集合組織の測定法と表示法の 標準化について

—「材料集合組織」研究会報告—

井 上 博 史*

1994年に本学会の分科会研究グループとして「集合組織と材料特性」研究会が発足し、その中で「集合組織の測定法と表示法の標準化」に関するワーキンググループが結成された。その活動目的は集合組織を正確に測定し解析結果を厳密に表示するために種々の項目に関して標準化を行おうとするものである。1998年で「集合組織と材料特性」研究会は終了したが、それを継承する形で1999年に新たに「材料集合組織」研究会が発足した。上述の標準化についても活動が継続され現在に至っている。研究会でこれまでに報告した内容は、

1. X線回折装置メーカー各社による極点図の測定結果⁽¹⁾
2. 集合組織の三次元方位解析結果⁽²⁾
3. 集合組織解析における問題点⁽³⁾
4. Windows用ODF解析プログラムの公開⁽⁴⁾
5. X線極点図およびEBSPによる集合組織解析の現状⁽⁵⁾

第1報では、国内でX線回折装置を製造販売している、島津製作所、日本電子、フィリップス、マック・サイエンス、理学電機の5社にご協力いただき、同一試料を用いてSchulzの反射法でX線極点図を測定した結果を報告した⁽¹⁾。持ち回り試料として90%冷間圧延した1100アルミニウム板および80%冷間圧延した極低炭素鋼板を使用した。集合組織が鋭角なアルミニウム板では装置による差異はほとんど見られなかったが、比較的大きな方位分散をもつ極低炭素鋼板では装置による違いが認められた。この原因として、スリット等の測定上の問題や α 角に対する強度補正のようなデータ処理上の問題が考えられる。第2報ではこれらの極点図データに基づいて三次元結晶方位分布関数(ODF)を

計算し定量的な比較を行った⁽²⁾。以下で述べる繊維集合組織(fiber texture)の定義を表1に示す。アルミニウム板の場合、主成分である β -fiberの形状や強度が類似しているのに対して、極低炭素鋼板の場合、主成分の α -fiberおよび γ -fiberの強度だけでなく形状においても明白な違いが認められた。本研究会とはほぼ同時期に海外でもround robin testが行われていた。同一のアルミニウム試料を用いて欧米の14研究グループがX線極点図測定とODF解析を行った結果が第11回材料集合組織国際会議(ICOTOM11)のproceedingsに掲載されている⁽⁶⁾。これによると、得られたODFの強度は数値的に倍以上も違っており、集合組織解析法の標準化が必要であると書かれている。本研究会の場合、幸いにも同一のODF解析プログラムを使用したため、強度が極端に異なるようなことはなかった。しかしながら、これらの結果から標準化の重要性を改めて痛感した。

第3報ではこれまでの結果を踏まえて、集合組織解析する上での注意点、具体的にはX線極点図における強度補正の重要性和ODFにおける奇数項の重要性について報告した⁽³⁾。Schulzの反射法ではX線を発散させ幅広の受光スリットでなるべく回折線の全量を計測する。 α 傾角が大きくなると(極点図の外側の部分になると)、DefocusingやCutoffの問題が起こるため、無配向性試料(または計算式)による回折強度の補正が不可欠となる。回折角が小さい結晶面ほど一般に α 回転に伴う強度低下が大きい⁽⁷⁾ので、波長の短いX線で測定する場合は特に注意が必要である。測定した極点図を無配向性試料で強度補正した場合としなかった場合の極低炭素鋼板におけるODF解析結果(ゴースト補正あり)を図1に示す。 γ -fiberよりも α -fiberの曲線形状に大きな違いが

* 大阪府立大学助手；大学院工学研究科材料工学分野(〒599-8531 堺市学園町1-1)
Standardization of Measurement and Representation in Texture Analysis; Hirofumi Inoue(Department of Metallurgy and Materials Science, Graduate School of Engineering, Osaka Prefecture University, Sakai)
Keywords: texture, pole figure, intensity correction, orientation distribution function, odd term, euler angle, fiber, standardization, software
2001年2月1日受理

表1 bcc および fcc 金属圧延板における代表的な繊維集合組織.

結晶系	名称	ファイバー軸	代表方位	オイラー角
bcc	α -fiber	$\langle 110 \rangle // \text{RD}$	$\{001\} \langle 110 \rangle - \{112\} \langle 110 \rangle - \{111\} \langle 110 \rangle$	$\varphi_1 = 0^\circ, \Phi = 0^\circ \sim 55^\circ, \varphi_2 = 45^\circ$
	γ -fiber	$\langle 111 \rangle // \text{ND}$	$\{111\} \langle 011 \rangle - \{111\} \langle 123 \rangle - \{111\} \langle 112 \rangle$	$\varphi_1 = 0^\circ \sim 90^\circ, \Phi = 55^\circ, \varphi_2 = 45^\circ$
fcc	α -fiber	$\langle 110 \rangle // \text{ND}$	$\{110\} \langle 112 \rangle - \{110\} \langle 001 \rangle$	$\varphi_1 = 0^\circ \sim 35^\circ, \Phi = 45^\circ, \varphi_2 = 90^\circ$
	β -fiber	$\sim \langle 110 \rangle 60^\circ \text{ND-RD}^*$	$\{011\} \langle 211 \rangle - \{123\} \langle 634 \rangle - \{112\} \langle 111 \rangle$	$\varphi_2 = 45^\circ \sim 90^\circ$ 断面を横切るスケルトンライン

* ND から RD の方へ約60°傾いた $\langle 110 \rangle$ ファイバー軸を表す.

図1 80%冷間圧延した極低炭素鋼板の α -fiber と γ -fiber に及ぼす極点図の強度補正の影響. 図2 80%冷間圧延した極低炭素鋼板の α -fiber と γ -fiber に及ぼす奇数項の影響.

認められ、強度補正をしなかった場合に $\{001\} \langle 110 \rangle$ の方位密度が顕著に増加する. このように強度補正を行わなければ誤った結果が得られることは明白である. ところで、級数展開法において極点図から得られる偶数項のみの ODF では尖鋭な集合組織ほど偽のピーク、いわゆるゴーストが顕著に現れる. ゴーストを低減するには奇数項を決定する必要がある. 上述の極低炭素鋼板について奇数項の有無による ODF の違いを調査した結果を図2に示す. α -fiber における $\{001\} \langle 110 \rangle \sim \{112\} \langle 110 \rangle$ の強度上昇と $\{111\} \langle 110 \rangle \sim \{110\} \langle 110 \rangle$ の強度低下, γ -fiber における曲線形状の変化が見られる. α -fiber に関しては主成分が増加し、ピークの裾に相当する方位が減少する. ゴースト補正により真のピーク強度は一般に増加するため、偶数項 ODF では $\{111\} \langle 110 \rangle$ が近傍

の主方位 $\{112\} \langle 110 \rangle$ の影響を受けて本来の方位密度よりも高くなっていると考えられる. したがって、集合組織成分の定量的な議論には奇数項を含む ODF を用いなければならないことは明白である.

最近、EBSP による解析結果が多数報告されている. 本来 EBSP 法は結晶方位の場所の情報や局所集合組織の情報等を得るために使用されるものであるが、その便利さから X 線極点図の代用としてマクロ集合組織の測定に用いられることがある. しかしながら、電子線の侵入深さは X 線に比べてかなり小さく、さらに EBSP の測定範囲は X 線の照射面積よりも一般にかなり小さいため、X 線極点図法で RD 軸および TD 軸に関して対称性のある極点図が得られる場合でも EBSP 法では非対称な極点図となることがよくある⁽³⁾. また X 線とは異なり、EBSP 法では (hkl) 面と $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ 面が区別されることも注意しなければならない. これらを考慮すると、マクロの集合組織解析は X 線極点図法で行うべきであると言える.

上記のような測定・解析法の標準化だけでなく、極点図および ODF に関連する種々の表示や定義についても標準化することを本研究会で検討してきた. その結果、表2に示す4つの項目について表示法の統一を行うことにした⁽⁵⁾. (a)極点図の α 角は、最大傾角 $\alpha_{\max}$ の値で反射法の測定範囲がわかるように、中心を 0° とし最外周を 90° とする. (b)ステレオ標準投影図との対応を考慮し、極点図の面指数は最も小さい正の整数の組合せを用いる. 例えば fcc 金属の200回折線で極点図を測定した場合、 $\{100\}$ 極点図と表示する. (c)ODF のオイラー角は世界的に使用者の多い Bunge の表記 $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ を用いる. (d)極点図が非対称な場合の ODF 表示は、極点図における β 回転や α 回転との対応から、 $\varphi_1 = 0^\circ \sim 360^\circ, \Phi = 0^\circ \sim 90^\circ$ の空間を使用する. 今後、読者の方もこれに従った表示を行うようお願いしたい.

繊維集合組織の名称も標準化する必要がある. 表1に示

表2 表示法の標準化.

項目	表示
極点図の α 角	中心: $\alpha = 0^\circ$, 最外周: $\alpha = 90^\circ$
極点図の面指数	最も小さい正の整数を用いる
ODF のオイラー角	Bunge の表記法: $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$
非対称極点図の ODF	$\varphi_1 = 0^\circ \sim 360^\circ, \Phi = 0^\circ \sim 90^\circ$

図3 立方晶用ODF解析ソフトウェア“Standard ODF”。

したように、一般的に使用されているファイバーはbcc金属の α -fiberと γ -fiber, fcc金属の α -fiberと β -fiberである。この表の α -fiberからわかるように、bccとfccで同一名のファイバーは圧延面の指数と圧延方向の指数を入れ替えたものとなっている。その由来は定かではないが、おそらくbccとfccのすべり面指数とすべり方向指数の関係からきていると思われる。したがって、アルミニウム合金圧延板などの表面層に見られる $\langle 110 \rangle // RD$ ファイバー(“せん断型圧延集合組織”)や黄銅などの合金型圧延集合組織に含まれる $\langle 111 \rangle // ND$ ファイバーを、それぞれbccのファイバー名である α -fiberや γ -fiberと同一名称で呼ぶのは適切ではない。逆にbcc金属における $\{112\} \langle 110 \rangle$ から $\{111\} \langle 112 \rangle$ または $\{554\} \langle 225 \rangle$ に至るファイバーは、fccの β -fiberとの関連性から、 β -fiberと呼ぶことができる。表1に記述されていないファイバーの名称はあまり一般的ではないので、混乱や誤解を避けるために“ $\langle uvw \rangle // RD$ fiber”のようなファイバー軸による表現が望ましいだろう。またfcc金属の $\{112\} \langle 111 \rangle$ 方位におけるCu方位あるいはC方位のような代表的方位の名称も統一すべきであるが、これについては今後検討していきたい。

前述のように、欧米でのround robin testにおいて解析結果に大きな違いが生じた理由の1つとして、異なるODF解析プログラムが使用されたことが挙げられる。それゆえ、解析プログラムの統一は標準化を進める上で非常に有効であると思われる。筆者は以前に反復級数展開法による不完全極点図のODF解析プログラムを大型計算機用に開発した⁽⁸⁾。以前からこのプログラムを使用したいとのご要望があったため、立方晶用解析プログラムを国内の標準プログラムとして提供するためにWindows上で動作するように改良し、第4報で一部を公開した⁽⁴⁾。その後、汎用ソフトウェアとして図

3に示すようなGraphical User Interfaceを強化した“Standard ODF”が完成し、2000年11月末に開催された研究会にてCD-R版の配布を開始した⁽⁵⁾。主な特徴は、(1)新旧問わず種々の極点図測定装置で得られたデータが使用できるように、 β 角がステップスキャンかまたは連続スキャンかに対応して2つのタイプから選択できること(図3参照)、(2)不完全極点図および完全極点図のどちらでも解析できること、(3)奇数項によるゴースト補正が自動的に行われること、(4)ODFの方位密度値が容易に表示できること、(5)付属の等高線描画プログラムでODFをカラーもしくはモノクロ表示し、印刷やファイル保存、コピー・貼り付けができること、(6)ODFと同様に再計算極点図も容易に描画できること等である。使用可能なパソコン機種はDOS/V機、NECのPC98-NXおよびPC-9800シリーズであり、OSはWindows 95/98(SE)/Me/NT4.0/2000に対応する。なお、入力データにはテキスト形式で保存した強度補正後の極密度値(スペースで区切った数値データ)のみを用いる。興味のある方は当方までご連絡下さい。

おわりに、標準化のための活動に際して適切なお助言をいただきました横浜国立大学工学部の関根和喜教授に深く感謝いたします。

文 献

- (1) 井上博史, 菊池潮美, 津崎兼彰, 島津製作所, 日本電子, フィリップス, マック・サイエンス, 理学電機: 第2回集合組織と材料特性研究会資料, (1994), 6-9.
- (2) 井上博史: 第3回集合組織と材料特性研究会資料, (1995), 15-18.
- (3) 井上博史, 柴柳敏哉: 第6回集合組織と材料特性研究会資料, (1998), 35-38.
- (4) 井上博史: 第1回材料集合組織研究会資料, (1999), 77-78.
- (5) 井上博史: 第2回材料集合組織研究会資料, (2000), 33-34.
- (6) H. E. Vatne, A. Oscarsson, O. Engler, H. Weiland, A. Reeves, P. S. Bate, P. V. Houtte, X.-H. Zeng, C. Johnson, J. J. Fundenberger, Y. Zhou, R. Fillit, E. Cerri and H.-J. Bunge: *Proc. of 11th Int. Conf. on Textures of Materials*, ed. by Z. D. Liang, L. Zuo and Y. Chu, International Academic Publishers, Beijing, (1996), 191-196.
- (7) E. Tenckhoff: *J. Appl. Phys.*, **41**(1970), 3944-3948.
- (8) 井上博史, 稲数直次: 日本金属学会誌, **58**(1994), 892-898.

略 号

ODF: Crystallite Orientation Distribution Function, 結晶方位分布関数

EBSP: Electron Backscatter Diffraction Pattern, 電子後方散乱回折パターン