集合組織の基礎

稲垣 裕輔*・鈴木 清一**

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 52, No. 11 (2002), pp. 494-499

Introduction to texture

Hirosuke INAGAKI* and Seichi SUZUKI**

Keywords: ODF, pole figure, EBSD, inverse pole figure

1. はじめに

これまで、集合組織については多数の解説が書かれているが、いずれも、集合組織についてある程度の予備知識を持っている読者を対象としたものである。この度“広く読者に理解できるよう、平易に”という条件付きで執筆依頼があったので、初めての人でもすぐわかる、よりやさしい解説をまとめてみた。アルミニウムの集合組織については、すでにいくつかの専門的解説^{1)~5)}があるので、本解説で基本的なことを学んだ上でこれらの解説を読んで頂けば、それらの内容を十分理解できると思う。

2. 結晶の面と方向

アルミニウムの単位格子は、面心立方格子であるが、これは、図1に示す3辺の長さが等しく、互いに直交している単位格子、つまり単純立方格子で近似できる。単位格子の一つの角を原点にとり、直交する3辺をx, y, z軸にとる。またこれら軸上の原子間隔(格子定数)を単位長さとする、各原子の位置は図1に示す座標u, v, wで表すことができる。

2.1 結晶方向

原点と座標u, v, wを結ぶ直線の向きを[uvw]方向という。これを方向を表すミラー(Miller)指数と呼ぶ。uvwは最小整数比で表し角かっこでくる。たとえば[642]は[321]となる。また[-uvw]は[uvw]のようにマイナスを上につける。[uvw]に平行な方向は、原点を通らなくても、すべて[uvw]と表す。[uvw]のuvwの順番および符号を入れ替えたものはすべて等価であって、これらを総称して<uvw>で表す。図1に代表的な結晶方向を示す。

2.2 結晶面

図2に示すように、結晶内のある面が結晶座標軸x, y, zと各々、原点からa, b, cの距離で交わるとき、この面を(1/a 1/b 1/c)面と呼ぶ。この(1/a 1/b 1/c)を面を表すミラー指数と呼び、最小整数比で表し、丸かっこでくる。たとえば(422)は(211)面と表す。マイナスがつく場合はマイナスを指数の上につけ($\bar{h}\bar{k}\bar{l}$)と表す。結晶面がある座標軸に

図1 単純立方格子とその格子点の座標、代表的な結晶方向

図2 結晶面の定義

平行になる場合は、その切片は無限大となるので、これに対応する指数は0となる。また(hkl)面に平行な面はすべて(hkl)で表す。h, k, lの順番、符号を入れ替えて得られる面を総称して{hkl}と表す。図3に代表的な結晶面を示す。立方晶の場合(hkl)面の法線方向は[hkl]であるから、ベクトル

* 湘南工科大学機械工学科 (〒251-8511 神奈川県藤沢市辻堂西海岸 1-1-25). Department of Mechanical Engineering, Shonan Institute of Technology (1-1-25 Tsujidounishikaigan, Fujisawa-shi, Kanagawa 251-8511). E-mail: inagaki@mech.shonan-it.ac.jp

** テクセムラボラトリーズ・インク (町田市). TexSem Laboratories Inc. (Machida-shi, Tokyo).

受理日: 平成14年3月1日

図3 代表的な結晶面

の性質から明らかなように、(hkl)面内に[uvw]方向があれば、次式の関係

$$hu + kv + lw = 0 \quad (1)$$

が成り立つ。

3. 圧延した試料における結晶方位の表し方

3.1 ミラー指数表示

圧延した板に、図4に示すように試料座標系をとる。その場合、通常、圧延面法線方向（normal direction）はND、圧延方向（rolling direction）はRD、圧延直角方向（transverse direction）はTDと略称することになっているので、これらで表示した。この板の中の一つの結晶粒において、図4に示すように、圧延面に平行に(hkl)面、圧延方向に平行に[uvw]方向が向いているとき、この結晶粒の結晶方位は(hkl)[uvw]方位であるという。hu + kv + lw = 0の条件を満たすように、h, k, lおよびu, v, wの順番を入れ替えて得られる24通りの等価な方位群をとりまとめて{hkl}<uvw>と表し、この方位の一般的表示としている。

3.2 オイラー（Euler）角表示

図5に示すように、試料座標系としてX軸、Y軸、Z軸を、それぞれ、圧延方向RD、圧延直角方向TD、圧延面法線方向NDにとる。結晶座標系としてx, y, z軸を、それぞれ、[100], [010], [001]軸にとる。そしてこれらの座標系を完全に一致させておく。次に、図6に示すように、まず最初に、結晶座標系をそのz軸（[001]軸）のまわりに、反時計方向に角度 φ_1 回転する。次に移動した結晶座標系をそのx'軸（[100]軸）のまわりに角度 ϕ の回転を行う。最後に、移動した結晶座標系をそのz'軸（[001]軸）のまわりに、反時計方向に、角度 φ_2 回転する。この三つの回転 $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ によって結晶ないしは結晶座標系は試料座標系に対してある特定の傾いた状態、すなわち、ある結晶方位に到達する。つまり、この結晶方位は三つの角 $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ によって一義的に定義されることがわかる。この $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ をオイラー角と呼ぶ。

このように、結晶方位は、ミラー指数表示(hkl)[uvw]でもオイラー角でも表せるので、h, k, lやu, v, wと $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ の間には簡単な変換公式があり相互に容易に変換できる。なお、圧延した板の場合、試料座標系、結晶座標系の対称性から $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ の値のとり得る範囲は0°から90°である。

さて、このオイラー角 $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ を用いて結晶方位を表す

図4 ミラー指数による結晶方位の定義

図5 試料座標系と結晶座標系を重ね合せた状態

図6 オイラー回転 ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$)

とき、結晶方位は図7に示す φ_1 - ϕ - φ_2 3次元空間（オイラー空間）内の1点Pとして表されることがわかる。この三次元空間を二次元の紙面に示すために、通常この空間を角度 φ_2 方向に5°おきに水平にスライスし、得られた各 φ_2 一定断面を図8のように並べて示すことになっている。図8には、アルミニウムの集合組織に現れる主要方位のこれら断面上の位置を図示してある。

図7 三次元結晶方位空間 (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) 図8 三次元結晶方位空間の ϕ_2 = 一定断面上の主要方位の位置

3.3 正極点図による表示

図9に示すように、注目する結晶を中心とする球を考える。この球を参考球 (reference sphere) と呼ぶ。この結晶中の (hkl) 面の法線がこの参考球の球面と交わる点を (hkl) 面の極 (pole) と呼ぶ。図10に例として {100} 面の極を示す。

次に、まず、図11に示すように、投影面を参考球に接して垂直に設定する。ここで試料座標系を、その原点が参考球の中心に位置し、ND 軸が投影面に垂直に、RD 軸が上下方向に、TD 軸が横方向になるようにセットする。次に、原点をはさんで、ND 軸と投影面の交点の正反対の位置にあたる ND 軸と参考球の球面との交点に光源を置いて、参考球上の極 P を投影面に投影するとその投影 P' を得る。その結果、図12に示すような二次元投影図が得られる。このような投影法をステレオ投影と呼び、得られた投影図を正極点図と呼ぶ。図12に示す例は (001)[100] 方位の {111} 極をステレオ投影したものであって、これを (001)[100] 方位の {111} 極点図と呼ぶ。表示にどの hkl 極を用いるかは、(1) 極点図上の極の数があまり多くなならないこと、(2) 複数の結晶方位が共存して

図9 (hkl) 面の極 P の定義

図10 {100} 面の極

図11 試料座標系を基準としたステレオ投影

いてもそれらの同定が容易であること、などが条件となってアルミニウムの場合は {111} 極点図が多用されているが、{100} 極点図が用いられる場合もある。いくつかの主要結晶方位について図12のような {111} 極点図を作っておくと測定結果から結晶方位を迅速に同定できる。

3.4 逆極点図による表示

基準座標系として、正極点図法では、試料座標系を採用したが、逆極点図法では、結晶座標系を採用し、図12において、RD のかわりに [100]、TD のかわりに [010]、ND のかわりに [001] 軸をとる。この状態で、参考球球面上の主要結晶面の極をステレオ投影すると、図13の投影図を得る。これは中

図12 {001}[100]方位の正極点図

図13 001標準投影

心に001極があるので、001標準投影と呼ばれる。この標準投影は、001, 011, 111を3頂点とした三角形が24個並んだ構造になっているので、その中の一つで図14に示す三角形でこれらを代表させている。この三角形を、単位ステレオ三角形と呼んでいる。この三角形の中に試料軸の位置をプロットしたものが逆極点図である。たとえば圧延面法線ND軸の位置をプロットしたものはND逆極点図と呼ぶ。

4. 集合組織

加工や熱処理を行った試料においては、試料のある体積にわたって結晶方位を測定し、その結果を上述のオイラー空間、正極点図、逆極点図上にプロットすると、これらはある特定方位のまわりに、分布、密集する傾向があることがわかる。このような場合、この試料には優先配向 (preferred orientation) あるいは集合組織 (texture) が存在するという。また、この優先配向の中心にある結晶方位を集合組織の主方位という。これらをすでに図8に示したような低指数の単純な方位 (理想方位という) の位置と対比すれば、その主方位のミラー指数を決定できる。主方位を中心とした分布の広がり方は方位分散とよばれ、その集合組織の形成機構と密接に関係している。これに対してオイラー空間、正極点図、逆極点図上で結晶方位が均一に分布して集積がないとき、集合組織はランダムであるという。

図14 単位ステレオ三角形

図15 ODFの実測例、 $\phi_2=0^\circ$ 断面、(a) {100}<001>主方位、(b) {100}<013>主方位

4.1 集合組織の表示

4.1.1 三次元結晶方位分布関数

測定した結晶方位を ϕ_1 - ϕ - ϕ_2 3次元空間 (オイラー空間) にプロットすると三次元分布となり、これは、分布関数 $f(\phi_1, \phi, \phi_2)$ で表すことができる。この分布関数を三次元結晶方位分布関数 (orientation distribution function: ODF) という。このODFは図8と同様、 5° きざみの ϕ_2 =一定断面を並べて表示する。あるいは、これら断面のうち注目する ϕ_2 =一定断面のみを表示する。図15はそのような一例であって、すでに示した理想方位の位置を示すマップと対比すれば、その主方位を容易に同定できる。主方位は図15(a)では{100}<001>、図15(b)では{100}<013>である。

4.1.2 正極点図

いま、hkl極に注目すると、集合組織を持つ試料の場合、参考球上にこの集合組織に対応したhkl極の集積ができ、これをステレオ投影すると{hkl}正極点図が得られる。しかし、ここで注意しなければならないのは、図16に示すように、試料座標系で、ある方向 (α, β) へのhkl極の集積度 $P(\alpha, \beta)$ には{hkl}軸を共有する、つまり、{hkl}をこの位置に持つあらゆる結晶方位が寄与することである。このため、正極点図法では、これらの結晶方位を識別できない。結局、正極点図法は単に、{hkl}面の空間的分布を表しているにしか過ぎない。正極点図はもともと単結晶の方位を表すために用いられた方法であって、集合組織の主方位が単一の場合はこれを正確に同定できるが、主方位が複数個共存し、同じ (α, β) の方向に極をもつ場合は、主方位の同定、それらの体積比の推定は不正確となる。図17はアルミニウムの再結晶集合組織を示す{111}極点図である。この場合、主方位は

図16 極Pの集積に寄与する{hkl}面群

図17 {111}極点図の実測例

{100}<001>と{123}<634>である。しかし、前者の111極は、後者の111極の一つときわめて接近しており、まったく予備知識がなければ{100}<001>方位の存在に気が付かないであろう。また、両者が重畳したこの状態では、各方位のこのピークへの寄与を分離評価することは困難である。しかし、前述のODF解析を用いればこのような問題は生じない。

4.1.3 逆極点図

上述の正極点図の問題点は逆極点図の場合にもあてはまる。この場合、さらに深刻なのは、2枚の逆極点図、たとえば、ND、RD逆極点図を併用、対比しなければ主方位を決定できないことで、複数個、主方位が存在する場合は同定結果の信頼性は乏しくなる。

4.2 集合組織解析法

実用材料の大部分は、結晶粒の集合体である多結晶体である。多くの場合、機械的性質は、単純に、この結晶粒の直径と関係付けて種々の議論がなされている。しかし、図18に示すように、これら一つ一つの結晶粒に特定結晶面で構成するエッチピットを作ってみると、これら結晶粒の一つ一つに結晶方位があり、結晶粒径のみでなく、それらの結晶方位も考慮に入れて機械的性質と結晶組織の関係を議論する必要があることがわかる。したがって、これら各結晶粒の結晶方位を決定することはきわめて重要である。

図18 個々の結晶粒の結晶方位を示すエッチピット

4.2.1 X線による集合組織解析

X線では、ビームが太いために、こまかい結晶粒一つ一つの結晶方位を決定することはできない。このため、個々の結晶粒の結晶方位を決めることは考えずに、試料にかなり太いX線ビームを当て、入射X線と回折X線を検出するシンチレーション・カウンタを常にブラッグ(Bragg)の反射条件を満たすように固定しておいて、試料をあらゆる角度に動かし、どの方向でどの位の{hkl}面の反射強度が得られるかを測定する。これによって参考球の球面上に強度の強弱分布、つまり{hkl}面法線の集積の粗密分布が得られる。これを2次元投影して、すでに図17に示したような極点図を得る。しかし、この場合でも数枚の極点図をもとにしてODFを計算することができ、正確な結晶方位分布が得られる。現在はメーカーのソフトをそのまま使えば誰でも容易にODFを得ることができるようになっている。上述の説明を参考にすれば、得られたODFの内容を容易に理解できると思う。X線による集合組織解析の欠点は、太いX線ビームを使っているために、個々の結晶粒の方位がわからないことと同時に、ある方位の領域が、試料のどの部分に、どのぐらいのサイズで存在するか明らかにできない点にある。このため、組織の不均一、たとえばバンド組織、2相合金での2相の分散状態などについての情報は得られない。

4.2.2 EBSD

SEMにおいて通常のスキャンを行いながら、各測定点で反射電子菊池線回折(Electron Back Scatter Diffraction Pattern: EBSD)パターンを採集、解析すれば、精度1°以内の高精度で結晶方位のマッピング像を得ることができ、各結晶粒の方位を識別できる。この方法の原理、現状については、文献^{(6)~(8)}に詳しく述べられている。ここではこの方法を用いた標準的な集合組織解析の結果を説明する。より高度な応用例については、紙面が不足するので、機会を改めたい。図19は温間圧延後、部分再結晶させた純アルミニウムの圧延直角断面でEBSD解析によって求めたND軸逆極点図マップを示す。隣接結晶粒との方位差が5°以上の場合は黒線で結晶粒界が示してあり、個々の結晶粒はそのND軸が単位ステレオ三角形中に占める位置に応じて種々の色にぬりわけられている。この図からX線で求めたODFでは明らかにすることの

図19 EBSD で求めた逆極点図マップ

図20 EBSD で求めた ODF

図21 EBSD で求めた正極点図, 逆極点図

できなかった試料の各位置における局所的な方位を容易に知ることができることがわかる。たとえば圧延集合組織の主方位成分の展伸結晶粒がどのように重なり合っているか、それらの間で再結晶が起こりやすいものと起こりにくいものとでどのような違いがあるのかなどを調べることができる。EBSD法で求めたODF、正極点図、逆極点図を図20および図21に示す。これらは、等高線図表示、ドット表示のいずれでも表示できる。これらの結果はいずれも集合組織が $\{110\}$ $\langle 112 \rangle$ から $\{123\}$ $\langle 634 \rangle$ を経て $\{112\}$ $\langle 111 \rangle$ に至るいわゆる β 繊維集合組織が主方位であることを示している。その中で $\{110\}$ $\langle 112 \rangle$ 方位がとくに強いのは熱間圧延材の特徴である。このようにEBSD法でも、X線法と同様、ODF、正極点図、逆極点図を得ることができる。ただし試料の測定範囲が小さいのでその部分に関する局所的なODF、正極点図、逆極点図であることに注意すると同時に、微小領域についてもODF、正極点図、逆極点図を描くことができるという大

きな利点に注目すべきである。

5. おわりに

わかりやすく、できるだけ少ないページ数で、という相反する2条件のもとで最低限、「極点図、ODFが読めるようになる」ことを目標としてこの解説を書いた。ご不明の点があればe-mailにてお尋ね下さい。

参考文献

- 1) 高橋恒夫, 村上 雄: 軽金属, **31** (1981), 571.
- 2) 軽金属学会編: アルミニウムの組織と性質, (1991), 345.
- 3) 井上博史: 軽金属, **42** (1992), 358.
- 4) 伊藤邦夫: 軽金属, **43** (1993), 285.
- 5) 井上博史, 稲数直次: 軽金属, **47** (1997), 246.
- 6) 梅沢 修: 軽金属, **50** (2000), 86.
- 7) 正橋直哉: まてりあ, **38** (1999), 871.
- 8) 鈴木清一: まてりあ, **40** (2001), 612.