集合組織の測定と解析

井上 博史*・稲数 直次*

Measurement and analysis of crystallographic texture

Hirofumi INOUE* and Naotsugu INAKAZU*

1. はじめに

金属をはじめとする結晶性材料の諸特性は、化学組成やマイクロ組織、含有元素の存在形態等によって大きく左右されるが、材料を構成する結晶粒の方位もまた、その特性に影響を与える重要な因子である。多結晶材料は多かれ少なかれ、いくつかの特定方位に結晶粒が配向した組織、すなわち集合組織 (Texture, 厳密には Crystallographic Texture) をもつことが多い。通常の製造プロセスでは凝固に始まり、塑性変形、再結晶等のあらゆる過程において種々の集合組織が形成される。逆に、集合組織をもたない (無配向な) 材料を創り出す方がかえって難しいと言える。各工程で形成される集合組織の多様性に伴い、材料特性には様々な異方性が現れる。加工や熱処理によって集合組織をうまく制御すれば、異方性の現れ方や程度を変えることができ、使用目的に合った材料特性を得ることが可能である。

集合組織の解析は一般に、X線回折によって測定した正極点図 (Pole figure) を使用する。この場合、X線照射領域に存在する結晶粒の統計的な方位分布が測定される。この極点図法では優先方位の決定は可能であるが、多数の優先方位を有する複雑な集合組織の場合、その存在量を議論することは難しい。近年、正極点図をもとに結晶方位分布関数 (Crystallite Orientation Distribution Function, 略して ODF または CODF) を決定する集合組織の定量的解析^{1)~3)}が行われるようになり、金属材料の集合組織研究が大きく進展した。他方では走査型電子顕微鏡を用いて、個々の結晶粒や微小領域の方位、いわゆる “microtexture (局所集合組織)” を測定する ECP (Electron Channeling Pattern) 法⁴⁾あるいは EBSD (Electron Back-Scatter Pattern) 法⁵⁾が利用されるように

なった。これらの方法では局所的な集合組織の情報が得られるだけでなく、特定方位の場所的な分布状況や隣り合う結晶粒間の粒界性格分布もわかる。以上のように、最近の集合組織研究は ODF や microtexture の解析が中心となりつつある^{6)~8)}が、基本となるのは極点図に対する理解である。

アルミニウム合金において観察される集合組織は最近の文献^{9)~11)}に詳しくまとめられている。また、文献¹¹⁾にはチタンやマグネシウムの集合組織も要約されている。軽金属材料でどのような変形集合組織や再結晶集合組織が報告されているのかについてはこれらの文献を参照するとよい。

本講座では、集合組織解析における基礎的事項として、結晶方位の表示法、極点図の測定法、ODF 解析法を中心に話を進め、最後に軽金属材料における代表的な圧延・再結晶集合組織について概説する。

2. 結晶方位の表示

個々の結晶粒の方位は、試料に固定した座標系 (試料座標系) に対する、結晶に固定した座標系 (結晶座標系) の向きを示すものである。図 1 に示すような圧延板では、試料座標系 K_s として、 X 軸には長手方向すなわち圧延方向 RD を、 Y 軸には板幅方向 TD を、 Z 軸には圧延面法線方向 ND をとった直角座標系を用いる。一方、結晶座標系 K_c には直交した結晶軸、たとえば立方晶系では X 軸に $[100]$ 、 Y 軸に $[010]$ 、 Z 軸に $[001]$ をとる。チタンやマグネシウムなどの六方晶系では通常、 $[10\bar{1}0]$ 、 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ および $[0001]$ からなる直角座標系を使用する。座標系 K_s に対する K_c の向きを表す方法はいくつか存在する。最も一般的で直観的にわかりやすいのはミラー指数による表示法であり、試料座標系 K_s を基準と

* 大阪府立大学工学部材料工学科 (堺市)。Department of Metallurgy and Materials Science, College of Engineering, Osaka Prefecture University (Sakai-shi, Osaka).

受理日: 平成 9 年 2 月 4 日

図1 立方晶材料の圧延板における試料座標系 RD-TD-ND と結晶座標系 [100]-[010]-[001]

したときの Z 軸 (ND) に垂直な (圧延面に平行な) 結晶面の指数 (hkl) と, X 軸 (RD) に平行な結晶方向の指数 (uvw) とを用いて, 結晶粒の方位を (hkl)[uvw] の形で表す。この形で表現された方位のことを理想方位と呼ぶ。整数のミラー指数の代わりに, 長さを1に規格化したベクトル (h', k', l') と (u', v', w') を用いると, これらは ND または RD の結晶軸 [100], [010] および [001] への方向余弦を表すので, TD に関する方向余弦を p', q', r' とすると, 方位 g は次のような行列となる。

$$g = \begin{pmatrix} u' & p' & h' \\ v' & q' & k' \\ w' & r' & l' \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \quad (1)$$

この変換行列 (a_{ij}) を用いて, 結晶座標系 K_c における任意の単位ベクトル (c_1, c_2, c_3) は, 試料座標系 K_s 上の単位ベクトル (s_1, s_2, s_3) で表される。

$$c_i = \sum_{j=1}^3 a_{ij} s_j \quad (2)$$

座標系 K_s から K_c への変換は, オイラー (Euler) 角を用いた3回の回転操作でも行うことができる。その回転軸の選び方は Bunge¹⁾ と Roe¹²⁾ の2通りの方法がある。図2に Bunge の表示法によるオイラー角の定義を示す。まず K_s と K_c の両座標系が一致した状態を考え, K_c に関して Z 軸まわりの φ_1 回転, X' 軸まわりの Φ 回転, Z' 軸まわりの φ_2 回転を順次行う。この3つの回転角 $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ を用いて結晶方位 g を表現する。回転操作を行列で表すと,

$$g = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\sin \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Phi & \sin \Phi \\ 0 & -\sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix}$$

図2 試料座標系 ($OXYZ$) と結晶座標系 ($OX'Y'Z'$) の関係を示すオイラー角の定義

$$\times \begin{pmatrix} \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 & 0 \\ -\sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (3)$$

となり, この式を計算すれば変換行列 (a_{ij}) の成分が求まる。

$$\left. \begin{aligned} a_{11} &= \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi \\ a_{21} &= -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi \\ a_{31} &= \sin \varphi_1 \sin \Phi \\ a_{12} &= \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi \\ a_{22} &= -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi \\ a_{32} &= -\cos \varphi_1 \sin \Phi \\ a_{13} &= \sin \varphi_2 \sin \Phi \\ a_{23} &= \cos \varphi_2 \sin \Phi \\ a_{33} &= \cos \Phi \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

したがって, 式(1)の関係からオイラー角をミラー指数で表すことができる。

$$\left. \begin{aligned} \varphi_1 &= \sin^{-1} \left(\frac{w}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2}} \cdot \sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{h^2 + k^2}} \right) \\ \Phi &= \cos^{-1} \frac{l}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \\ \varphi_2 &= \sin^{-1} \frac{h}{\sqrt{h^2 + k^2}} = \cos^{-1} \frac{k}{\sqrt{h^2 + k^2}} \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

ただし, (001)[$uv0$] 方位のとき, すなわち $\Phi = 0$ のとき

$$\varphi_1 + \varphi_2 = \cos^{-1} \frac{u}{\sqrt{u^2 + v^2}} \quad (6)$$

となり, $\varphi_1 + \varphi_2$ の値のみが定まる。Roe の表示法ではオイラー角として ψ, θ, ϕ を使用し, 第2回転軸が Y' 軸である点が Bunge の場合と異なる。2つの表示法の間

図3 X線回折による正極点図の測定法
(a) Schulzの反射法, (b) Decker-Asp-Harkerの透過法

には次の関係が存在し、

$$\varphi_1 = \psi + 90^\circ, \quad \Phi = \theta, \quad \varphi_2 = \phi - 90^\circ \quad (7)$$

結晶が立方晶系で試料が圧延板であるとき、それらの対称性を考慮すると、式(7)は次のように記述できる。

$$\varphi_1 = 90^\circ - \psi, \quad \Phi = \theta, \quad \varphi_2 = 90^\circ - \phi \quad (8)$$

結晶方位を図示するには一般にステレオ投影がよく用いられる。試料座標系を基準とし、投影面であるX-Y面(RD-TD面)上に特定結晶面(hkl)の法線の位置を示したものが(hkl)正極点図^{*1}である。表示される極の数は結晶面の多重度の1/2である。逆に、結晶座標系を基準として試料中の特定方向、例えばNDの位置をステレオ投影面上に図示すると、NDに関する逆極点図が得られる。立方晶の場合、結晶の対称性から投影面には

通常、[001], [011], [111]を頂点とする単位ステレオ三角形を用いる。

3. 集合組織の測定法

3.1 X線極点図

多結晶体の優先方位を決定するには、多数の結晶粒に関する統計的な方位分布状態を調べる必要がある。ここではX線回折による極点図の測定法について説明する。詳細は文献(13), (14)を参照されたい。なお、測定試料の表面は金属材料の場合、機械研磨の後に電解研磨または化学研磨で仕上げるのが一般的である。機械研磨のみの仕上げでは程度にもよるが、試料表面層に研削による集合組織が現れることがあるので、アルミニウムのような柔らかい材料では注意が必要である。

正極点図の測定法には反射法と透過法がある。それらの代表的な方法を図3に示す。

(1) 反射法

図3(a)のSchulzの反射法¹⁵⁾では、Schulzスリットと呼ばれる1mm程度の水平スリットにより、上下方向の幅を制限した発散X線束を試料に入射し、試料表面側

^{*1} 正極点図という呼び方は逆極点図と区別するためのものであり、単に極点図と呼ぶことが多い。また、X線回折や中性子線回折によって測定した極点図では、hklの指数としてミラー指数を使用することが好ましい。例えば、面心立方晶金属の200回折線で測定を行った場合、“{100}極点図”という表現になる。

から出てくる回折 X 線束の全量を計測する。X 線源は一般に点焦点であり、集中条件を満足するような光学系が用いられる。計数管を回折角 2θ の位置に固定し、 α 回転 (ϕ 回転) および β 回転に伴う回折 X 線強度の変化を測定する。その際に、十分な数の結晶粒から回折線を得るために、A-A' 軸に垂直に試料を振動させる。この方法では ϕ 回転に伴う強度補正は原理的には必要としないが、実際には傾角が大きくなると焦点ずれが起こり、回折線束がかなり広がるため、回折強度の補正が必要である。通常、粉末をプレス・焼結、あるいはホットプレスによって固めた無配向性試料 (ランダム試料と呼ぶ) を用いて補正を行う。一般に、強度が大きく低下し始める角度 (ϕ) は回折角 2θ が小さい結晶面ほど低角側に移動する傾向がある¹⁶⁾。作製したランダム試料が無配向であるかどうかを判断するには、 ϕ 回転に伴い途中から強度が単調に減少する曲線が得られること、および $\phi=0^\circ$ の状態で可能な限り多数の回折線強度を測定し、それらが JCPDS カードに記載された強度とほぼ一致することを確認すればよい。ランダム試料による強度補正の前にまずバックグラウンド補正を行う。バックグラウンド強度は、回折角 2θ から $\pm 2^\circ$ 程度離れた位置に計数管を固定して α 角ごとに測定する。透過法用試料のように薄い試料を Schluz の反射法に用いる場合には、X 線の透過によって次式に示すような強度変化が生じるため、さらに補正が必要となる。

$$\frac{I_\alpha}{I_{\alpha=90^\circ}} = \frac{1 - e^{-2\mu t / \sin \theta \sin \alpha}}{1 - e^{-2\mu t / \sin \theta}} \quad (9)$$

ここで μ は測定する材料の線吸収係数、 t は試料の厚さである。

正極点図は通常、ランダム試料に対する強度比、すなわちランダム強度を 1 とする密度値で表示される。したがってランダム試料を用いれば、上述の強度補正を行うと同時に極密度を求めることができる。

Schluz の反射法では測定可能な α 角の範囲は回折角に依存せず、装置上の制限のみであるため、広範囲の測定が可能である。装置の構造によってその範囲は異なるが、 $\alpha=5^\circ$ ($\phi=85^\circ$) まで測定が可能な装置もある。しかし、 α の低角側における回折強度はかなり低下するので、測定精度の点から $\alpha=15^\circ$ 位が限界であると考えた方がよいだろう。

(2) 透過法

Decker-Asp-Harker の透過法¹⁷⁾ (図 3(b)) では平行 X 線束を試料に入射し、試料の裏面側から出てくる回折 X 線束の全量を計測する。X 線源には線焦点を用い、幅の狭い発散スリットを使用する。この場合、 α 回転軸

はデフラクトメータ軸と一致する。 α 回転に伴って試料中を通る X 線の経路が変化するので、次式に示す吸収補正が必要となる。

$$\frac{I_\alpha}{I_{\alpha=0^\circ}} = \frac{\cos \theta \cdot \cos (\theta - \alpha) \cdot \{e^{-\mu t / \cos (\theta + \alpha)} - e^{-\mu t / \cos (\theta - \alpha)}\}}{\mu t \cdot e^{-\mu t / \cos \theta} \cdot \{\cos (\theta + \alpha) - \cos (\theta - \alpha)\}} \quad (10)$$

式(9)および(10)では線吸収係数と試料厚さは常に μt という積の形で存在する。 μt の値は強い回折 X 線を用いて実測するのが一般的である。試料で計数管を遮り減衰の程度を測定すれば、次式から μt を決定することができる。

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu t} \quad (11)$$

ここで I_0 および I はそれぞれ入射 X 線および透過 X 線の強度である。透過法で回折 X 線の強度が最大となるのは $\mu t / \cos \theta \cong 1$ のときであるので、これを目安に試料を作製する。ただし、反射法用試料と併用する場合、試料が薄いと反射法での回折強度が弱くなるので、 $\mu t \geq 1$ とする方がよい。

この方法における測定可能な α 角の範囲は、試料台の死角を δ とすると、 $\alpha=0^\circ$ から $90^\circ - \theta - \delta$ までである。したがって回折角の大きな結晶面では測定範囲は小さくなる。

透過法には Decker-Asp-Harker 法のほかに、発散 X 線束を使用し回折 X 線束の中央部だけを計測する Schluz 法¹⁸⁾ も用いられるが、その詳細は省略する。

(3) 完全極点図の作成

反射法ではポーラーネットの外側の領域が、また透過法では内側の領域が測定不可能である。ポーラーネット全域にわたる完全極点図を得るには一般に反射法と透過法を併用しなければならない。反射法のみで完全極点図を測定する方法も考案されているが¹⁹⁾、試料調整に手間がかかるのであまり一般的ではない。上述の反射法と透過法で得られた 2 つの不完全極点図を結合して完全極点図を作成するには、測定データが重複した領域でそれぞれの強度レベルがなるべく一致するように補正を行う必要がある。どちらか一方の強度を他方の強度に換算することになるが、この方法として、同一 α 角で反射法と透過法のそれぞれの強度を β 角について一周積分し、それらの比を求める方法^{13), 14)}、重複領域で反射法と透過法の強度の差が最も小さくなるように最小自乗近似をとり、補正係数を求める方法^{2), 3)} などがある。反射法領域と透過法領域の接続はうまくいかない場合があるので注意を要する。図 4 に (001)[100] の立方体集合組織をもつ試料の {111} および {100} 極点図を示す。{111} 極点図では接続を行った α 角にピークが存在するが、{100} 極

15

図4 5052アルミニウム合金焼鈍板の正極点図
点線は反射法領域と透過法領域の接続位置を示す。

点図ではほとんど存在しない。後者のような場合、反射法領域と透過法領域で極密度が極端に違うことも起こり得る。後述の三次元結晶方位分布解析において、つなぎ合わせの精度は解析結果に大きな影響を及ぼすので、チェックが必要である。

得られた完全極点図に対してさらに規格化処理を行う。ランダム試料の極密度をステレオ投影球の半球全面にわたって積分すると 2π となるため、集合組織をもつ試料でも同様に 2π となるように、次式によって極密度 $P(\alpha, \beta)$ を決定する。

$$P(\alpha, \beta) = \frac{I(\alpha, \beta)}{\frac{1}{2\pi} \int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} I(\alpha, \beta) \cos \alpha \, d\alpha \, d\beta} \quad (12)$$

このようにして規格化された完全極点図が得られ、他の極点図との極密度の比較が可能となる。

これまで述べてきた測定データの補正処理は最近ではほとんどコンピュータ化されている。正確な正極点図を得るためには、中でどのような処理が行われているのかを十分に把握し、それに適した条件で測定を行わなければならない。

(4) 逆極点図 (反転極点図)

逆極点図は結晶座標系を基準とするステレオ投影図 (立方晶系の場合、単位ステレオ三角形) に試料の特定方向の軸密度分布を表示したものである。簡便法としては X 線による Harris の方法²⁰⁾ が用いられる。その測定原理を図 5 に示す。特定軸方向に対して垂直に切断した面を試料面とし、その法線まわりに試料を回転させながら通常の θ - 2θ 走査によって hkl 反射の積分強度を測定する。これをランダム試料の積分強度で除して軸密度を求める。なるべく多数の結晶面に関する軸密度が得られるように、短波長の特性 X 線を用いて高次の指数まで

図5 X線回折による逆極点図の測定法

測定を行う。

一般的な逆極点図は、測定した正極点図から三次元結晶方位分布関数を計算し、それを基にして算出することが可能である。精密な逆極点図が必要となきはこの方法を用いるべきである。

3.2 走査電子顕微鏡による方法

最近、走査電子顕微鏡を使用して個々の結晶粒の方位を多数測定し、コンピュータ処理によって集合組織を解析することが可能となった。ECP や EBSP を用いた方法では組織と方位の対応がつかため、特定の方角をもつ結晶粒の場所的な分布状態もわかる。ただし、ひずみの大きな試料ではパターンが明瞭に現れず方位解析が困難なので、再結晶粒のようにほとんどひずみのない組織が測定の対象となる。そのため、両方法とも測定試料は化学研磨や電解研磨によって仕上げ、試料表面に機械研磨によるひずみがない状態にしておくことが必要である。

(1) ECP 法

水平に置いた試料の一点に電子線を固定した状態でその入射角を変化させたとき (ロッキングビーム法), Bragg 角の前後で反射電子線の強度が大きく変化することから、電子チャネルリングパターン (ECP) と呼ばれる菊池線に似た回折パターンが現れる^{21)~23)}。ECP 法では数 μm 程度の領域における結晶方位を解析することができる。方位決定法については文献²³⁾ を参照されたい。

(2) EBSP 法

約 70° 傾斜した試料の一点に絞った電子線を入射すると、そこから後方散乱電子による ECP と類似した回折パターンが得られる^{22), 24)}。これは EBSP あるいは EBSD (Electron Back-Scatter Diffraction), BKD (Back-Scatter Kikuchi Diffraction) と呼ばれ、垂直に立てたスクリーンに映し出されたものを TV カメラで観察するような構造となっている²⁴⁾。EBSP 法では ECP 法に比べて一桁小さい $0.1 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の微小領域からパターンを得ることができるので、加工材であっても回復させてサ

ブグレイン組織にしておけば結晶方位の測定は可能である。また、この方法では適当な間隔で方位の測定を行い、自動的に解析するようなシステムとなっているため、極点図表示や方位のマッピングなどのデータ処理²⁵⁾が容易に行える利点がある。

4. 集合組織解析

4.1 正極点図における優先方位の決定

測定した多結晶体の $\{hkl\}$ 正極点図において、極密度の高い「山」の部分にすべての $\{hkl\}$ 極が一致するような理想方位を探すと、優先方位が求まる。例えば、図4の $\{100\}$ 極点図の場合、極密度の高い場所はND, RD, TDの3箇所にあるので、優先方位は $(001)[100]$ となる。この例では $\{100\}$ 極に対応する3つの「山」はほとんど同じ極密度を示すが、圧延集合組織のように多数の優先方位からなるもっと複雑な集合組織では、等価な3つの $\{100\}$ 極は見かけ上、異なる極密度を示すことが多い。したがって、正極点図で方位の存在量を正確に見積もることは難しい。

4.2 三次元結晶方位分布関数の決定

正極点図のデータに基づいて集合組織の定量的解析を行う方法がいくつか発表されている。現在用いられている方法として、Bunge^{1),26)}およびRoe¹²⁾がそれぞれ独自に提唱した球面調和関数による級数展開法、解析に連続関数を使用しないRuerとBaro²⁷⁾によるベクトル法、およびMatthiesとVinel²⁸⁾によるWIMV法がある³⁾。最近、Pawlik²⁹⁾によるADC (Arbitrary Defined Cells) 法、Schaeben³⁰⁾やWangら³¹⁾による最大エントロピー法、HelmingとEschner³²⁾によるコンポーネント法などの新しい方法も提案されている。

結晶方位を g とすると、多結晶材料の集合組織は結晶方位分布関数 (ODF) と呼ばれる関数 $f(g)$ で表される。今、 g から $g+dg$ の間の方角をもつ結晶粒の体積を dV とすると、全結晶粒の体積 V に対する体積率は関数 $f(g)$ を用いて次式で与えられるので、

$$\frac{dV}{V} = f(g) dg \quad (13)$$

$f(g)$ がわかれば、任意の方角をもつ結晶粒の存在量を知ることができる。方位密度を表す $f(g)$ の値は、ランダムな方位分布をもつ試料では1となる。ここで方位 g をオイラー角 $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ で表すと、微小体積要素 dg は次のようになる。

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \Phi d\Phi d\varphi_1 d\varphi_2 \quad (14)$$

立方晶材料における $\{100\}$ 正極点図の概念図を図6に

図6 立方晶材料の $\{100\}$ 正極点図における測定点 $P(\phi, \beta)$ に対応する方位群

示す。極点図上の測定点 P は、ステレオ投影面内に存在する3つの $\{100\}$ 面の内の1つに対応し、 $\phi (=90^\circ - \alpha)$ と β の2つの角度変数によって位置が指定される。しかし、その面法線まわりの回転角は指定されておらず、 $P-a-a'$ や $P-b-b'$ 、 $P-c-c'$ で表されるような方位をもつ結晶粒はすべて回折条件を満足し、極 P の極密度値に寄与する。したがって、試料座標系を基準とした球面極座標において (ϕ, β) で表される方向を y とすると、極密度分布関数である極点図 $P_{(hkl)}(\phi, \beta)$ は結晶方位分布関数 $f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ を用いて次式のように表現できる。

$$P_{(hkl)}(\phi, \beta) = \frac{1}{2\pi} \int_{(hkl) \perp y} f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) d\psi \quad (15)$$

ここで、 ψ は (hkl) 面の法線軸まわりの回転角であり、 (001) 極点図の場合オイラー角 φ_2 に対応する。この式から、三次元の方角分布状態を二次元に圧縮 (試料座標系空間に投影) したものがX線極点図であるといえる。逆に、ODF解析は二次元投影図から元の三次元像を復元することにほかならない。なお、逆極点図は方位分布状態を結晶座標系空間に投影したものに相当する。以下では、集合組織の定量的解析法で最も広く利用されている級数展開法を用いて、正極点図からODFを決定する方法について概説する。なお、上述のように級数展開法には2通りの方法があるが、原理的には同じであるので、Bungeの方法^{1),26)}を用いることにする。

正極点図を極密度に応じた凹凸のある球面と見なすと、球面上の「山」や「谷」を球面調和関数によって級数形で表現することができる。極点図 $P_{(hkl)}(\phi, \beta)$ を球面調和関数 $k_l^n(\phi, \beta)$ で級数展開すると、

$$P_{(hkl)}(\phi, \beta) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{n=-l}^l F_l^n(hkl) k_l^n(\phi, \beta) \quad (16)$$

15

となる ($l=0, 2, 4, \dots$)。展開係数 $F_l^n(hkl)$ は、規格化した極点図を用いれば、球面調和関数の正規直交条件から求めることができる。

$$F_l^n(hkl) = \int_0^\pi \int_0^{2\pi} P_{(hkl)}(\phi, \beta) k_l^{*n}(\phi, \beta) \sin \phi \, d\phi \, d\beta \quad (17)$$

ここで * 印は共役複素数を表す。一方、結晶方位分布関数 $f(\phi_1, \Phi, \varphi_2)$ も式(16)と同様に一般化された球面調和関数 $T_l^{mn}(\phi_1, \Phi, \varphi_2)$ を用いて次式のように級数展開でき、

$$f(\phi_1, \Phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^l \sum_{n=-l}^l C_l^{mn} T_l^{mn}(\phi_1, \Phi, \varphi_2) \quad (18)$$

係数 C_l^{mn} と式(16)の係数 $F_l^n(hkl)$ の間には次の関係が存在する。

$$F_l^n(hkl) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{m=-l}^l C_l^{mn} k_l^{*m}(\phi_{hkl}, \beta_{hkl}) \quad (19)$$

ここで、 ϕ_{hkl} および β_{hkl} は結晶座標系を基準とした球面極座標における (hkl) 面の法線方向を示す角度であるため、この面に対応する球面調和関数の値 $k_l^m(\phi_{hkl}, \beta_{hkl})$ は既知である。したがって、式(17)で数個の回折面で測定した正極点図 $P_{(hkl)}(\phi, \beta)$ について $F_l^n(hkl)$ の値を計算し、式(19)の連立一次方程式を解くことによって C_l^{mn} を決定することができる。係数 C_l^{mn} が求まれば、式(18)から任意のオイラー角 ϕ_1, Φ, φ_2 に対する関数 $f(\phi_1, \Phi, \varphi_2)$ の値を算出できる。式(16)および(18)において、展開可能な最大の次数 $l_{\max}$ は結晶の対称性と測定した正極点図の数に応じて定まった値をとる。図7に偶数項の展開次数 l と、式(19)における線形独立な解 C_l^{mn} の数、すなわち最少限必要な極点図の数の間の関係を示す。立方晶系では2つの極点図で $l_{\max}=22$ 、3つの極点図で $l_{\max}=34$ であるが、極点図の測定誤差やODFの精度を考慮すると、3つの極点図で22次まで展開するのが適切であろう。

結晶方位分布関数 $f(\phi_1, \Phi, \varphi_2)$ はオイラー角 ϕ_1, Φ, φ_2 の3変数を直角座標軸にとった三次元方位空間の中で密度分布関数として表示される。表示すべき角度範囲は結晶の対称性と正極点図の対称性に依存する。 ϕ_1 は $0^\circ \sim 360^\circ$ の値をとりうるが、図4のように正極点図が上下・左右に対称性をもつ場合 (圧延板では通常このような対称性が存在する)、ODF解析には4象限の平均をとった1/4の極点図が用いられるので、 ϕ_1 は $0^\circ \sim 90^\circ$ の範囲のみを表示すればよい。一方、 Φ も $0^\circ \sim 90^\circ$ の値をとるが、 φ_2 の範囲は結晶系に応じて変化する。立方晶系および正方晶系では4回対称のため $\varphi_2=0^\circ \sim 90^\circ$ であり、

図7 級数展開法における偶数項の展開次数 l と線形独立な解の数 $M(l)$ の関係
 $M(l)$ は解析に最小限必要な極点図の数を表す。

図8 三次元オイラー空間に表示された結晶方位分布関数の模式図
細い点線はスケルトン・ラインを示す。

六方晶系では6回対称のため $\varphi_2=0^\circ \sim 60^\circ$ である。面心立方晶金属の冷間圧延板のODFを三次元オイラー空間に模式的に表示すると、図8のようになる。ODFを正確に三次元表示することは難しいので、 φ_2 または ϕ_1 が一定である二次元断面を適当な間隔 (通常 5° 間隔) で表示する。また全断面を表示せずに、立方晶材料の $\varphi_2=45^\circ$ 断面のような、主要方位の含まれる断面のみ表示する場合がある。オイラー空間において1組の $(\phi_1, \Phi, \varphi_2)$ で与えられる点は1つの方位を表すので、方位密度分布が極大値を示す位置を求めれば、式(5)または(6)を用いて優先方位 $(hkl)[uvw]$ を正確に決定できる。

図9は面心立方晶金属の圧延・再結晶集合組織で一般に観察される優先方位を φ_2 断面上に示したものである。 $(123)[63\bar{4}]$, $(123)[36\bar{4}]$, $(123)[\bar{6}34]$ および $(123)[\bar{3}64]$

図9 面心立方晶金属の圧延・再結晶材で観察される代表的な優先方位の位置

のように、正極点図上で対称関係にある4つの理想方位は圧延板では等価な方位であり、 $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ の形でまとめて表現されるが、オイラー空間では $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ 方位は2, 3箇所分散して存在することがわかる。この図で、 $\Phi=0^\circ$ の位置には $\{001\}\langle 100 \rangle$ 方位、厳密には $(001)[0\bar{1}0]$ 方位がどの ϕ_2 断面にも存在する。前述のように、 $(001)[uv0]$ 方位では $\phi_1+\phi_2$ の値しか定まらないため、 $\phi_1+\phi_2$ が一定値である位置はすべて同じ方位となる（ $(001)[0\bar{1}0]$ 方位の場合 $\phi_1+\phi_2=90^\circ$ ）。また式(14)からわかるように体積要素 dg は $\sin \Phi$ に比例するので、オイラー角を直角座標軸にとった方位空間では、 Φ が 0° に近づくにつれて $\phi_1-\phi_2$ 面はより伸張された状態となる。このようにひずんだオイラー空間を修正するために、 ϕ_1 と ϕ_2 の代わりに $\phi^-=(\phi_1-\phi_2)/2$ と $\phi^+=(\phi_1+\phi_2)/2$ のような新しい変数を用いた極座標形式の表示法が提案されている^{33)~35)}。変数の定義の仕方には (ϕ^-, Φ, ϕ^+) ³³⁾、 (δ, β, σ) ³⁴⁾、 (μ, θ, ν) ³⁵⁾の3通りがある。

$$\phi^- = \delta + \frac{\pi}{2} = \mu; \quad \phi^+ = \sigma = \nu + \frac{\pi}{2} \quad (20)$$

ODF解析のデータには通常、完全極点図が用いられ

るが、シュルツの反射法で測定した不完全極点図でも解析が可能である^{36)~41)}。反復級数展開法（Positivity法）^{40), 41)}を用いれば、 $\phi=70^\circ$ ($\alpha=20^\circ$)まで測定した不完全極点図でも完全極点図の場合とほぼ同じ解析結果が得られる⁴¹⁾。

X線極点図からは級数展開法の偶数項しか決定できないため、得られたODFに偽のピーク（ゴースト）が現れ、それに伴い方位密度が負になる領域が生じる。しかし、奇数項を適切に評価することによって^{40)~45)}、ゴーストをかなり低減させることが可能である。例えば、立方体集合組織 $\{001\}\langle 100 \rangle$ の場合、それと双晶関係にある $\{122\}\langle 21\bar{2} \rangle$ 方位などにゴーストが現れるが、奇数項を付加することによって、ゴーストは半分以下の強度になり、逆に $\{001\}\langle 100 \rangle$ の強度は増加する⁴¹⁾。このため、奇数項を含まないODFはreduced ODFと呼ばれる⁴⁶⁾。偶数項のみのODFでも、特定方位に対応するゴーストの位置⁴⁷⁾を知り、最大ピークに対して10~15%程度の弱いピークを問題にしなれば、ゴーストによる誤った解釈は避けられる。また、結晶粒が大きいなどの理由により極点図の測定精度がよくないときや展開次数を大きくしすぎたときにも、偽のピークや負の値が顕著に現れる場合があるので、注意が必要である。このような場合、得られた係数 C_l^m の中に絶対値の大きな数値がいくつ含まれていることが多い。

多数の結晶粒についてECP法やEBSP法で方位測定したデータに基づいて、正極点図を作成することなしに結晶方位分布関数 $f(g)$ を決定することができる。測定範囲内に存在する、方位が g_i である結晶粒の総体積を V_i とすると、関数 $f(g)$ は対称性を考慮した一般化された球面調和関数 $T_l^{\mu\nu}(g)$ を用いて次式で表現される¹⁾。

$$f(g) = \sum_{l=0}^L \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} (2l+1) \frac{\sum_i V_i T_l^{\mu\nu}(g_i)}{\sum_i V_i} T_l^{\mu\nu}(g) \quad (21)$$

結晶粒の大きさが比較的そろっているとき、体積 V_i の代わりに方位が g_i である結晶粒の数 N_i を用いても、 $f(g)$ と同様の方位分布関数が得られる。

5. 軽金属材料の集合組織

以下では、単相材料の圧延板における変形および再結晶集合組織について、著者らのODF解析の結果も含めて総括的な説明を行うことにする。説明の都合上、軽金属以外の材料についても言及する。

15

Levels: 2, 6, 10, 14, 18, 22

図10 90%冷間圧延した1100アルミニウム板の結晶方位分布関数（展開次数：偶数項22，奇数項21）

5.1 変形集合組織

圧延，押出し，引抜きなどの塑性加工によって形成される変形集合組織は一般に方位分散が大きく，複数の優先方位が連なる繊維集合組織（特定の結晶軸まわりに回転した方位群からなる集合組織）を示すことが多い。三次元オイラー空間で同じ方位密度の点を曲面で結ぶと，繊維集合組織は図8のような管の形を示す。この方位管の中心線はスケルトン・ライン（骨格線）と呼ばれ，この線上に優先方位が存在する。

面心立方晶金属の場合，圧延集合組織は積層欠陥エネルギーの大小に応じて純金属型（純銅型）と合金型（黄銅型）に分類できる。アルミニウム，銅，ニッケルなどの積層欠陥エネルギーの比較的高い金属は前者に含まれる。図10に1100アルミニウム板の冷間圧延集合組織を示す。 $\phi_2=45^\circ$ 断面から 90° 断面へピークの位置を追っていくと，1つの繊維集合組織が存在することがわかる。これは β 繊維集合組織（ β ファイバ）と呼ばれ， $\{112\}\langle 111 \rangle$ のCu方位から $\{123\}\langle 634 \rangle$ のS方位を経て $\{011\}\langle 211 \rangle$ のBs方位に至る方位群からなる⁴⁸⁾（図9参照）。 $\phi_2=0^\circ \sim 45^\circ$ にも別の繊維集合組織があるように見えるが，結晶の対称性から β ファイバにはかならない。強加工を行った材料では通常 β ファイバはS方位近傍で最大の方位

● $(\bar{1}2\bar{1}4)[10\bar{1}0]$

図11 90%冷間圧延した純チタン板の結晶方位分布関数（偶数項のみ，展開次数：16）

密度を示す。しかしアルミニウム合金の熱間圧延板では，冷間圧延板よりも β ファイバにおけるBs方位の強度が増加することが報告されている^{49),50)}。

一方，積層欠陥エネルギーの低い銀や黄銅などの合金では，合金型圧延集合組織が発達し， $\{011\}\langle 211 \rangle$ で最大の方位密度をもつ $\langle 011 \rangle // ND$ の α 繊維集合組織（厳密には $\{011\}\langle 211 \rangle \sim \{011\}\langle 100 \rangle$ の部分繊維集合組織）⁴⁸⁾が観察される。 α ファイバは銅やニッケルのような純金属型圧延集合組織を示す金属においても第2成分として存在するが，アルミニウムでは図10のようにほとんど観察されないことが多い。

鉄や低炭素鋼，Ta，Nbなどの体心立方晶金属の圧延集合組織は， $\langle 110 \rangle // RD$ の α ファイバ（ $\{001\}\langle 110 \rangle \sim \{112\}\langle 110 \rangle \sim \{111\}\langle 110 \rangle$ ）と $\langle 111 \rangle // ND$ の γ ファイバ（ $\{111\}\langle 110 \rangle \sim \{111\}\langle 112 \rangle$ ）からなり， α ファイバの $\{112\}\langle 110 \rangle$ 方位近傍または $\{001\}\langle 110 \rangle$ 方位で最大の方位密度を示す⁵¹⁾。bcc構造をもつ β 型チタン合金もまた同様の圧延集合組織となる^{52),53)}。

チタンやマグネシウムのような六方晶金属は軸比 c/a に応じて活動するすべり系や双晶系が変化するため，発達する圧延集合組織も異なる。図11に純チタンの冷間圧延集合組織⁵⁴⁾を示す。 (0001) 面が圧延面からTDの方へ約 40° 傾いた $(\bar{1}2\bar{1}4)[10\bar{1}0]$ 方位付近に集積が認められる。このような集合組織は (0001) 極点図上で2つの分離したピークを示すので，便宜的にTD-split textureと呼ぶことがある。この方位からRD軸まわりに回転した方位群，すなわち $[10\bar{1}0] // RD$ の繊維集合組織成分も存在する。これに対してマグネシウムの圧延板では， $(0001)[11\bar{2}0]$ を主方位とする $[0001] // ND$ の繊維集合組織

図12 90%冷間圧延後、焼なましを行った (a)5052および(b)6061アルミニウム合金板の結晶方位分布関数 (偶数項のみ、展開次数: 22)

(Basal texture) を示す⁵⁵⁾。

5.2 再結晶集合組織

一次再結晶によって形成される集合組織は変形後の微細組織や集合組織と密接に関係する。再結晶粒は局所的に不均一変形を受けた場所、すなわち変形帯や剪断帯などの方位変化の大きい場所で生成しやすいので、変形後の微小領域の方位が再結晶後の優先方位となることが多い。このような場合、再結晶集合組織は変形集合組織と異なる方位分布をもつ。

面心立方晶金属の中で、純金属型の圧延集合組織を示す金属では、一次再結晶によって{001}⟨100⟩の立方体集合組織が形成されやすい。焼鈍双晶が生成する銅やニッケルでは立方体方位と双晶関係にある方位{122}⟨212⟩も出現するが、アルミニウムではこの方位は観察されない。立方体集合組織の形成機構として、変形マトリックス中に立方体方位をもつセルが存在し、それが優先的に再結晶核になること、立方体方位は β ファイバの主成分であるS方位との間に $\langle 111 \rangle$ 軸まわりの $\pm 40^\circ$ 回転関係($\Sigma 7$ の対応方位関係)が存在するため、再結晶粒の成長速度が他の方位よりも速いことなどが考えられている。

微量元素(Al中のFeやMnなど)が存在する場合、サブグレインの合体あるいは成長による再結晶核の生成や粒成長における再結晶界面の移動に影響を及ぼすため、立方体方位粒の生成および成長が抑制されて、加工後のS方位とほぼ同じ方位であるR方位{123}⟨634⟩の再結晶粒が形成される。このR方位には $\langle 111 \rangle$ 軸まわりの 40° 回転関係により生じたものと圧延集合組織が残存したものの2種類が存在し、微量元素の存在形態が固溶元素か析出物かによって、さらに析出が再結晶過程のどの段階で起こるかによってR方位のタイプが決まる⁵⁶⁾。回復や再結晶初期の段階に微細な粒子が析出する場合には連続再結晶が起こり、圧延集合組織が残存したタイプとなりやすい。図12に5052および6061アルミニウム合金板の再結晶集合組織⁵⁷⁾を示す。Al-Mg系の5052合金では立方体集合組織が発達するのに対して、Al-Mg-Si系の6061合金では立方体方位のほかにR方位やBs方位のような圧延集合組織成分が存在する。このような違いは6061合金における焼なまし中の析出に起因するものと考えられる。

晶出物や分散粒子のような $1\mu\text{m}$ 以上の粗大な粒子が加工前に存在すると、加工によってその粒子のまわりに

変形量が大きくかなりの方位変化を示す領域 (deformation zone) が形成され、そこから種々の方位をもつ再結晶粒が優先的に生成するので、集合組織はランダム化する。このような核生成のことを PSN (Particle Stimulated Nucleation) と呼んでいる⁵⁸⁾。

3004アルミニウム合金の熱間圧延板を再結晶させると立方体集合組織が発達する^{8), 59)}が、第2成分としてBs方位も観察されることがある⁵⁹⁾。再結晶の進行に伴う主要方位成分の体積率変化をX線回折とEBSPを用いて測定したHutchinsonの結果⁶⁰⁾は、Bs方位再結晶粒が途中で一度増加し、その後減少することを示している。

合金型の圧延集合組織を示す金属では{236}<385>を主方位とする再結晶集合組織が発達する。この方位の形成も<111>軸まわりの40°回転によって説明されている⁶¹⁾。

体心立方晶金属の場合、 γ ファイバ中の{111}<112>⁵¹⁾またはその近傍の{554}<225>を主方位とする再結晶集合組織が一般に観察される。 β 型チタン合金の再結晶材も同様に{554}<225>の優先方位を示す^{52), 53)}。圧延後の主方位{112}<110>と再結晶方位{111}<112>の間には<110>軸まわりの回転関係が存在することはよく知られている。最近、占部⁶²⁾はこの関係を利用して実測の圧延集合組織から{111}再結晶集合組織を予測するモデルを提案した。得られた結果は実測の再結晶集合組織とよく一致している。

純チタンの α 相域焼なましで得られる再結晶集合組織は、(0001)面が圧延集合組織の主成分である($\bar{1}2\bar{1}4$) [$10\bar{1}0$]方位とはほぼ同じ傾きをもち、[0001]軸まわりに30°回転した(01 $\bar{1}$ 3)[2 $\bar{1}$ 10]方位が優勢となる⁵⁴⁾。変態温度(882°C)以上の β 相域まで加熱すると、Burgersの関係 $\{110\}_{\beta} // (0001)_{\alpha}$, $\langle 111 \rangle_{\beta} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha}$ に従って $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ 変態集合組織が形成される。その際に、結晶の対称性によって母相の1方位から幾通りかのバリエーション(兄弟晶)が出現するが、焼なまし前の加工率が高いとバリエーション選択が起こる場合がある⁵⁴⁾。

6. おわりに

最近、正極点図の測定装置は自動化し、ODF解析用ソフトウェアも組込まれたシステム構成となってきた。測定データの解析処理がブラックボックス化する中で信頼性の高い解析結果を得るには、測定法と解析法を十分理解し、操作上注意すべき点をはっきりと認識しなければならない。このような観点から、本講座では集合組織の測定法と解析法に重点を置いて説明してきた。参考になれば幸いである。また、後半では紙面の都合上、軽金属材料の圧延板で観察される集合組織について一般

的な事柄を説明してきた。取扱う材料が広範囲なので、内容が片寄っているかもしれないが、その点はご了承ください。

冒頭でも述べたように、ここ数年ODFとEBSPを用いた再結晶集合組織の研究が増えてきている。ODFは集合組織の巨視的かつ定量的な情報を与え、EBSPは結晶方位の微視的かつ場所的な情報を与える。それぞれの利点をうまく利用し、特定方位粒の存在量と存在位置(あるいは集合度)を同時に示す、より厳密な集合組織の表現法が今後確立されることを期待する。

参 考 文 献

- 1) H. J. Bunge: "Texture Analysis in Materials Science", Butterworths, (1982).
- 2) "Quantitative Texture Analysis", edited by H. J. Bunge and C. Esling, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, (1982).
- 3) 井上博史: 軽金属, **42** (1992), 358.
- 4) C. G. Van Essen, E. M. Schulson and R. H. Donaghy: Nature, **225** (1970), 847.
- 5) D. J. Dingley: Scanning Electron Microscopy, **IV** (1981), 273.
- 6) K. Lücke and O. Engler: Mater. Sci. Tech., **6** (1990), 1113.
- 7) J. Hjelen, R. Orsund and E. Nes: Acta metall. mater., **39** (1991), 1377.
- 8) O. Daaland and E. Nes: Acta mater., **44** (1996), 1413.
- 9) 軽金属学会編: 「アルミニウムの組織と性質」, 軽金属学会, (1991), 534.
- 10) 伊藤邦夫: 軽金属, **43** (1993), 285.
- 11) 伊藤邦夫: 第50回シンポジウム「再結晶・集合組織の解析と制御」, 軽金属学会, (1996), 1.
- 12) R. J. Roe: J. Appl. Phys., **36** (1965), 2024.
- 13) 長嶋晋一編著: 「集合組織」, 丸善, (1984), 9.
- 14) 小原嗣朗: 金属学会セミナー「多結晶の結晶方位分布の制御と材料特性」, 日本金属学会, (1992), 1.
- 15) L. G. Schulz: J. Appl. Phys., **20** (1949), 1030.
- 16) E. Tenckhoff: J. Appl. Phys., **41** (1970), 3944.
- 17) B. F. Decker, E. T. Asp and D. Harker: J. Appl. Phys., **19** (1948), 388.
- 18) L. G. Schulz: J. Appl. Phys., **20** (1949), 1033.
- 19) 例えば, S. L. Lopata and E. B. Kula: Trans. Metal. Soc. AIME, **224** (1962), 865.
- 20) G. B. Harris: Phil. Mag., **43** (1952), 113.
- 21) 小原嗣朗: 軽金属, **33** (1983), 491.
- 22) 中川清一: 「先端材料評価のための電子顕微鏡技法」, 日本電子顕微鏡学会関東支部編, 朝倉書店, (1991), 78.
- 23) 柴柳敏哉, 堀 茂徳: 軽金属, **42** (1992), 306.
- 24) D. J. Dingley, K. Z. Baba-Kishi and V. Randle: "Atlas of Backscattering Kikuchi Diffraction Patterns",

- Institute of Physics Publishing, (1995).
- 25) 例えば, 平野清一: 第50回シンポジウム「再結晶・集合組織の解析と制御」, 軽金属学会, (1996), 54.
 - 26) H. J. Bunge: *Z. Metallkde.*, **56** (1965), 872.
 - 27) D. Ruer and R. Baro: "Advances in X-ray Analysis", Plenum, **20** (1977), 187.
 - 28) S. Matthies and G. W. Vinel: *phys. stat. sol. (b)*, **112** (1982), K111.
 - 29) K. Pawlik: *phys. stat. sol. (b)*, **134** (1986), 477.
 - 30) H. Schaeben: *phys. stat. sol. (b)*, **148** (1988), 63.
 - 31) F. Wang, J. Xu and Z. Liang: *Textures and Microstructures*, **10** (1989), 217.
 - 32) K. Helming and T. Eschner: *Crys. Res. Technol.*, **25** (1990), K203.
 - 33) H. J. Bunge: *Proc. 8th Int. Conf. on Textures of Materials*, edited by J. S. Kallend and G. Gottstein, The Metallurgical Society, (1988), 69.
 - 34) K. Helming, S. Matthies and G. W. Vinel: *Proc. 8th Int. Conf. on Textures of Materials*, edited by J. S. Kallend and G. Gottstein, The Metallurgical Society, (1988), 55.
 - 35) U. F. Kocks: *Proc. 8th Int. Conf. on Textures of Materials*, edited by J. S. Kallend and G. Gottstein, The Metallurgical Society, (1988), 31.
 - 36) P. R. Morris: "Advances in X-ray Analysis", Plenum, **18** (1975), 514.
 - 37) J. Jura and J. Pospiech: *Texture Cryst. Solids*, **3** (1978), 1.
 - 38) Z. Liang, J. Xu and F. Wang: *Proc. 6th Int. Conf. on Textures of Materials*, Iron Steel Inst. Japan, (1981), 1259.
 - 39) P. Van Houtte: *Textures and Microstructures*, **6** (1984), 137.
 - 40) M. Dahms and H. J. Bunge: *J. Appl. Cryst.*, **22** (1989), 439.
 - 41) 井上博史, 稲数直次: 日本金属学会誌, **58** (1994), 892.
 - 42) H. J. Bunge and C. Esling: *J. Phys. Lett.*, **40** (1979), L627.
 - 43) K. Lücke, J. Pospiech, K. H. Virnich and J. Jura: *Acta metall.*, **29** (1981), 167.
 - 44) P. Van Houtte: *Textures and Microstructures*, **6** (1983), 1.
 - 45) M. Matsuo, K. Kawasaki and T. Sugai: "Advances in X-ray Analysis", Plenum, **29** (1986), 443.
 - 46) S. Matthies: *phys. stat. sol. (b)*, **92** (1979), K135.
 - 47) S. Matthies, G. W. Vinel and K. Helming: "Standard Distributions in Texture Analysis", Akademie-Verlag Berlin, **1** (1987), **2** (1988), **3** (1990).
 - 48) J. Hirsch and K. Lücke: *Acta metall.*, **36** (1988), 2863.
 - 49) O. Brun, Th. Chauveau and B. Bacroix: *Mater. Sci. Technol.*, **7** (1991), 167.
 - 50) O. Daaland and E. Nes: *Acta mater.*, **44** (1996), 1389.
 - 51) D. Raabe and K. Lücke: *Mater. Sci. Forum*, **157-162** (1994), 597.
 - 52) 伊藤邦夫, 関 史江: 鉄と鋼, **75** (1989), 2266.
 - 53) H. Inoue, S. Fukushima and N. Inakazu: *Mater. Trans. JIM*, **33** (1992), 130.
 - 54) 稲数直次, 井上博史: 日本金属学会誌, **52** (1988), 18.
 - 55) 大森梧郎: 軽金属, **26** (1976), 336.
 - 56) K. Ito, R. Musick and K. Lücke: *Acta metall.*, **31** (1983), 2137.
 - 57) 井上博史, 稲数直次: 軽金属, **44** (1994), 97.
 - 58) F. J. Humphreys: *Proc. Int. Conf. on Recrystallization in Metallic Materials (Recrystallization '90)*, edited by T. Chandra, The Minerals, Metals and Materials Society, (1990), 113.
 - 59) 浦吉幸男, 東海林了: 日本金属学会分科会シンポジウム予稿「材料集合組織とその工学的応用に関する技術の現状と将来展望」, (1996), 25.
 - 60) Hutchinson: *Proc. 11th Int. Conf. on Textures of Materials*, edited by Z. Liang, L. Zuo and Y. Chu, International Academic Publishers, (1996), 377.
 - 61) J. Pospiech and K. Lücke: *Z. Metallkde.*, **70** (1979), 567.
 - 62) T. Urabe and J. J. Jonas: *ISIJ Inter.*, **34** (1994), 435; 占部俊明: 日本金属学会分科会シンポジウム予稿「材料集合組織とその工学的応用に関する技術の現状と将来展望」, (1996), 23.