全自動単結晶方位測定解析システムの開発

片山道雄^{*1)} 下村順一^{*1)} 山下裕之^{*2)}
 菊池哲夫^{*1)*} 稲子義雄^{**2)}

1. はじめに

金属材料の単結晶の方位測定は、当所では1950年代後半からフィルムにより背面反射ラウエ法で行われてきたが、迅速性の点で難があった。その後、当所で、迅速性を目的として、1969年に、特性X線($\text{CoK}\alpha$)を用いて、検出器にシンチレーションカウンタ(SC)を単結晶の回折格子面 $\{hkl\}$ の 2θ に固定し、サンプルを2次元的に揺動(あおり、回転)することにより、ポーラネットを具備した残像性ブラウン管上に極点 $\{hkl\}$ が直接表示されるという画期的な装置が開発された⁽¹⁾。オペレータは、顕微鏡で結晶粒を合わせるだけで2分/1粒で極点図が得られるようになった。今回は、更なる省力化、迅速化、高精度化を目的に、結晶粒を認識するためのCCDカメラを具備した画像処理装置とX線発生装置をパソコンで接続して、解析も無人で行える全自動単結晶方位測定解析システムを開発、実用化した⁽²⁾。

2. 基本的開発構想

方向性珪素鋼板の磁気特性は主として、磁束密度(B_8)と鉄損値($W_{17/50}$)により決定され、2次再結晶粒の結晶方位集積と直接関連づけられているため、最終製品の良否を決める重要な指標として、古くから、製品開発あるいは、品質管理などに用いられている。この磁気特性測定用エプスタインサ

ンプルの寸法は、280 mm×30 mmに統一されており、得られる特性値は、サンプルの全2次再結晶粒の合成された方位の平均値および、平均結晶粒径に依存していると考えることができる。したがって、磁気特性と方位との関係を明らかにするには、エプスタインサンプルの全2次再結晶粒一つ一つの方位と結晶粒径を知ることが望ましい。サンプルには、絶縁被膜が塗付されたものと、表面の被膜を除去し、エッチングされたものとの2種類がある。前者の場合は、そのまま方位測定する場合も多く、目視で結晶粒界を識別することはほとんど不可能である。したがって、システムとしては、等間隔ステップ機構を設けて被膜の上から方位を測定する必要がある。一方、後者の場合は、各結晶粒は肉眼でも判別できるのでCCDカメラと画像処理装置およびパソコンを活用して、結晶粒の重心決定の他に、粒子直径、面積率、アスペクト比および周長比などの情報も同時に得ることを必須にした。また、X線による方位測定および解析については、ラウエパターンの検出には、超高感度テレビカメラを用いて、測定時間の短縮を図る。さらに、ディスプレイ上に写されたラウエパターンの指数付は、前もって主要な $\{hkl\}$ の面間角度および晶帯軸の角度がパソコンにファイリングされており、測定の都度、参照することにより自動的に決定される。最終的には、 $\{100\}$ 、 $\{110\}$ 極点を算出しファイリングする。方位差の解析では、得られた極点の方位のずれを3次元的に分解して、より磁気特性との詳細な検討が行えるように、統計処理により整理し出力される。いずれも、測定、解析のスピード化、マンパワーの低減、方位差のずれの分解による系統的解析を容易にすることを目標にした。

3. システム開発の構成と特徴

図1に、結晶粒を自動的に認識するためのCCDカメラおよび画像処理装置とラウエパターンを撮るためのX線発生

* 川崎製鉄株式会社

1) 分析物性研究センタ主任研究員

2) システムエレクトロニクス事業部掛員

** 理学電機株式会社

1) 設計部技師 2) 設計部技師補

Development of Fully Automatic Single Crystal Orientation Measuring System; Michio Katatama*, Jun-ichi Shimomura*, Hiroyuki Yamashita*, Tetuo Kikuchi**, Yoshio Inago** (*Kawasaki Steel Corporation. **Rigaku Corporation)

1994年1月31日受理

図1 全自動単結晶方位測定解析システム。

装置、サンプルホルダーおよびX線テレビカメラなどの処理装置を模式図で示す。

(1) 各単結晶の重心決定

CCDカメラの試料台では、R, G, B(赤, 緑, 青)の光源で、サンプル表面を照射し結晶粒界の認識を容易にしている。しかしながら、結晶方位が揃い粒界の認識が困難な場合は、XY電動ステージを用いて、CCDカメラとサンプルが一体となって揺動する機構を使用することにより認識率の向上が図られている⁽³⁾。画像処理装置で結晶粒の重心が決められ、同時に各結晶粒の直径、面積率、アスペクト比および周長比などが計算される。これらのパラメータは、X線測定側のCPUで読み取られる。また、サンプルは、パレットにセットされたまま、X線測定用サンプルホルダーに最高4枚までセットが可能である。図2に、その外観写真を示す。これは、夜間無人測定の際に有効である。ラウエパターンの測定に際し、サンプルホルダーはあらかじめ決められている原点を基準として、画像処理装置側から指示された、X軸およびY軸へ自動的に重心がセットされる。

(2) ラウエパターンの測定

1mmφのコリメータを通してX線が照射され、ラウエパターンは、リアルタイムで蛍光板付高感度カメラで検出され画像処理装置に表示される。図3に約8秒で測定されたラ

図2 サンプルホルダーの外観。

図3 画像処理装置に得られたラウエパターン。

ウエパターンを示す。X線ビームとサンプルおよび、検出器は、45°-90°法を採用しているため、主要晶帯軸が2次曲線で得られている。そして、生のラウエパターンはBG補正および、2値化されて、斑点のみが明瞭にされる。

(3) 指数付と解析

得られたラウエパターンの角度とすでにファイルされている<001>, <111>, <110>などの主要な晶帯軸の開き角度、および{110}, {210}, {310}, {321}, {211}, {221}, {111}などの

図4 極点の各3軸への分解.

面間角度の照合が行われ面指数が決定される．そして， $\{100\}$ および $\{110\}$ 極点が算出される．得られた極点の方位のずれについては，図4に示されるように，RDに対する $\{001\}$ のずれおよび，NDに対する $\{110\}$ のずれは各々3軸に分解表示される．なお，1粒の測定，解析に要する時間は45秒である．

(4) 繰返し測定解析精度

得られたラウエパターンから，自動的に主要な指数が決定され， $\{100\}$ 極点が算出される．これらの解析結果の精度は，磁気特性を評価するうえで非常に重要である．表1に同一の単結晶を50回繰返し測定解析された方位角の繰返し誤差を示す．表から明らかなように，6つの方位角のパラメータの標準偏差は 0.23° 以下を示しており，精度が高いことがわかる．

表1 繰返し測定解析精度.

($n=50$)

	α	β	γ	δ	ϵ	ζ
平均	1.38	1.54	2.15	0.53	1.52	1.61
分散	0.05	0.00	0.05	0.01	0.00	0.00
標準偏差	0.21	0.07	0.23	0.11	0.07	0.07

図5 2次再結晶粒の $\{100\}$ 極点図.

4. 適用例

図5に方向性珪素鋼板の2次再結晶粒の結晶方位解析後の $\{100\}$ 極点図を示す．

また，各々RDおよびNDから3軸に分解されたずれは，サンプル1枚の全結晶粒に対して，統計処理され分散，標準偏差，全結晶粒数，面積率などが出力され，高精度な解析が行われている^{(4)~(6)}．

5. おわりに

本システムは，エプスタインサンプルで月間120枚の処理能力を有し，1990年5月から実用化後，無人で順調に稼働しており，磁気特性と方位との関係の詳細な解析に威力を発揮している．

文 献

- (1) 鶴岡一夫，安部忠広，深尾良郎：川崎製鉄技報 1 No. 3(1969)，68.
- (2) 片山道雄：特開昭60-95336.
- (3) 片山道雄：特開平 5-180775.
- (4) 光法弘視，佐藤圭司，菅 孝宏：CAMP-ISIJ, 4(1991)，1876.
- (5) 小松原道郎，早川康之：CAMP-ISIJ, 6(1993)，673.
- (6) 小松原道郎，早川康之：CAMP-ISIJ, 6(1993)，1830.