

新日本製鐵(株)第一技術研究所 ○岡本正幸, 松尾宗次  
茂木正好, 谷誠一郎, 谷野 満

1 緒言

エネルギー分散方式 X 線回折法 (EDXRD) は, その特色を活かした種々の使用法が開発され, 材料研究・検査手段として広く用いられてきている。集合組織解析法としても, 逆極点図測定への応用が進んでいる<sup>(1)</sup>。EDXRD による逆極点図測定は迅速かつ簡便にできるという特徴がある<sup>(2)</sup>。しかし単なる測定手段としてだけでなく, EDXRD は角度分散方式では得られなかった情報を有効に活用することにより, 集合組織研究の新しい途を拓くものとして期待される。このような目的に沿った測定・解析システムを開発し, その応用を進めてきた結果を報告する。

2 方法

(i) EDXRD による集合組織測定・解析システム: 回転対陰極 (12kw) による白色 X 線源を使用し, 多目的の試料台を備えた平行ビームのディフラクトメータを試作した。X 線の検出・計数は半導体検出器 (Si(Li) 又は Ge) と多重 (1024) チャンネル分析器を用い, マイクロコンピュータによりデータの収集を解析・表示を行なった。

(ii) 多目的試料台: (a) 赤外線加熱と冷氣噴射による冷却および雰囲気調整機構 (例: 回復・再結晶過程における格子歪解放と優先方位形成および相変態時の結晶方位変化), (b) 試料二次元走査および回転機構 (例: 優先方位の局所的分布の偏りの解析), (c) 一軸引張変形機構

3 結果

(i) 逆極点図測定の精度向上: EDXRD では角度分散方式よりも高指数の回折線を得ることができる。本システムでは, 強力 X 線源, 小発散角スリット (0.15°, 0.30°), Ge 半導体検出器およびディスクリミネータなどの使用により,  $\Sigma h_i^2 = 52$  まで十分な S/N 比をもって検出され, 軸密度分布がほぼ連続的に測定できる。また, 測定時間も  $\Sigma h_i^2 = 18$  までには 10 秒,  $\Sigma h_i^2 = 52$  までには 40 秒と短時間で効率化されている。なお, 入射 X 線エネルギー分布は多重度を考慮した無方向性試料による強度を基準に定めた<sup>(1)</sup>。

(ii) 優先方位変化の動的解析: EDXRD では角度分散方式に比べ試料面位置の制約が少ないので, 加熱・冷却などにもなう結晶方位変化の観測に適している。本システムでは 3 deg °C/min 昇温速度での加熱中に測定が可能である。

(iii) 優先方位の局所的分布: 試料面上を走査しながら主要結晶面の回折線強度を連続測定し, 集合組織の場所的分布を観測できる機構を備えている。照射面積は 250  $\mu\text{m}^2$  を標準とし, 熱延鋼板における方位分布の不均一性が検出できる。

(iv) 正極点図の複数・同時測定: 複数の正極点図を同時測定し, 結晶方位分布関数解析の素データが得られる。

(1) 松尾宗次: “集合組織の測定と表示”, 集合組織 (長嶋晋一編著), p. 26 (丸善, 1984)。

(2) 片山道雄, 清水真人, 小西元幸, 北川 孟, 森本一三: 鉄と鋼, 70 (1984) S 563。

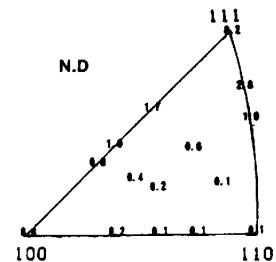


Fig.1 Inverse pole figure of annealed low carbon steel sheet

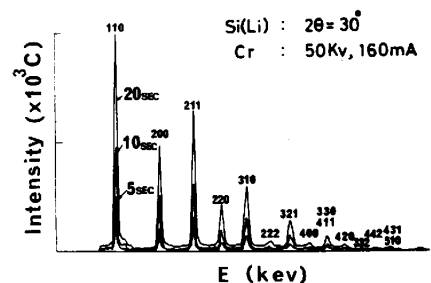


Fig.2 Diffraction pattern of randomly oriented iron