X線回折顕微法によるアルミニウム単結晶の研究*

中 森 鎮 雄** 小 島 公 平**

X-Ray Diffraction Microscopy Technique for the Study of Aluminium Single Crystals

by

Shizuo NAKAMORI and Kohei KOJIMA

(Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University, Sakai)

By the use of Soller slit in the primary beam and a line source of characteristic X-rays, the X-ray diffraction microscopy is extended to allow the detection of imperfection in a crystal lattice. A Soller slit creates a set of virtual X-ray sources. A large number of rays cross at the center of each cell, so that the vertically divergent beam emerging from each cell may be said to issue from the virtual source located at the center of each cell. At the same time the rays are diverging horizontally from the actual source, so that the virtual source is actually a short horizontal line through the center of each cell, there being one virtual source for each cell of the Soller slit.

This technique has the advantage of allowing the diffraction patterns from distorted and undistorted region in a crystal lattice to be recorded on the large surface by taking a single photograph.

This new technique is applied in the present investigation to a study of the deformation of aluminium single crystal, and it is revealed that the clustered slip regions are rotated relative to matrices after tensile deformation.

(Received Aug. 15, 1966)

1 緒 言

X線回折顕微法は Berg¹⁾により始められ、その後多くの人々により発展され、結晶の不均一変形、加工に伴う結晶の微細化、その後の加熱による回復過程としてのポリゴンゼーション、結晶の完全性や下部組織の検出などにそれぞれの成果があげられている。

この方法は大きく分けて点状のX線源（見掛け）を使う発散線法と、線状のX線源を使う平行線法とが考えられ、一般には前者では白色線、後者では特性線を用いることによって、ある広さからの1対1の対応のついた回折像を得ることができる。この両者のうち、像の解釈の直接性、強度の大きさおよび解像力の点で特性線を使うほうが望ましい。

特性線を用いる代表的方法として Berg-Barrett²⁾法があるが、この方法では試料の格子の完全性がよいときには回折を起こす領域は一般に狭い。広い部分よりの回折像を得るためには焦点を大きくするか、あるいは焦点と試料との距離を大きくしなければならない。しかし、前者では解像力および回折角に対する感度が悪くなり、後者では露出時間が長くなる不便がある。さらにこの方法は平行線法であるので、結晶格子の完

全な部分と乱れた部分とからの回折像を1枚の写真に同時に得ることができない。

そこで筆者らは線状焦点より発する特性X線源の前方に soller slit を置くことにより、この slit によって形成される見掛け上の点状焦点から若干の発散角を有する多数のX線束を得て、これによる多数の線状の回折像を1枚の写真に同時に記録することによって、結晶のかなりの広さについて調べることを可能にした。また方位の乱れた部分からの回折像を完全な部分からの像よりの位置のずれとして、巨視的湾曲は回折線の曲りとして1枚の写真に同時に記録することができた。この方法を用いて、束状すべりを示すアルミニウム単結晶試料について観察を行ない、すべての領域のすべてにない領域に対する方位変化を明らかに検知し考察を行なった。

2 実験装置および方法

装置の配置をFig. 1に示す。実際の線状X線源 S より発したX線は、水平な金属板を平行に等間隔に並べた soller slit を通ることにより見掛け上の点状X線焦点が形成される。すなわち、多数のX線は soller slit の各 cell の中心点 S_0 にて交差する。したがって、垂直発散を有するX線が S_0 なる焦点より発しているものとみなすことができる。しかし、同時にX線は線源 S から水平にも発散しているので、実際には見掛け上の

* 原稿受理 昭和41年8月15日

** 正会員 大阪大学産業科学研究所 堺市東浅香山町3丁目

Fig. 1. Geometry of X-ray system.

焦点は S_s を通る短い水平な線となる。このような焦点が soller slit の各 cell に形成される。

これらのおおのの焦点から出る発散X線が試料面に入射され、X線束の中心線 $S'S_sO$ が回折面と Bragg 角 θ をなすように試料を配置すれば、フィルム上に特性線による多数の線状回折像が同時に得られる。結晶方位の乱れがX線束の発散角内で Bragg 角を満足する範囲内であれば回折を起こし、回折像の位置の移動として乱れを検知できる。この位置の移動の様相を検討することにより、乱れの分布、方位関係などを知ることができる。このようにして試料表面のかなりの広さにわたって格子の乱れの状態を観察することができる。また soller slit により、照射される試料面の1点における入射X線の収斂角も小さくなり、解像力ならびに角度に対する感度も良好となる。さらに通常のX線管球を用いることができる利点もある。

本実験では焦点 S の大きさ(見掛け上) $10 \times 0.1 \text{ mm}^2$, slit 数 20, slit の金属板の厚さ 0.25 mm , slit の断面 $5 \times 0.25 \text{ mm}^2$, 長さ D 30 mm である。したがって、垂直発散角 β は約 $60'$, 水平発散角は約 $2'40'$ となる。焦点と slit 中心間距離 $S'S_s$ 90 mm , slit 中心と試料間距離 S_sO 140 mm である。点 O における入射X線の垂直および水平方向の収斂角はそれぞれ, $S_sO = 140 \text{ mm}$ で約 $5.5'$ および $1.5'$ となる。フィルムは試料表面に平行に置き、試料とフィルム間の距離は $4 \sim 20 \text{ mm}$ の範囲で適当に選んだ。

試料はひずみ焼なまし法により作った99.99% Al の単結晶であり、その寸法形状は $10 \times 100 \times 1 \text{ mm}^3$ のたんぎく形のものである。試料に与えた変形は、手動の小型試験機による引張変形である。

3 実験結果

上記の方法を用いて撮影した以下に示す写真はすべてフィルムを試料に面していない側から (Fig. 1 では下側から) X線源を左に並べてみたものであり、したがって試料の表面を直接ながめていることになる。写真で白く現われているのが回折強度の大きい場所である。

Fig. 2 は焼なまし状態にある試料から得られた回折像である。回折線は湾曲を示している。この湾曲状態から試料の結晶格子は、熱処理中あるいは取り扱い中に生じた応力により巨視的湾曲を起こしていることがわ

Diffraction plane (113)
Characteristic X-ray $\text{CoK}\alpha$
Glancing angle 22.6°
Source to specimen distance (SsO) 140 mm
Specimen to film distance 6 mm

Fig. 2. Diffraction pattern from curved crystal lattice.

かる。さらに詳細に湾曲状態を知るためには他のいくつかの回折面よりの回折像を検討すればよい。

次に、引張変形によって束状すべりを示す試料について観察を行なった。Fig. 3 に用いた試料の方位を示

(111) Primary slip plane
(110) Primary slip direction
(113) Diffraction plane
S.A Specimen axis
S.N Surface normal
 θ Angle between specimen axis and slip plane normal
 η Angle between slip direction and projection of specimen axis on slip plane

Fig. 3. Stereographic projection of the orientation of crystal.

す。Fig. 4 (a)はこの試料の変形を与える前のものから得られた写真であり、回折線像は乱れのない直線であって、この試料の格子はほとんど乱れのない完全に近いものであることがわかる。Fig. 4 (b)はこのような状態の試料に2.5%の引張変形を与えた後に撮影した写真である。像中に見える直線状のすじは、一次すべり系の活動による束状すべり帯に対応するものである。このすべった領域よりの回折像は、すべっていない領域よりの像に対して移動した位置にある。試料-フィルム間距離は 6 mm であるので、写真上での回折像位置は試料表面上での入射X線の回折位置とほぼ同一関係にあるとしてよいから、すべった領域での回折位置

(a)

(b)

(a) Before deformation (b) After deformation (2.5% elongation), showing clustered slip

Diffraction plane (222)
Characteristic X-ray CoK α
Glancing angle (a) 27.8° (b) 27.0°
Source to specimen distance (SsO) 140mm
Specimen to film distance 6mm

Fig. 4. Diffraction patterns before and after deformation.

は、すべていない領域の回折位置よりX線源から遠い位置である。すなわち、入射X線の glancing angle がすべての領域ではすべていない領域よりも小さくなる。この場合X線は試料表面法線とすべていない領域の回折面法線とを含む平面にほぼ平行に入射したのであるから、すべての領域の方位変化によって生ずる回折面法線の方位変化は、試料表面法線とすべていない領域の回折面法線とを含む平面上の成分としては、試料表面法線から遠ざかる方向の回転成分を有することがわかる。乱れた領域の方位変化を起こす回転軸と回折面法線とを含む平面と、入射X線方向と回折面法線とを含む平面とのなす角が直角より非常に大きく離れた角度を有しているならば、たとえ回折面法線の回転成分が、回折面法線と試料表面法線を含む平面に対して試料面法線から遠ざかる方向を有していても、この平面に対する直角方向の回転成分が大きくなるため、入射X線は glancing angle が大きくなる場所で回折を起こすのですべての領域からの回折像の位置は、ここで得られたものとは反対方向に動くはずである。

さらに写真を詳細に観察すると、すべての領域よりの回折像は、すべていない領域よりの像に対し、写真の上下方向にわずかの重なり合いが見られる。この重なり合いはすべての領域からの像が写真の下方方向に移動して生じたものであり、重なり合った幅の分だけ像の上側はすべていない領域の像に対して gap を生じている。この写真ですべり帯の方向は入射X線方向と試料表面法線とを含む面に対してだいたい平行である。また、すべり面(111)と回折面(222)とのなす角は $70^{\circ}32'$ である。これらのことを総合して考えると、すべての領域の方位変化の回転軸として、すべり面法線(111)を予想することが可能である。さらにこれを確かめるために、他の種々の回折面からの回折像の観察および細束ビームを用いてのラウエはん点のわずかなアステリズムの解析を行なった結果、すべての領域の方位変化の回転軸がすべり面法線であると予想したことがと矛盾する事実は得られなかった。

4 考 察

ここに提案した方法により、結晶の連続的ならびに不連続的な乱れを回折像の直線からの湾曲、相対的位置変化として結晶表面のかんりの広さにわたって検知することを可能にした。この方法により、アルミニウム単結晶の格子の巨視的湾曲を観察し、また束状すべり領域のすべていない領域に対する方位変化について検討を行なった。さらにこの方法を用いて、変形帯の観察および subgrain の観察も可能である。また透過法としても用いることができる。

束状すべり領域の方位変化については、すべての領域よりの回折像とすべていない領域からの回折像との相対的位置関係から方位変化の回転軸を予想したが、これを1枚の写真から定量的に求めることもできる。

ところで変形した試料から得られるラウエはん点のアステリズムの解析から、格子の湾曲はすべり面上のすべり方向と直角な軸の回りの格子湾曲によるものとされ、アステリズムは主として変形帯に起因するものであると考えられている。しかし、アステリズムから得られる格子の回転軸として、束状すべりと関連してすべり面法線が得られたことも報告されている。束状すべりを生ずる方位の試料では、変形帯は変形の初期には現われにくいだが、束状すべりによるアステリズムは非常に小さくまたわずかな変形帯によってもアステリズムの様相は変化するため、束状すべりによる方位変化を明確に知ることは容易でない。さらに、ラウエはん点からは湾曲の場所的分布を直接的に知ることができない。しかし、筆者らの方法による観察では、束状すべり領域は明らかに方位変化を生じていることがわかった。そしてその方位変化により、すべていない領域の格子の大きな乱れを引き起こしていないこと、

および回折像の位置の移動方向から、束状すべりを起こしている領域の方位変化の回転軸はすべり面法線あるいはそれに近い方位であることが予想される。また、回転軸の方位とともに回転方向もすべり面と引張軸との方位関係に関連があると考えられるが、詳細は次報に譲る。

5 総 括

従来の特性X線を用いての平行線法によるX線回折顕微法に改良を加え、若干の発散角を有する多数のX線束を *soller slit* で形成して、結晶表面のかなりの広さにわたって、格子の乱れた部分と乱れない部分との回折像を同時に1枚の写真に記録することを可能にした。

この方法を用いて、束状すべりを生じたアルミニウム単結晶表面について観察を行ない、すべての領域の方位変化を検知し、その方位変化の回転軸としてすべ

り面法線を予想した。

(昭和41年7月13日 日本材料学会第5回X線材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) Berg, W.F., *Naturwiss.*, **19**, 391 (1931).
- 2) たとえば, Schulz, L.G., *J. Metals*, **6**, 1 082 (1954); Barrett, C.S., *Trans. AIME*, **161**, 15 (1945); Nishiyama, Z., and M. Yamamoto, *Mem. Inst. Sci. Ind. Res., Osaka Univ.*, **XI**, 163 (1954); 小島公平, 辛島誠一, “仁田勇編「X線結晶学・下巻」”, 6 (1961) 丸善
- 3) Gay, P., and R.W.K. Honeycombe, *Proc. Phys. Soc.*, **A64**, 844 (1951).
- 4) Nishimura, H., and J. Takamura, *Tech. Rep. Engg. Res., Kyoto Univ.*, **2**, 139 (1952).
- 5) 岡田克己, 川島信夫, *金属学会誌*, **19**, 346 (1955).