

620.186.8: 548.73: 669.15'24'26'-194.56: 65.011.56

(415) X線による結晶粒度の測定結果および補正方法について
 (結晶粒度のオン・ライン自動測定技術の開発 その2)

日新製鋼 周南製鋼所 星野和夫 伊東建次郎 藤岡外吾夫
 理学電機 拜島工場 円山弘 荒木宏脩 熊沢昭二

1. 緒言 前報でX線回折されたデバイ・リングの斑点の強度をリングにそって分割して計数した計数値の相対標準偏差Dと結晶粒径 d との間に比例関係が成り立つことを示すとともに、予備実験結果にもとづいて試作した結晶粒度測定専用機を紹介した。本報告はこの専用機を用いて焼鈍酸洗されたSUS 304についての実験結果、一部の試料に生じたデータのバラツキの原因およびそのバラツキの解決方法について述べる。

2. 供試材および実験方法 焼鈍酸洗されたSUS 304のカットサンプル 117個を実ラインより採取し供試材とした。117個の試料はすべて板厚2.0 mm以下であるが、鑄造方法、熱延方式、冷延率、焼鈍回数などの面で異なった製造履歴をもつものである。117個のサンプルそれぞれについて10箇所ずつ測定し、各計数管での計数値 N_{Si} と $n=200$ (計数管個数×測定回数)でのDをプリントアウトした。測定時の管電圧、管電流はそれぞれ35 kV, 30 mAで測定時間は2秒である。また、結晶粒径 d はJIS切断法で求めた。

3. 実験結果および考察 117個の試料の相対標準偏差Dと結晶粒径 d との関係を図1に示す。(図1では中心に存在する実験値は一部カットしている。)

破線はJIS結晶粒度番号での ± 0.5 の範囲を示している。 ± 0.5 の範囲よりはずれるデータも一部見受けられた。この原因の一つとして集合組織が考えられる。その一例を図2に示す。結晶方位の集積度の強弱の差異は製造過程中的冷延率、焼鈍回数に主に依存している。117個の試料を冷延率、焼鈍回数の両面から類別しその分類別に検量線を設定することによってDと d との間のバラツキは少なくなる。しかし検量線を多く設けることは煩雑さをともなう。D値の計算方式を変更することによって集合組織の効果を補正する方法を確立した。集合組織の補正後におもバラツキを示す試料が存在したが、この試料の金属組織を詳細に検討すると粗大粒の混在が観察され、しかも粒度分布とX線強度分布はよい一致をみた。このことから粗大粒により強いX線強度を示す計数値を取り除くことによって粗大粒の影響を補正しうることがわかり、その補正方法を確立した。集合組織と粗大粒の影響を補正することによって、図1に示した全てのデータが ± 0.5 の範囲に納めることができた。

4. 結言 デバイスポットの計数値の相対標準偏差を求めることによって、結晶粒径が求められることを実験的に確認し、非破壊的かつ迅速に結晶粒度を自動的に測定することが可能となった。

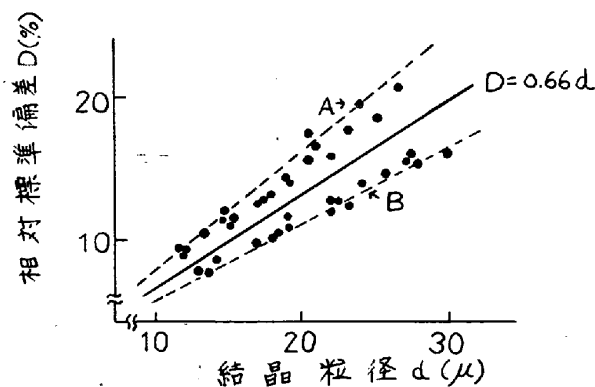


図1. 相対標準偏差と結晶粒径との関係

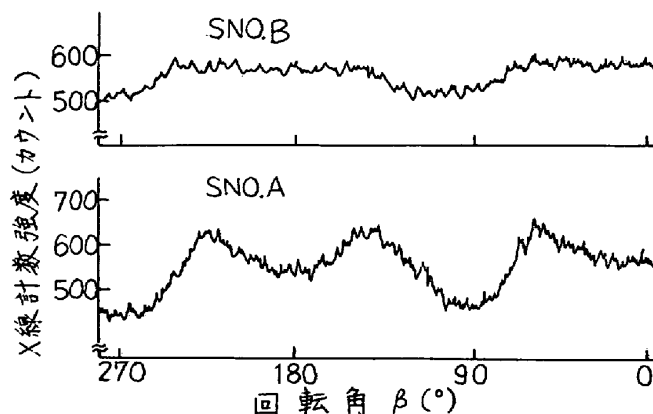


図2. $\alpha=\theta$ における試料間の集積度
 (θ は本報におけるデバイリングを形成する結晶の試料面からの傾きで、極点図形の α の角度に相当)