$

となる。 N_{si} は N_{gi} に比例することから D は D_g に等しく、(2)式は(5)式のようになり、回折斑点の粒状性からくるX線強度の相対標準偏差を求めることにより結晶粒径が求められることになる。

$$d = l_c \sqrt{A \cdot \gamma_e} \cdot D \quad \dots (5)$$

3. 測定原理の検討と応用

Co対陰極のもとで、γ系ステンレス鋼を用いて得られた相対標準偏差と切断法で求めた結晶粒径との関係を図2に示した。コリメータサイズとアーチャーサイズの組み合わせの相違により、検量線の直線域に相違が認められる。すなわち、被検材料の測定粒度範囲により、コリメータサイズとアーチャーサイズを決定する必要があることがわかった。本報告は条件の選び方と精度の関係、検討結果にもとづいて製作した装置について報告する。

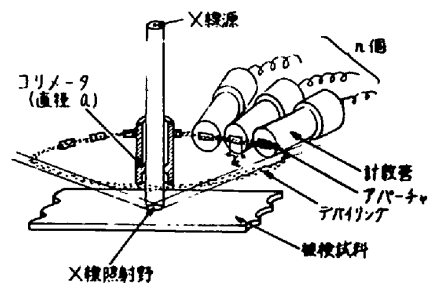


図1 測定原理図

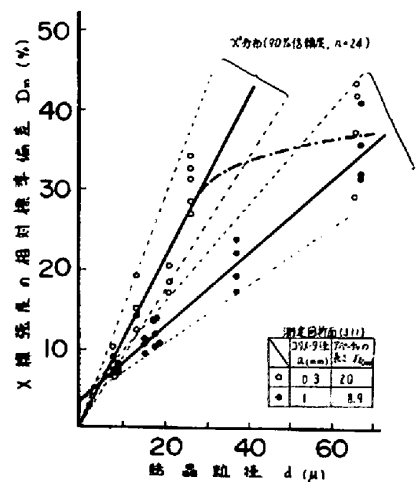


図2 粒径と相対標準偏差の関係