

福井大学  
工学部 研究報告  
第22巻 第1号  
昭和49年3月

## 透過ラウエ法によるひずみ測定時の厚さ特性

中 峠 哲 朗\*・北 川 茂\*・遠 山 俊 一\*

### Thickness-Dependence of Asterism at Transmission Laue Method

Tetsuro NAKATAO, Shigeru KITAGAWA, Shun-ichi TOYAMA

(Received Oct. 15, 1973)

At the transmission Laue Method, the asterism of diffracted beam varies according to the thickness of crystal specimen. The diffraction patterns were obtained when pure aluminium plates deformed were successively decreased in thickness by electropolishing. It has been known that the asterism magnitude of the diffracted beam varies proportionally to the thickness less than 0.2 mm and is saturated for the thickness larger than 0.3 mm. The former fits well with a simple estimation of the effect of the thickness on the asterism. For the thin specimen, the proportionality can be explained by a simple curved lattice model of the crystal. If the asterism magnitude of thin crystal is divided by the thickness, this divided value is proportional to the curvature of the lattice and may also be used to the quantitative measurement of the crystal deformation.

#### 1. 序論

X線回折を用いた結晶の変形に関する研究は、すでに多数報告されている。しかし、これまでラウエ法による定量的議論が一般に不可能であると考えられてきた。したがってラウエ法による定量的研究はほとんどなく、林ら<sup>1)</sup>の背面反射ラウエ法を用いた疲労機構についての報告があるくらいである。筆者らは透過ラウエ法により純アルミニウムの塑性変形及び疲労過程について定量的な扱いによる研究を行ない、その一つの方法を提案した<sup>2)</sup>。この種の研究をすすめるに当たって、多くの問題点のあることが明らかになった。そこで今回は透過ラウエ法により結晶の変形状態をさらに定量的に論ずるための一段階として、純アルミニウムを用

いて、引張り変形に相当する残留ひずみを持つ試料と、引張り圧縮繰返し変形を与えた試料とについて、試料厚さによるアステリズムの変化を測定した。得られた結果から、格子の単純なわん曲モデルが適用できる範囲や、このモデルを用いた過剰転位密度の推定法について検討した。

#### 2. アステリズムの整理法

##### 2.1 X線回折装置

今回使用したX線装置は、ターゲットにCuを用い、電子線の加速電圧を40kV、電流を2mAとした。コリメータは、0.15mmφのシングルピンホールを使用し、コリメータから試料まで10mm、試料からラウエカメラまでを25mmとした。医療用X線フィルムを使

\*応用物理学科

用し、X線の照射時間は約60分とした。

2.2 アステリズムの測定

フィルム上に得られたラウエ斑点のアステリズムを次のようにして求めた。すなわち

$$\epsilon_a = \frac{a' - a_0}{D} \cos^2 2\theta \quad \dots\dots\dots(1)$$

である。ここでDは試料-フィルム間距離、a'はフィルム上の斑点の放射方向の大きさ、a<sub>0</sub>は入射ビーム太さ、θは回折角である。

2.3 アステリズムの回折方向分布

アステリズムの測定から結晶に生じているひずみ(わん曲)を表現するために、前報<sup>2)</sup>で示した次の方法に従った。即ち、フィルム上で荷重方向と平行な方向を基準にとり各回折の方向と平行にε<sub>a</sub>の大きさに比例した長さのベクトルをプロットする。もし単純な単軸性の変形であれば、Fig.1に示すようにベクトル

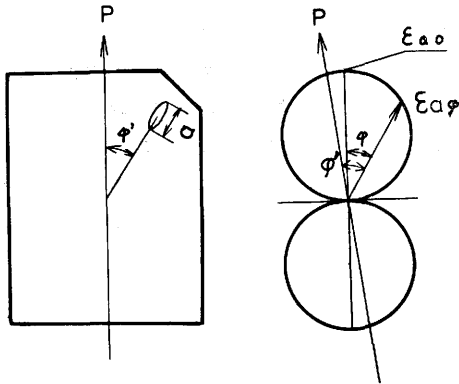


Fig.1 Method of expression of asterism distribution to the diffracting direction.

の先を連ねると円になり、アステリズム最大の方向はその円の直径方向として求められる。そのアステリズムの最大量をε<sub>a0</sub>とすると、それに対して角φをなす回折斑点のアステリズムε<sub>aφ</sub>は、

$$\epsilon_{a\phi} = \epsilon_{a0} \cos\phi \quad \dots\dots\dots(2)$$

で表わされる。

3. 結晶格子のわん曲モデル

3.1 アステリズムの試料厚さ依存性

ここで、回折ビームの大きさが試料厚さにどのよう

に依存するかを格子にわん曲ひずみがある場合と、無い場合について、単結晶をモデルにして概略的に検討する。

(a) 格子にわん曲などのひずみがない場合

試料厚さがdの時の斑点の大きさa'は、入射ビームが完全に平行であるとして、Fig.2に示すように

$$a' - a_0 = d \tan 2\theta \quad \dots\dots\dots(3)$$

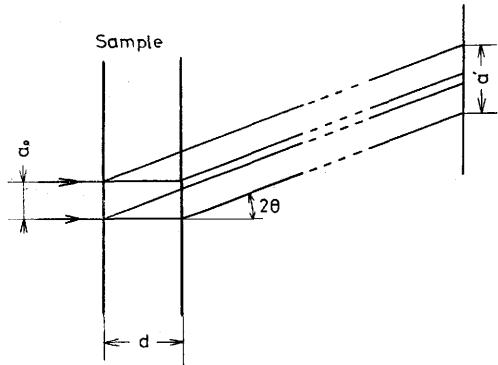


Fig.2 Magnitude of diffraction spot from perfect crystal.

となる。但し、ε<sub>a0</sub>は入射ビーム径である。即ち、斑点の広がり量は、試料厚さに比例して増加することがわかる。しかし、我々は斑点の広がり量を(1)式によりアステリズムの大きさとして表わすので、結晶の格子にひずみのない場合も試料厚さによって(3)式のように変化するため、そのときのアステリズムと試料厚さとの関係を求めると、(3)式を(1)式に代入して、

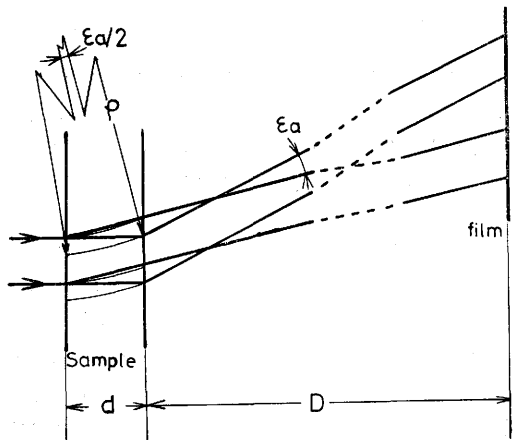


Fig.3 Schema of asterism occurred in simply curved lattice.

$$\varepsilon_a = \frac{\tan 2\theta \cdot \cos^2 2\theta}{D} d \quad \dots\dots\dots(4)$$

となる。(4)式は回折斑点が完全結晶から得られ、試料厚さのみの影響が生じたときのアステリズムである。

(b) 格子に単純なわん曲がある場合

今、結晶格子に一定曲率の一軸性わん曲が生じていると仮定する。Fig.3 に示すように試料厚さが  $d$ 、わん曲格子の曲率半径が  $\rho$  の時のアステリズムの大きさを  $\varepsilon_a$  とすると、 $d$  の値が小さい範囲では、近似的に

$$d \approx \frac{1}{2} \rho \varepsilon_a \cos 2\theta$$

となる。この式を変形すると、

$$\varepsilon_a \approx \frac{2d}{\rho \cos 2\theta} \quad \dots\dots\dots(5)$$

となる。このように格子が単純なわん曲を有している場合、アステリズムは試料厚さに比例することがわかる。

### 3.2 過剰転位密度

次に上述の単純なわん曲を生じていると仮定して結晶内の過剰転位密度をアステリズムから見積る方法を示す。Fig.4 に示すように、塑性変形により曲率  $1/\rho$  のわん曲を生じた場合、面積  $d' \times dx$  の部分について、わん曲により上面に伸び  $\delta$  を生じたとすると、

$$n = \frac{\delta}{b} \quad (b: \text{バーガースベクトル}) \quad \dots\dots\dots(6)$$

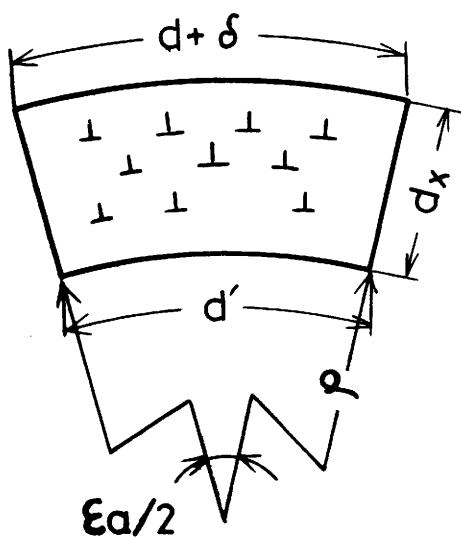


Fig.4 Excess-dislocations in simply curved crystal.

個の過剰刃状転位を含むことになる。これを面積  $d' \cdot dx$  で割って得られる過剰転位密度  $D_s$  は

$$D_s = \frac{\delta}{b \cdot d' \cdot dx} \quad \dots\dots\dots(7)$$

となる。然るに

$$\delta = dx \cdot \frac{d'}{\rho} \quad \dots\dots\dots(8)$$

であるから、(8)を(7)に代入して

$$D_s = \frac{1}{\rho \cdot b} \quad \dots\dots\dots(9)$$

が得られる。すなわち、 $\varepsilon_a$  から(5)式により  $1/\rho$  を求めると(9)式により、過剰転位密度を求めることができる。

## 4. 実験及び実験結果

ここで使用した試料は 99.99% の純アルミニウム板であり 1 つは単純引張り変形のもの、他の 1 つは引張り・圧縮の繰り返しひずみを与えたものである。前者は前もって変形による残留ひずみを有する試料であり、450°C で 2hr 程度焼なまししたが、結晶成長を生じなかったためラウエ斑点のアステリズムはほとんど変化しなかった。このアステリズムの大きさおよび分布から判断して、約 5% の引張り変形を生じたものに相当するひずみを残留していることがわかった。そこで、これを単純引張変形試料とみなした。他方繰り返しひずみを与える試料は焼なましにより十分結晶成長を生じ、ラウエ斑点は広がりをもたないものとなった。この完全に焼なまされた試料について、繰り返しひずみによるき裂を生ずる前の段階で試片をはずし、以下の実験に供した。

### 4.1 不全完焼純試料

この試料は、焼なまし後の X 線の検査によれば、十分には結晶成長が進んでおらず、一方向の引張り変形を与えたものに相当する格子の変形が残留しているものである。一例として、Fig.5 に試料厚さが 0.3mm の時の回折写真を示す。この試料を電解研磨で順次薄くし、各厚さにおいて X 線回折を撮った。2.2 に述べた方法で、アステリズムの大きさの方向による分布を求めた結果、Fig.6 のようになった。そこでアステリズムが最大の方向に最も近い斑点 A と、最大の方向に對しほぼ直角をなす斑点 B について測った試料厚さ  $d$  とアステリズム  $\varepsilon_a$  の関係を Fig.7 に示す。これによ

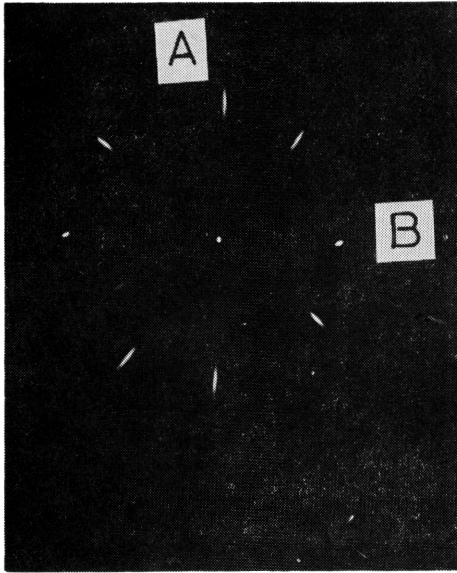


Fig.5 Transmission Laue pattern from the imperfect specimen at the thickness of 0.3mm.

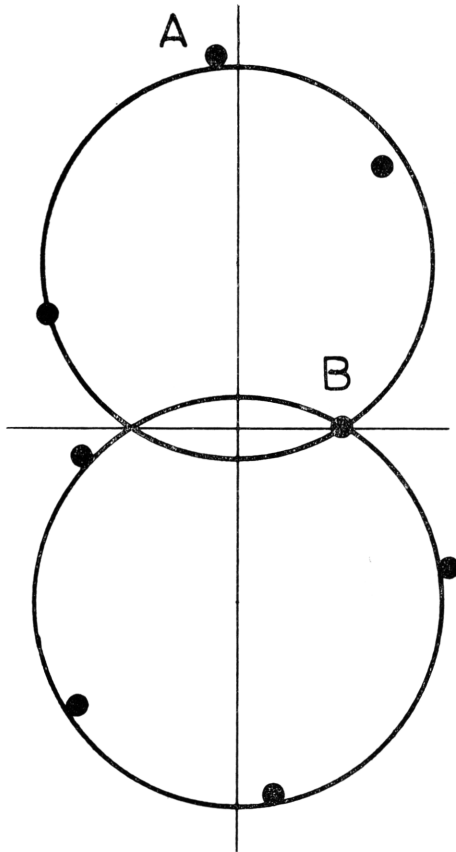


Fig.6 Distribution of asterism magnitude to diffracting direction.

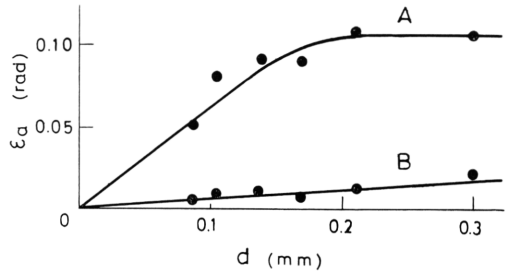


Fig.7 Thickness-Dependence of asterism in imperfectly annealed specimen.  
A is in the nearest direction to the maximum asterism.  
B is in nearly normal direction to the max. asterism.

ると、アステリズムが大きい場合は、Fig.7 Aのように試料厚さが 0.2mm 以下の薄い範囲では、厚さとアステリズムとは、ほぼ比例するが、0.2mm 以上ではアステリズムは飽和する傾向が現われている。0.2mm 以下における結果は、単純わん曲モデルで説明し得る。そこで単純にわん曲しているとの仮定に従ってその曲率を求めると(5)式より、 $1/\rho \approx 2.5 \times 10^{-1} \text{mm}^{-1}$ となる。

他方、アステリズム  $\epsilon_a$  が小さい斑点 B については、Fig.7 B のように試料厚さ d が 0.3mm までの測定範囲では、 $\epsilon_a$  は d に比例し、飽和性は現われない。その勾配は  $\epsilon_a/d$  は  $7.8 \times 10^{-2} \text{rad/mm}$  である。参考のため、3.1(a) のモデルで勾配  $\epsilon_a/d$  を計算すると、(4)式から  $1.8 \times 10^{-2} \text{rad/mm}$  となる。また 3.1(b) のモデルで考えて曲率  $1/\rho$  を求めると、 $1/\rho \approx 3.0 \times 10^{-2} \text{mm}^{-1}$  が得られる。また他のすべての斑点について  $d < 0.2$  の範囲で  $\epsilon_a$  が d に比例することも確認した。Fig.8 に斑点 A に対応する面の過剰転位密度を各厚さに対して求めたものを示す。 $\epsilon_a$  が d に比例する範囲

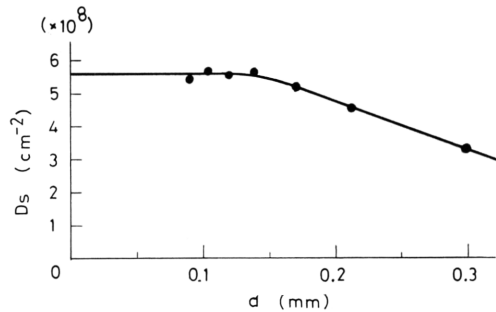


Fig.8 Excess-dislocation density estimated from spot A in several thickness.

は $\rho$ 一定であるから  $D_s$  も一定 ( $5.5 \times 10^8 \text{cm}^{-2}$ ) であるが、厚さが  $0.2 \text{mm}$  以上の範囲では  $\epsilon_a/d$  が一定でなく、したがって 3.1(b) のモデルによる  $1/\rho$  も一定でなく、 $D_s$  は厚さの増加とともに減少している。なお薄い試料による  $D_s$  の値は佐賀ら<sup>8)</sup> がディバイ・シェラー法により測定した値とよく一致している。

## 4.2 疲労試料

この試料はX線で完全に焼なまされたことを確かめた後、ひずみ振幅  $\pm 0.1\%$  の引張り圧縮繰返しひずみ ( $860 \text{cpm}$ ) を12万回与えたものである。9万回以後は、光学顕微鏡による表面観察の限りでは、ほとんど変化が見られなくなった。また12万回繰返した後もき裂は認められなかった。これを上述と同様に電解研磨で順次薄くしてX線回折を撮った。応力負荷方向の斑点Cと、それに垂直な方向の斑点Dについて測定した $\epsilon_a$ - $d$ 曲線を Fig.9 に示す。この場合も4.1に示した試料と

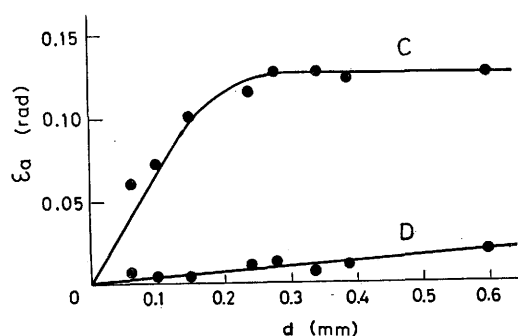


Fig.9 Thickness-Dependence of asterism in fatigue specimen.

C is in the load direction.

D is normal to the load direction.

同様の結果が得られた。すなわち、アステリズムが大きい斑点Cでは Fig.9 の曲線Cに示すように  $0.2 \text{mm}$  以下において、アステリズムは試料厚さと共に比例的に変化する。そして  $0.3 \text{mm}$  以上ではアステリズムは飽和してほぼ一定値 (約  $0.1 \text{rad}$ ) になっている。この比例部の勾配  $\epsilon_a/d$  は  $6.8 \times 10^{-1} \text{rad/mm}$  であり Fig.3 のモデルで求めた曲率は  $1/\rho = 2.2 \times 10^{-1} \text{mm}^{-1}$  である。他方、アステリズムが小さい斑点Dについては、Fig.9 の曲線Dに示すように厚さ  $0.6 \text{mm}$  まで比例関係が保たれている。この勾配は、 $3.5 \times 10^{-2} \text{rad/mm}$  である。回折写真からみるとこの斑点はほとんど伸びていないので、参考のため 3.1(a) のモデルで勾配  $\epsilon_a/d$

を計算すると  $2.0 \times 10^{-2} \text{rad/mm}$  となり、実測値に非常に近い値が得られる。このことからこの斑点の方向には結晶がほとんどわん曲変形を生じていないと考えられる。

## 5. 考察

単純な引張りひずみを有する試料のみならず引張り圧縮繰返しひずみを持つ試料において、共に試料厚さが  $0.2 \text{mm}$  以下の時の実験結果は、3章において述べた薄い試料についての単純なわん曲モデルから予想される関係を与えている。このことから、直ちに結晶格子の変形状態が上のモデルと一致するとは言えないであろうけれども上のモデルを用いて求めた過剰転位密度が他の実験方法によるものとも一致し、妥当な値であることから、 $0.2 \text{mm}$  以下の範囲では結晶の変形をこのモデルで近似して、その曲率をパラメータにすることによってラウエ法でもかなり定量的な議論が可能になると考えられる。しかし、疲労材に対してこのモデルを適用するには、なお多少の問題点がある。たとえば、疲労変形の場合、subgrainの形成および発達等、複雑な変形を生じる。これに対するモデルは、現在検討中である。また、 $0.3 \text{mm}$  以上で飽和性が現われる原因は、乱れた結晶内でのX線の散乱波が十分干渉を生ぜず、急速に減衰することが考えられるが、このことは未だ明確でない。いま結晶内における吸収のみについて考えよう。一般に厚さ  $d$  の試料を通過したX線の強度  $I$  は、入射X線強度を  $I_0$ 、試料物質固有の吸収係数を  $\mu$  とした時、

$$I = I_0 \exp(-\mu d) \quad \dots\dots\dots(14)$$

で表わされる。加速電圧が  $40 \text{kV}$  の時、発生するX線の最短波長は約  $0.3 \text{\AA}$  である。白色X線の最大強度付近の波長  $0.5 \text{\AA}$  を選ぶこと、この波長のX線に対するアルミニウムの吸収係数  $\mu$  は  $\mu \geq 0.5$  となる。 $\mu = 0.5$  とした時の吸収を計算すると  $0.3 \text{mm}$  の時の吸収は15%程度である。従って、結晶内でのX線の吸収は飽和性に対して、直接的には大きな影響を及ぼさないものと考えられる。この飽和性の原因は今後詳細に検討すべき問題である。また試料が厚い時 ( $0.3 \text{mm}$  以上) には、アステリズムが試料厚さに影響されないことから、この範囲では、アステリズムと変形量の関係を求めておけば、結晶の変形状態についての結晶学的内容は不明であるとしても、定量的議論に用いることは可能であろう。

アステリズムから曲率を求めると、その単純なわん曲

モデルから過剰転位密度を求めることも可能なことを示した。すなわち、アステリズムの結晶学的意味を曲率で表わすことと、過剰転位密度で表わすことは内容的には同等であるが、これを塑性変形における結晶の回転と結びつけて議論する場合には曲率を目安とするのがよく、他の物理現象（加工硬化、subgrain の発達など）と関係つける場合には転位密度で論じるのがよい。このようにその適用目的により表現量が異なるが、ラウエ法によってもこのような定量的測定および議論が可能であることがわかった。

## 6. 結言

引張り変形に相当する残留ひずみを持つ試料及び引張り圧縮繰返し変形を与えた試料について、透過ラウエ法によるアステリズムと試料厚さの関係を調べた結果、以下のことがわかった。

1. 試料が厚い時（今回の実験では 0.3mm 以上）にはアステリズムは試料厚さにほとんど依存しないでほぼ一定の値が得られる。
2. 試料が薄い範囲（約0.2mm以下）では、アス

テリズムは試料厚さにほぼ比例する。これは単純わん曲モデルにより説明し得る。そこで、今後約 0.2mm 以下の薄い試料については、このわん曲モデルから試料厚さに依存しない値として曲率を求め、この曲率により結晶の変形の程度を論ずるべきであり、このことにより定量的扱いが可能であることがわかった。

3. 透過ラウエ法による過剰転位密度の測定は薄い試料で可能であり、その格子の曲率を求めると容易に推定し得ることがわかった。

4. アステリズムがほとんど無いような結晶でも回折斑点は厚さに比例的に変化する。従ってこの場合も、試料厚さによる影響を常に考慮に入れなければならない。

## 参考文献

- 1) 林建吉, 中川平三郎, 材料, 21(1972) 1130
- 2) 北川茂, 中峠哲朗, 工学部紀要, 21 (1973) 93
- 3) 佐賀二郎, 三好良夫, 日本機械学会論文集, 39 (1973) 79