

大きな金属単結晶の X 線トポグラフィ 第 2 報

X-ray Topography for Large Metal Crystals (II)

高 正 植*・片 岡 邦 郎*・一 色 貞 文*

Joungshik Ko, Kunio Kataoka and Sadabumi Issiki

1. ま え が き

前報¹⁾では、著者らが開発した広幅長隙ラウエ法の実験方法と、大きなアルミニウム合金単結晶に適用した 2, 3 の例を紹介した。この方法は細隙ラウエ法（従来のラウエ法）あるいは、エッチング法とともに、大きな結晶の判定と lineage 構造のような凝固組織の研究に適切な方法であって、さらに、双結晶を使用して変形機構の動的過程の観察にも適用されるものである。本稿では、広幅長隙ラウエ像の解釈に必要と考えられる回折波長範囲を決め、回折面と回折像との幾何学的関係について考察した。

2. 回折に寄与する波長範囲

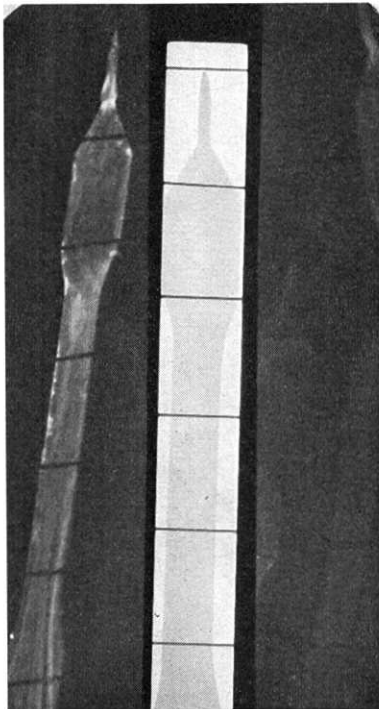


Fig. 1 Transmission topograph of aluminium crystal 200 reflection pattern

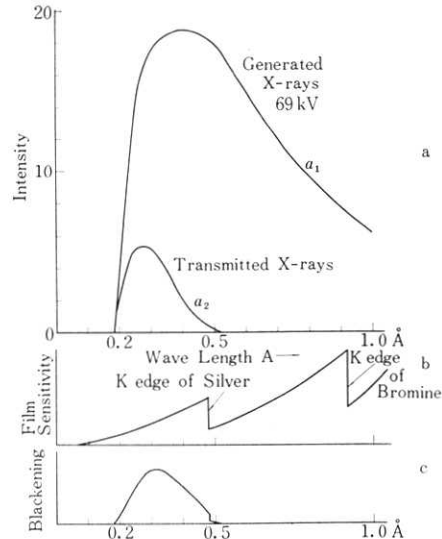


Fig. 2 The range of X-ray wave length responsible for the transmission pattern

金属単結晶の比較的厚い試片 (Al で 20mm, Cu で 2mm まで) の透過トポグラフを撮るために、工業用 X 線透過法装置を使用するが、普通、60~120kV の加速電圧範囲が適当である。Fig. 1 の写真は純アルミニウム単結晶をタングステン対陰極の励起電圧よりやや低い 69 kV の加速電圧を使用して得られた X 線透過トポグラフである。これを基にして、回折波長範囲を決定してみる。まず、Fig. 2 a の a_1 のように、加速電圧 69kV の際に発生する一次 X 線の波長強度分布を仮定する。ここで使用した X 線透過法装置は X 線管球の焦点から、取り出し窓の間にアルミニウム板当量にして 8mm 相当の冷却用ガス、機械的強度を保つための保護板等が挿入されているものである。これに、アルミニウム単結晶試片の厚さ 3mm を加算すると、X 線管球の焦点で発生した a_1 の波長分布を持つ一次 X 線は 11mm 相当のアルミニウム板を透過することになり、試片を透過した後は Fig. 2 a の a_2 のような波長強度分布になる。つぎに、X 線の波長分布に対するフィルム乳剤中の銀と臭素の吸収端効果を考慮に入れたフィルム感度曲線は Fig. 2 の b のようであるから、試片を透過した回折 X 線がフィルムを黒

* 東京大学生産技術研究所 第 1 部

研 究 速 報

化させ、回折像を結ぶ波長強度分布は Fig. 2c のようになる。一般に、加速電圧の最短波長から 0.5Å 位までの波長範囲に対し、回折条件を満足する回折面が存在するとき、透過トポグラフを得ることができる。回折像の一部分が中途から見えなくなることがあるが、これは、回折面がビームと平行でないから、焦点直下より離れた点ではその距離によって回折角が各々異なるためである。この中途から見えなくなった回折像の一部は試片を傾むけるか、または、回折波長範囲を広くすることによって、出現させる。なほ、ここでの実験条件すなわち、波長分布 0.178Å~0.53Å, 試片とフィルム間距離 150 mm, フィルム幅 84mm によって、フィルムに記録される回折像の回折角は約 3°~10° 位までであり、これから回折像を主に生ぜしめるのは低指数面であることが解かる。

3. 透過トポグラフの解釈

Fig. 3 の a は Fig. 1 の stopper 内の試片透過像とやや斜めに観察される (200) 反射像のみをスケッチしたもので、透過像の中心線と試片上面に置いた 2cm 間隔目盛の Mo 線の陰影との交点を V_1, V_2, \dots, V_6 とし (200) 反射像の対応点を S_1, S_2, \dots, S_6 とする。このとき、透過像の中心線と $V_1-S_1, V_2-S_2, \dots, V_6-S_6$ 等のなす角を $\alpha_1, \alpha_2, \dots, \alpha_6$ とすると、これらは皆等しい、すなわち $\alpha_1 = \alpha_2 = \dots = \alpha_6 \dots (1)$

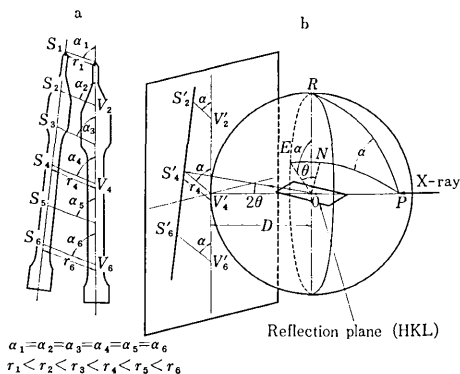


Fig. 3 Illustration of the X-ray transmission topography

この関係から、Fig. 3 の b を参照すれば、後述の計算のように、入射 X 線ビームが回折面と平行でないから、焦点直下の試片の回折面となす回折角 θ_i はその点より r_i cm 離れた点での回折面となす θ_i と異なるために、この反射像は斜めになっていることが解かる。また、 $V_1S_1, V_2S_2, \dots, V_6S_6$ 等の距離を r_1, r_2, \dots, r_6 とすると、 $r_1 < r_2 < \dots < r_6$ であり、かつ $\tan 2\theta_i = \frac{r_i}{D}$ であるから、 $\theta_1 < \theta_2 < \dots < \theta_6$ となる。(D は試片からフィルムの透過

像の対応点までの距離ではほぼ一定であると近似できる)。したがって、各々の点での回折に寄与している X 線波長を求めることが可能である。回折像の点、 S_2, S_4, S_6 を生ぜしめる回折角は各々 $\theta_2, \theta_4, \theta_6$ であるから、この回折条件を満足させるそれぞれの波長 $\lambda_2, \lambda_4, \lambda_6$ は近似計算によって、 $\lambda_2 = 0.296\text{Å}, \lambda_4 = 0.396\text{Å}, \lambda_6 = 0.474\text{Å}$ と求まる。(400) 反射も重なるので、前に決定したような波長範囲で、回折された回折像であることが理解される。つぎに、このアルミニウム試片の側面に垂直に X 線ビームを入射させて、反射ラウエ写真を撮り、ステレオ投影したのが、Fig. 4 である。ここで、(311) は試片側面と約 3° の角度をなすことが示めされているが、Fig. 1 にはその反射像が現われていない。Fig. 1 の反射像は (200) からのもので、 $V_4S_4 = r_4$ (焦点直下の試片の面での回折による) と (1) 式から、成長方向に $90 - \alpha (75^\circ) = 25^\circ$ の角度をなす方向に $5^\circ 28'$ の傾きをなす面 (200) あることが、Fig. 5 のように図解される。Fig. 1 に (311) 反射像が現われないのは入射角が $3^\circ 14'$ (Fig. 1 の試片を 1.5° 傾けて撮った透過トポグラフより測定) であって、この角度に対応する回折条件を満足させる X 線波長

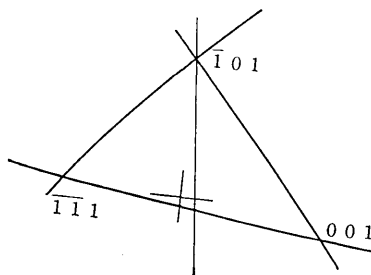


Fig. 4 Stereographic projection of the pure aluminium crystal

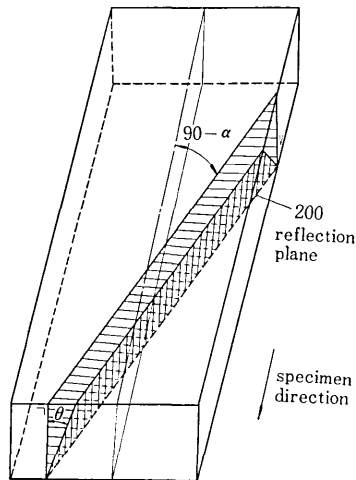


Fig. 5 Schematic representation of (200) plane in the pure aluminium crystal $\theta = 5^\circ 28'$

は 0.138\AA であるから、加速電圧 69kV のときの X 線最短波長 0.178\AA より短波長で、回折条件から外れたものだからである。この試片を 1.5° 傾けて、 $4^\circ44'$ の入射角にしたときは、それに対応する回折波長が 0.203\AA で、前述の波長範囲内で回折条件を満足させるから (311) 反射像が現われる。タングステン対陰極の励起電圧以上の場合は、回折像にタングステンの特性 X 線による 2 本の線状黒化部が観察される場合もある。この場合は黒化線の中心と対応する試片透過像の位置を知って、回折面を決定することができる。

4. 回折面と回折像の幾何学的関係

1) 試片方向と平行な回折面

Fig. 6 の斜線部を回折面と考え、 \overrightarrow{Aa} 方向を試片方向 (広幅長隙スリットの長さ方向に一致させる) とし、 F を焦点、 A および、 a を試片の焦点直下および、 A より r cm 離れた回折面との交点とすると、つぎのような条件のもとで、 A に入射する角 θ_1 と a に入射する角 θ_2 との関係を求めることが可能である。

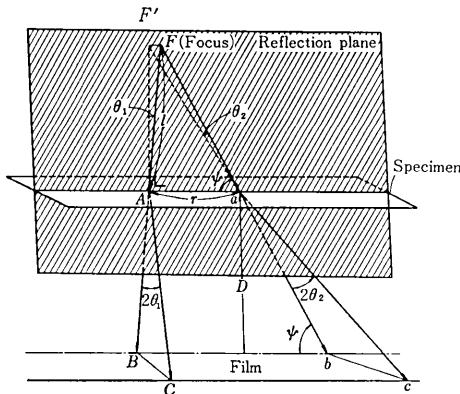


Fig. 6 Geometry of diffraction patterns by reflection planes along the specimen direction

焦点一試片上面の距離を l 、試片上面一フィルムの距離を D とし、 $\angle FaA = \psi$ 、 $\angle FAF' = \theta_1$ 、 $\angle FaF' = \theta_2$ とすると

$$\sin \theta_2 = \sin \theta_1 \cdot \sin \psi = \sin \theta_1 \frac{l}{\sqrt{l^2 + r^2}} \quad (2)$$

ここで $l = 80$ cm, $r = 6$ cm のとき $\sin \theta_2 = 0.9975 \cdot \sin \theta_1$ である。 θ_1 を 5° と置くと θ_2 は $4^\circ58'$ となる。また、 $BC = D \tan 2\theta_1$ であるから、Fig. 6 より

$$bc = D \left(\sqrt{\left(\frac{1}{\tan \psi} \right)^2 + 1} \right) \tan 2\theta_2 = \frac{Dl}{\sqrt{l^2 + r^2}} \tan 2\theta_2 \quad (3)$$

以上から、試片方向に平行な回折面の場合は、焦点直下でなす入射角 θ_1 と、試片中心から 6 cm 距離の同じ面のなす入射角 θ_2 とは高々 $2'$ の相違しかないことが明

らかである。また (3) 式によって、試片の回折を起こした点とそれに対応する透過点、回折像の点等の幾何学的関係が求められる。

2) 結晶の試片方向の垂直方向に平行な回折面

前の場合と同様に、Fig. 7 から、 \overrightarrow{Ab} を試片方向、焦点直下の回折点およびその点から r' cm の点を、それぞれ A および b とし、これらの点で、試片方向の垂直方向に平行な回折面を考え、入射角を各々 θ'_1 、 θ'_2 とするとつぎのような関係式を求めうる。

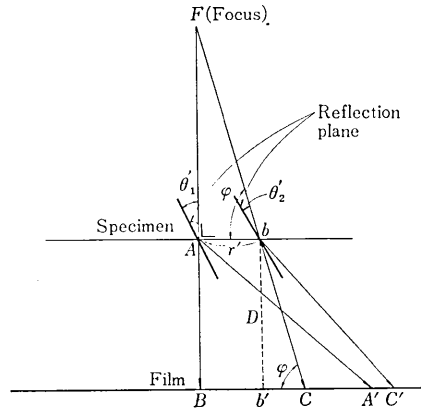


Fig. 7 Geometry of diffraction patterns by reflection planes vertical to the specimen direction

ここで、 $\angle BAA' = 2\theta'_1$ 、 $\angle CbC' = 2\theta'_2$ 、 $\angle FbA = \varphi$ とすると

$$b'C' = D / \tan \varphi, \quad \theta'_2 = \theta'_1 \mp (90 - \varphi) \quad (4)$$

(+) のときは、中心より左側の回折面の場合である。

$$b'C' = D \tan [2\theta'_1 \mp (90 - \varphi)] \quad (5)$$

$l = 80$ cm, $r' = 1$ cm のとき

$$\varphi = 89^\circ17.5' \quad 90 - \varphi = 42.5' \text{ となる}$$

以上によって、試片方向の垂直方向に平行な回折面の場合は、焦点直下の点 A より離れるにしたがって回折角が大きくなることが明らかである。これと同じことが、成長方向に平行であるが、試片の中心から試片の幅方向へ離れた回折面についても成り立つ。

3) 任意の方向に平行な回折面

Fig. 8 において、試片中心 A 面から r'' 離れた b' 点で、試片方向と δ の角をなす $\overrightarrow{b'k}$ 方向に平行な回折面を考えるとつぎのようにして、 A 点と b' 点で、同等の面に対する回折角 θ''_1 と θ''_2 との関係を求めることができる。

$\overrightarrow{Ab'}$ 方向を試片方向とすると、 $b'k = 1$ として、 ke' 、 ke はその試片方向とそれに垂直な方向への成分であり、 $ke' = \cos \delta$ 、 $ke = \sin \delta$ である。(2) と (4) 式を参考にして、また、 b' 点において、試片方向に平行な面だけを考えて

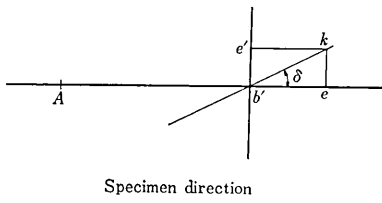


Fig. 8 Illustration of an arbitrary reflection plane

ときの回折角を θ_2 , A点での回折角 θ_1 とすると

$$\theta_1'' - \theta_2'' = \Delta\theta'' = (\theta_1 - \theta_2)\cos\delta + (90 - \varphi)\sin\delta \quad (6)$$

となる。

以上のようにして、大きな単結晶の任意の方向に、ある傾きをもった回折面にX線が入射するときの角を、焦点直下の同等の面にX線が入射するときの角を知って求めることができる。また、試片の回折点とX線透過トポ

グラフの試片透過像の対応点と回折像の対応点を幾何学的に求める式を導くことができた。

なほ、同様にして、厚さ方向の深さによる $\Delta\theta$ の寄与も求めることができるが、この大きさはAより 5mm 離れ深さ 3mm の点での角度寄与は 2'' 程度である。

5. ま と め

透過トポグラフの解釈に必要な回折波長範囲を求め、回折にあづかる範囲は加速電圧による最短波長から約 0.5Å までであることを明らかにした。試片のある回折面における入射角を試片中心の同等な面となす入射角から求め、また、回折像の対応位置を求められる幾何学的関係を示した。

(昭和48年6月25日受理)

参 考 文 献

- 1) 高, 片岡, 一色: 生産研究 25, 334(1973)

次 号 予 告 (10月号)

特集 工業用材料の生産・加工システムの最適化

- 特集 1. 生産加工システムの重要性.....鈴木 弘
- 2. 工作機械構造の振動特性の推定法について.....佐藤 壽 芳
- 3. ロールフォーミング加工における最適化問題.....木内 学
- 4. 放電加工の電極送り制御.....増沢 隆 久
- 5. 矯正技術に関する基礎理論.....荒木 基一郎
- 6. タンデム圧延機の制御系の最適化について.....阿高 松 男
- 7. 半溶融金属の塑性加工の可能性.....福岡 新五郎
- 8. 焼結冷鍛の現状と将来.....{天野 富 男
中川 威 雄

研 究 速 報

SEPARATION OF VIBRATION MODES OF MACHINE STRUCTURE USING A RESPONSE CURVE高橋 伸 晃

3.6'-および 3.8'-ジベンゾアントロニルの合成とそのB型縮合.....{後藤 信 行
李 章 鶴

有限要素法による一次元衝撃解析の一考察.....中 桐 滋

研 究 室 紹 介

棚沢研究室.....棚 沢 一 郎