
透過 Kossel 法による方向性珪素鋼板の微小方位解析

Crystallographic Orientation Determination of Small Areas in Grain Oriented Silicon Steel by Transmission Kossel Technique

井口 征夫(Yukio Inokuti) 清水 洋(Yoh Shimizu) 嶋中 浩(Hiroshi Shimanaka)

要旨：

以下の特徴を有するコッセル装置を新たに製作した。(1) 何枚も装入できるコッセルカメラと、走査像に用いる際の発散 X 線との共用で、 $5\sim 20\mu\text{m}$ の微細領域から多数のコッセル回析像が得られる。(2) 電子光学系に特殊なアパーチャを採用することにより、走査像とコッセル像の像質を同時に向上できる。(3) コンピュータ・チャート法の使用により、結晶方位解析が $2\sim 3\text{min}$ でできる。この装置を用いて 3%珪素高の 2 次再結晶初期の 1 次粒と 2 次粒の方位を測定し次の結果を得た。a)(111)[112] の 1 次粒は(110)[001] の 2 次粒に蚕食されやすく、(100)[011], (100)[001], (100)[012] の 1 次粒に蚕食されにくい。b)(110)[001] の 2 次粒と接する(100)[001] の 1 次粒は、 850°C で 17h の焼鈍後においてもひずみが存在する。c)(110)[001] の 2 次粒内には約 8° の方位差が存在する。d) 圧延方向に平行な側面の粒界近傍から得られた(200)コッセル線は幅広がりをおこす。

Synopsis：

The characteristics of a new Kossel apparatus and technique are: (1) A camera loaded with a number of film cassettes and a divergent X-ray beam generated by scanning electron image enable one to obtain with ease Kossel diffraction patterns from a number of small areas. (2) By adopting a modified aperture in the electron system, the high resolution in a scanning image and the sharp contrast of Kossel patterns are simultaneously obtained. (3) Using the computer chart method, a crystallographic orientation can be determined in a time of $2\sim 3$ minutes. By using this apparatus, the orientation analysis of primary and secondary grains of 3% silicon steel was carried out in an incipient stage during secondary recrystallization. It was observed that a) The (110)[001] secondary grain consumes primary grains of (111)[112] more easily than those of (100)[011], (100)[001] and (100)[012]. b) The (100)[011] primary grain neighboring with the (110)[001] secondary grain shows diffused Kossel diffraction lines, even after annealed at 850°C for more than 15 hours. c) Within one secondary grain is found a spread in orientation which amounts up to 8° . d) Only (200) Kossel line diffuses in the vicinity of grain boundaries parallel to the rolling

direction in an elongated secondary grain.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

透過 Kossel 法による方向性珪素鋼板の微小方位解析

Crystallographic Orientation Determination of Small Areas
in Grain Oriented Silicon Steel by Transmission Kossel Technique

井 口 征 夫*

Yukio Inokuti

清 水 洋**

Yoh Shimizu

嶋 中 浩***

Hiroshi Shimanaka

Synopsis:

The characteristics of a new Kossel apparatus and technique are:

- (1) A camera loaded with a number of film cassettes and a divergent X-ray beam generated by scanning electron image enable one to obtain with ease Kossel diffraction patterns from a number of small areas (5~20 μ m in diameter).
- (2) By adopting a modified aperture in the electron system, the high resolution in a scanning image and the sharp contrast of Kossel patterns are simultaneously obtained.
- (3) Using the computer chart method, a crystallographic orientation can be determined in a time of 2~3 minutes.

By using this apparatus, the orientation analysis of primary and secondary grains of 3% silicon steel was carried out in an incipient stage during secondary recrystallization. It was observed that

- (a) The (110) [001] secondary grain consumes primary grains of (111) [11 $\bar{2}$] more easily than those of (100) [011], (100) [001] and (100) [012].
- (b) The (100) [011] primary grain neighboring with the (110) [001] secondary grain shows diffused Kossel diffraction lines, even after annealed at 850°C for more than 15 hours.
- (c) Within one secondary grain is found a spread in orientation which amounts up to 8°.
- (d) Only (200) Kossel line diffuses in the vicinity of grain boundaries parallel to the rolling direction in an elongated secondary grain.

1. 緒 言

3%珪素鋼の2次再結晶過程において Goss 方位の2次粒が優先成長する機構を解明するうえで、核形成と成長過程における1次粒と2次粒の方位関係を広範囲にわたって知ることは非常に重要である。

この目的のために、最近走査電顕 (SEM) を用いた X 線 Kossel・パターン (XKP)¹⁻⁴⁾ や電子チャネルリング・パターン (ECP)⁵⁻⁷⁾ 法を利用した微細粒の方位解析が行われるようになった。両手法とも従来の X 線ラウエ、電子回折、エッチピット法にくらべて撮影時間、解析時間、測定精度の点で、はるかに優れているが、Kossel 法は ECP 法にくらべて結晶の歪が広範囲に検出できるため、

* 技術研究所珪素鋼研究室主任研究員・工博

*** 技術研究所次長

(昭和54年12月6日原稿受付)

** 技術研究所珪素鋼研究室主任研究員

再結晶の研究に適している。

そこで、筆者らは新たに Kossel 法による微小方位解析装置を作成した。この装置は、

- (1) 約 $5\sim 20\mu\phi$ の微細粒の方位解析および微量の歪の検出が可能であること、
 - (2) 45s 程度の短時間照射で、良質の回折像が得られること、
 - (3) コンピュータ・チャート法を用いることにより、方位解析を $2\sim 3\text{min}$ の短時間で $\pm 0.5^\circ$ の精度で行えること
- などの特徴を有する。

本報では、製作した Kossel 装置の特徴と、Kossel 像解析方法について述べるとともに、3% 珪素鋼の 2 次再結晶初期段階の結晶方位分布および歪状態についての測定結果を紹介する。

2. Kossel 法の原理

Kossel 法はマイクロデフラクションの一種である。約 $1\mu\phi$ に絞られた加速電子線が試料に照射されると、試料中の原子が励起されて特性 X 線が発生し、その際試料の結晶構造に応じて Bragg 反射を行い、円錐状に放射された回折線はフィルム面上で 2 次曲線をつくる。これを発見者 W. Kossel の名にちなんで、Kossel 回折線と呼んでいる⁸⁾。

Fig. 1 は Kossel 回折線の透過および反射線が形成される様子の模式図である。図に示されている

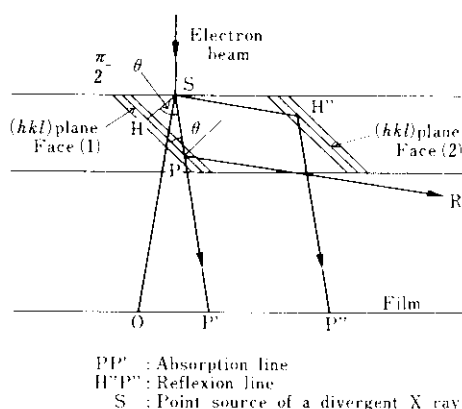


Fig. 1 Sketch showing the absorption and reflexion lines in Kossel pattern

Kossel 線のうち SP の入射線は、 (h, k, l) の結晶面で Bragg の条件、 $\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin \theta$ (λ : $K\alpha$ X 線の波長、 d_{hkl} : 格子面間隔、 θ : Bragg 角) を満足して PR 方向に反射する。この際通過した X 線はフィルム上 (SP' 方向) に投影される。この X 線は、吸収線あるいは消滅線と呼ばれフィルムのバックランドよりも強度が低く、フィルム上では白く抜ける。一方 SH' の入射線は、フィルムに対しては H''P'' の方向に投影される。この X 線は反射線と呼ばれ、強度が強くなりフィルム上では黒く写る。

3. 新設した Kossel 装置

Photo. 1 および Fig. 2 には島津製 EPMA (EM X 2) に取り付けた Kossel 装置の外観写真および装置の模式図を示す。Fig. 2 において A は走査電顕の鏡胴部、B はコッセルカメラ部である。A 部において、5 は電子光学系の絞り、7 は電子ビームの照射を受けた試料 8 から出る 2 次電子検出器である。一方 B 部の 10 は撮影位置にあるフィルムで、撮影されたフィルムは 1 枚づつカセット 11 に収納される。未撮影のフィルムカセットは Kossel カメラ部の右寄りの場所 18 でリフター 13 上に積まれている。

Kossel 装置の製作に当たり、従来から知られている装置⁹⁻¹²⁾を基本として、新たに次の特徴を生かすように配慮した。

(1) Kossel 像の撮影位置の正確な決定

走査電顕として動作させ、試料面を観察して解析すべき目的の箇所を検索決定し、その位置で電子ビームをそのまま試料励起用の電子ビームとして用いて Kossel 像を撮影する方法を採用した。このため、細く絞られた電子線で測定位置を正確に決めることができるようになり、極めて狭い領域の情報が正しく得られるようになった。従来、この種の装置は、試料の位置決定に光学顕微鏡を用いたため精度が悪く、電子ビームの照射領域を狭く絞っても、光学的にねらいをつけた領域内のどこを電子ビームが照射しているかを正確に知ることができず、Kossel 線を利用した結晶方位解析の特長が十分に発揮されないという欠点があった。

(2) 局所的な微量歪の検出

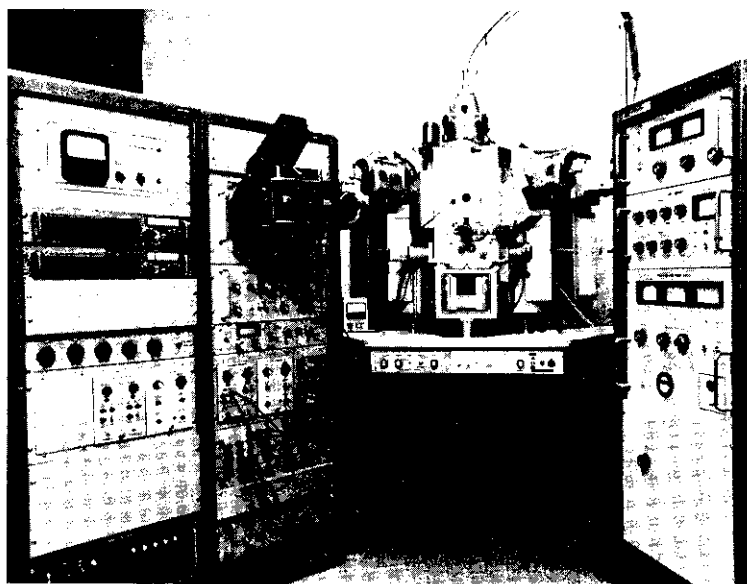


Photo.1 Overall view of installed Kossel apparatus

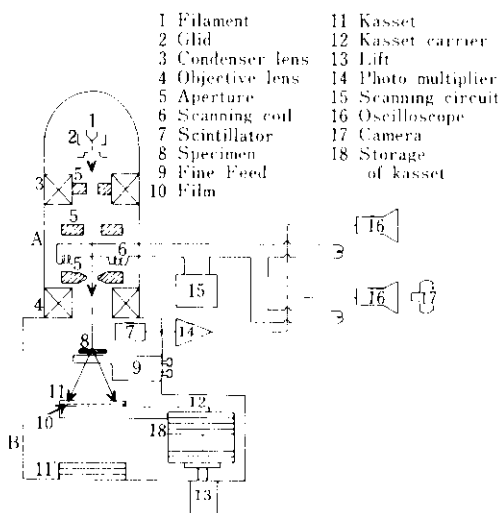


Fig.2 Schematic diagram of Kossel apparatus

透過 Kossel 法を採用したので、 $5 \sim 40 \mu$ 厚程度の薄膜試料を用いなければならないが、Kossel 像が鮮明で結晶粒局部の微量の歪の検出が可能であり、また試料の厚み方向の情報が詳細に得られる。反射 Kossel 法の場合、バルク試料の結晶方位解析ができるという利点があるが、透過 Kossel 像ほど鮮明で鋭い回折線は得られず、また微量の歪の検出も不可能である。さらに反射 Kossel 法の場合、試料の厚み方向の情報を得ることができず、

細い結晶粒界等を系統的に追跡できない。

(3) 測定精度の向上

試料とフィルム間の距離を十分長くし (115 mm)、またフィルムの撮影面積をできる限り大きく ($100 \times 115 \text{ mm}^2$) したため、結晶方位が $\pm 0.5^\circ$ の精度で、また歪分布も高精度に解析できる。

(4) 能率の向上

従来装置はたいてい 1 枚のフィルムしか装填できないが、あるいは多数のフィルムカセットが装填できても、非常に小さなフィルムしか使用できず、また撮影後の Kossel 線の解析にはもう一度高感度フィルムに焼付けし直すか、引伸して回折像のコントラストを高めなければならなかったが、特別の場合をのぞき、その必要がなくなった。さらに Kossel 線の解析は、後述するコンピュータ・チャート法を用いることによって、 $2 \sim 3 \text{ min}$ の短時間で可能になった。

Kossel 装置の性能は、試料の極微小領域から短時間照射で鮮明な Kossel 像を得る能力で判定される。Kossel 像の撮影所要時間を短縮するには特性 X 線の強度をあげる必要があり、そのために試料電流を増加させると、試料照射電子線の試料面での収束状態が悪化し、Kossel 線が不鮮明になる。また鮮明な Kossel 線とともに、走査電子像も鮮明であることが望まれる。試料電流は、これらの両方の条件を満足させるように選ばねばなら

ない。従来の装置では、Kossel像の撮影に最適な試料電流の範囲(0.005~5 μ A)と高分解能の走査電子像を得るための適切な試料電流の範囲(0.00001~0.001 μ A)との間に共通範囲が存在しなかった。この点を解決するため、Fig. 2の走査電顕の電子光学系において、試料に最も近い絞りの開口縁周囲に適当なテーパを付して、開口縁を鋭くする工夫を加えた。この方法¹⁴⁾により、試料電流を大きくしてしかも収束性の良好な電子ビームが得られ、走査電子像の良好な試料電流域と、Kossel線像撮影に適した試料電流域とを合致させることが可能となった。この結果、5~20 μ 程度の極微小領域に対してもKossel像の撮影および回折線の解析が可能となり、またKossel像の撮影時間も、30~80sの短時間照射で、鋭いコントラストの回折像が得られるようになった。

4. Kossel線の解析

Fig. 3は、結晶面が(110)面のときの、理論上予想されるKossel線(FeK α 線像)を示す。Kossel線の波長 λ と格子定数 a との間に

$$\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \leq \frac{2a}{\lambda}$$

の関係が存在するので、Feの(110)、(200)、(211)、(220)線のみが出現する。通常測定される結晶面は、理想方位からのずれのために、このようなKossel線像から迅速高精度に方位解析ができる方法を用いる必要がある。

Kossel像の結晶方位解析法は今まで数多くの研究者によって提案されており、それらは、Geometrical法を用いたPeterとOgilvie¹⁵⁾およびMackay¹⁶⁾と、Analytical法を用いたBevisとSwindells¹⁷⁾、Hålbjör¹⁸⁾およびMorris¹⁹⁾による2グループに大別される。前者の方法は、Kossel線をステレオ投影して解析するが、1枚のフィルムを解析するのに約40minの長時間を必要とする。また後者の、特にMorrisの方法は、コンピュータを用いて一連のKossel方程式の解析を行う方法であり、1枚のKossel写真あたり ± 0.1 の高精度で約5minで解析が可能である。しかし、コンピュータ計算による解析ができるまで、すなわち顕微鏡を用い

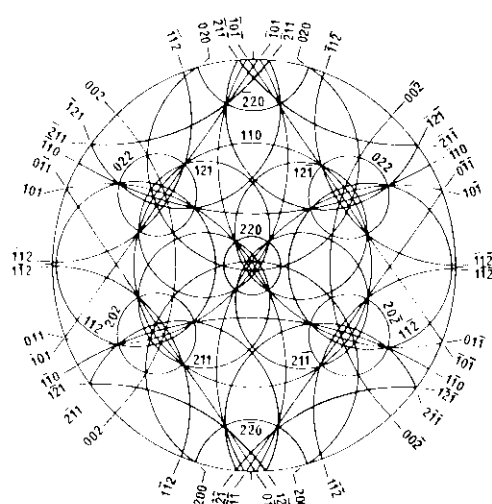


Fig. 3 (110) stereographic projection in theoretical Kossel lines of FeK α_1

てKossel線を読み取り、その後コンピュータ計算のためのパンチングを行うまでに、1枚あたり30~40minを必要とする。

1970年に、FerranとWood²⁰⁾は、後者のAnalytical法を修正したコンピュータ・チャート法による新しい解析方法を提案した。すなわちフィルム面の法線および交線がzおよびx線となるような直交座標(x, y, z)取ると、フィルム上のKossel線は

$$y^2 = \left\{ x \cos \left(\frac{\pi}{2} - \gamma \right) + l \cos \gamma \right\}^2 \cdot \frac{1}{\cos^2 \tau} - (x^2 + l^2)$$

τ : 波長 λ と面間隔 d_{hkl} を含む定数

l : フィルムと試料の間の距離

γ : yの特定条件にのみ与えられる定数

と表わせる。 τ , l , γ の値を使ってコンピュータ計算したチャートを直接Kossel写真に投影し、結晶方位解析を行う。

Fig. 4は、FerranとWoodによって提案された解析方法でFeK α_1 を用いたときの、(110)線についてのコンピュータ計算結果の一例である。これを直径100mmの透明なフィルムに縮少し、コンピュータ・チャートとして用いて撮影したKossel写真の中の(110)線上に投影して、コンピュータ・

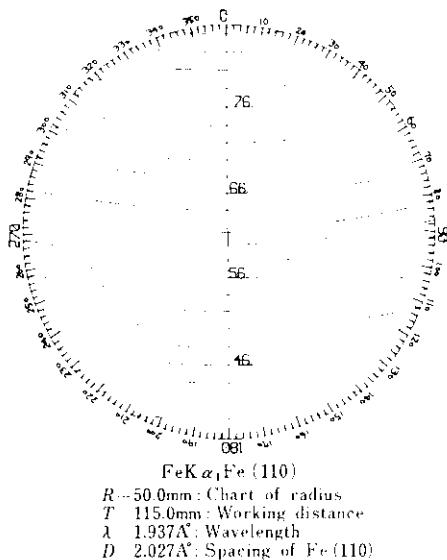


Fig.4 Computer chart for measuring the crystal orientation of (110) poles in Kossel pattern of FeK α_1

チャート曲線と合致させる。そのときのコンピュータ・チャート曲線の角度とチャートの周囲の角度の値を読み取り、これらを Wulff ネット上に (110) 極として表示すれば良い。一つの結晶粒の方位決定には、Kossel 写真の中の最低三つの (110) 線について同様の角度を読み取り、Wulff ネット上に (110) 極点を求める必要がある。(200) 線を用いて解析しようとするときは、(200) 線用の透明なコンピュータ・チャートを用いて、(110) 極の場合と同様の方法により、Wulff ネット上に (200) 極を求めればよく、この場合フィルムの二つの (200) 線から方位決定ができる。

コンピュータ・チャート法では、Kossel 写真中の回折線の曲率の違いから、どの回折線が (110)、(200)、(211) あるいは (220) であるかを区別するだけで、後は上記の方法に従って、容易に高精度の方位決定ができる。

このコンピュータ・チャートを使用すれば 1 枚の Kossel 写真の解析時間は約 2~3min の短時間である。通常の再結晶途中の変形粒および回復粒の Kossel 線は幅広がりを起こしているが、そのような結晶粒の方位解析や歪の定量化にはコンピュータ・チャート法が適しており、従来の解析方法^{15~19)}より正確であると報告されている²⁰⁾。

5. Kossel 装置による方位解析例

Kossel 装置を製作以来、現在までに約 1100 枚の撮影を行った。その中で得られたデータの一部を報告する。

5.1 直視式回折装置と Kossel 装置の比較

鶴岡ら²¹⁾によって開発された直視式結晶方位解析装置は、約 2~3mm ϕ 以上の結晶粒の方位を短時間に測定できる装置として広く活用されている。そこで今回製作した Kossel 装置を用いた方位解析結果が直視式の結果とどの程度異なるかをまず調べた。

Photo. 2 (a) および (b) は、直視式回折装置で撮影した純鉄単結晶の (200) 極点図と、同じ試料の Kossel 像との比較である。Photo. 2 (a) からわかるように直視式の場合、二つの (200) 極のはん点のみで、そのはん点の大きさは約 2° である。これに対して Kossel 写真は、Photo. 2 (b) からわかるように、4 本の (110)、2 本の (200)、5 本の (211)、および一つの円の (220) 線が観察される。これらの回折線はすべて鋭い回折線であり、回折線の中には FeK α_1 (1.936Å) と FeK α_2 (1.940Å) に対する Kossel 線も鮮明に現われており、直視式にくらべて Kossel 線の方が高精度に方位測定できることがわかる。また直視式では、上述したように、2~3mm ϕ 以上の大きな結晶粒について好適に解析できるのにくらべて、Kossel 装置は 5~20 $\mu\phi$ 以上の微細粒の方位解析を行うのに適している。さらに直視式装置では歪の入った試料の解析は不可能であるが、Kossel 装置では、後述するように、約 40% の圧延歪を加えた試料まで方位解析ができる。

Fig. 5 は、Photo. 2 の結晶方位を示す (200) 極点図である。直視式と Kossel 装置との測定結果の間には約 1.5° の方位差が認められる。この誤差は、直視式装置に試料をセットする際に生じたか、あるいは Kossel 試料作成のため試料を化学研磨して約 20 μ の薄片にした際に生じたかのいずれかである。

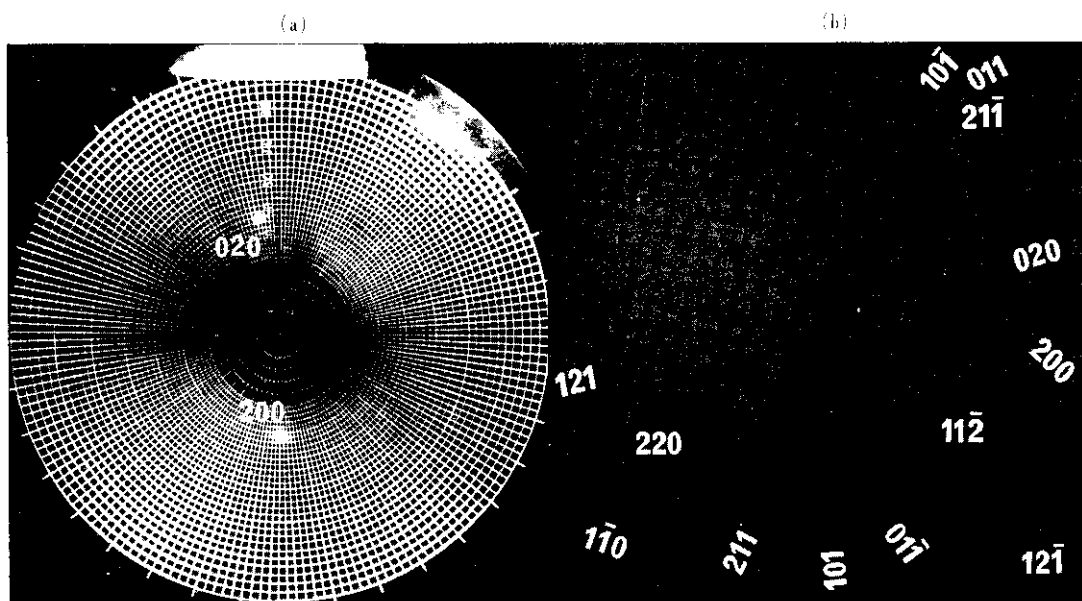
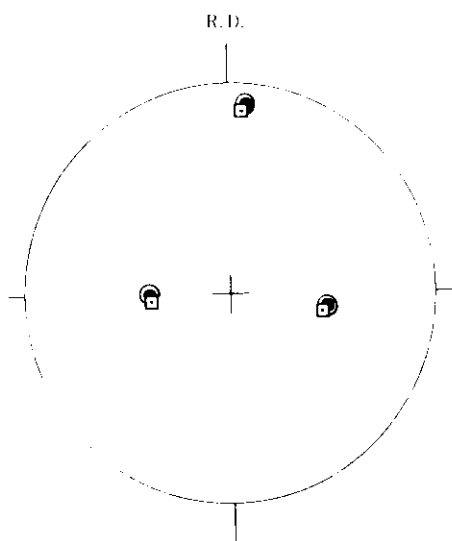


Photo. 2 Comparison of patterns measured with a special X ray diffractometer (a) and a Kossel apparatus (b) using near (110) [001] single crystal of α iron



□ Kossel apparatus

● Special diffractometer apparatus

Fig. 5 (200) pole figure measured with Kossel and special diffractometer apparatus using near (110) [001] single crystal of α iron

5・2 圧延歪による Kossel 回折線の幅広がり

Photo. 3 および 4 は、3% 珪素鋼を十分焼鈍し

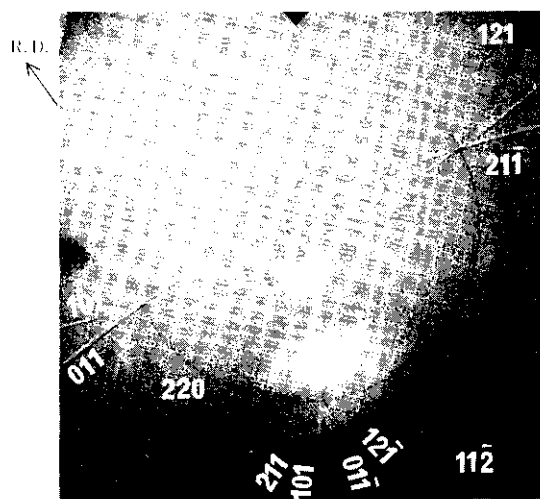


Photo. 3 Kossel pattern strained 4% by cold rolling of (110) [001] single crystal of 3% silicon steel

た (110) [001] 単結晶試料を用い、約 4% および 25% 圧延歪を加えたときの Kossel 像を示す。まず Photo. 3 の Kossel 線はわずかに幅広がりを起こしている。この単結晶試料の Kossel 像はすべて Photo. 2 (b) と同様に鋭い回折線である（データ省略）から、Photo. 3 の回折線の幅広がりには圧延歪によるものである。また中央部の約 8mm ϕ 程度

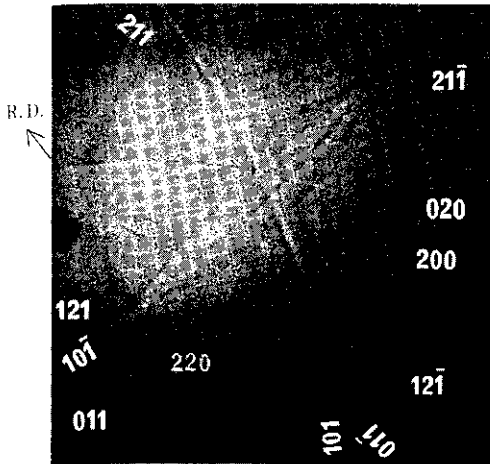


Photo. 4 Kossel pattern strained 25% by cold rolling of $(110)[001]$ single crystal of 3% silicon steel

の白いはん点は、薄膜試料作成時、試料に細い穴が生じたために起こった現象である。

Photo. 4 では幅広りの程度は一層顕著で、Kossel 線も弱くなっている。25% よりもさらに圧延歪を加えると、回折線の幅広りはさらに大きくなるとともに、回折線強度もそれに伴って一層弱くなっていく。本装置では約 40% の圧延歪を加えたときまで Kossel 像の観察ができるが、それ以上では Kossel 像の強度が弱まり識別が困難になる。

5・3 3% 珪素鋼の 2 次再結晶粒成長過程における 1 次粒と 2 次粒の方位測定

Photo. 5 は、MnSe と Sb をインヒビターとする 3% 珪素鋼の 1 次粒が 2 次粒に蚕食される状況を示す走査型電顕写真の一例である。試料は最終冷延圧下率 60% の 2 回冷延工程によって 0.3mm に仕上げられており、脱炭処理後、Ar ガス中 850°C で 17h の 2 次再結晶焼鈍を施したものである。この後 Kossel 試料作成のため、エメリーおよび化学研磨によって板厚中心層を約 10 μ 厚の薄膜にしたあと、3% ナイタルでエッチした。写真中の番号は、Kossel 像の撮影位置を示す。Fig. 6 は、Photo. 5 の (A) の 2 次粒と (B) の 1 次粒についての Kossel 像の方位解析結果を示す (200) 極点図である。

Photo. 5 の (A) の領域は 2 次再結晶粒で、Fig. 7

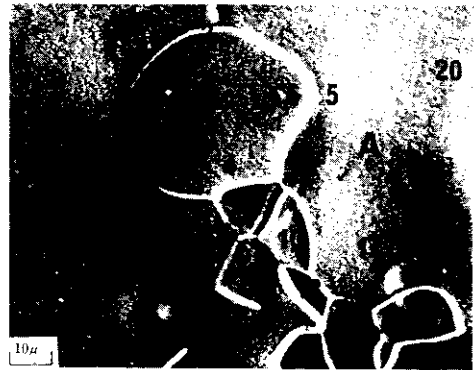
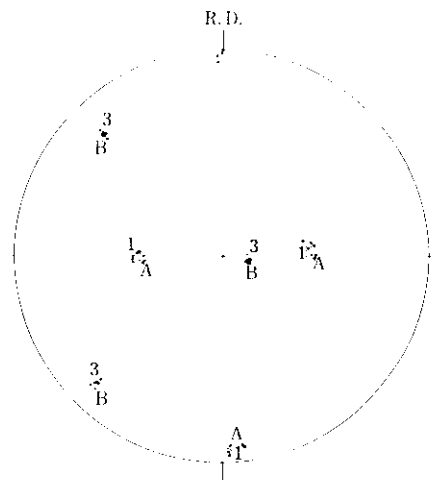


Photo. 5 Scanning electron micrograph showing the morphology of primary and secondary grains in 3% silicon steel annealed at 850°C for 17h



Notation numbers of 1 and 3 denote, respectively, the crystal orientations by Kossel pattern analysis taken from 1 and 3 positions of Photo. 5.

Fig. 6 (200) pole figure showing the crystal orientations of secondary grain (A) and primary grain (B) in Photo. 5

の (200) 極点図から明らかなように、Goss 方位の 2 次粒である。この大きな Goss 粒は、この視野の中だけでも約 8° の方位差があり、位置によってわずかずつの方位のずれが連続して起こっている。(B) の結晶粒の粒界にそって 3 μ ごとに方位測定を行うと、5 の位置の近傍に 2~3° の大きな方位差が存在するが、しかしこの附近に小傾角粒界は見られない。

Photo. 6 の Kossel 像は、Fig. 6 の 2 次再結晶粒 (A) の 1 に対応する像である。4 本の (110) は鋭い回折線であるが、2 本の (200) は歪を加えたと

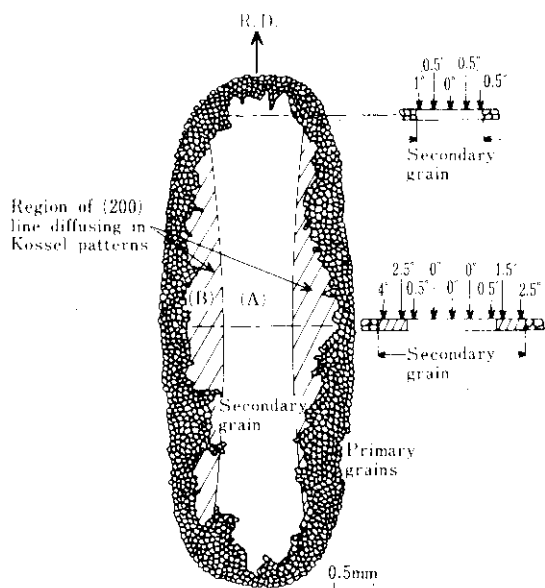


Fig. 7 Schematic morphology of an incipient secondary grain of (110) [001] and the cross-sectional orientation distributions

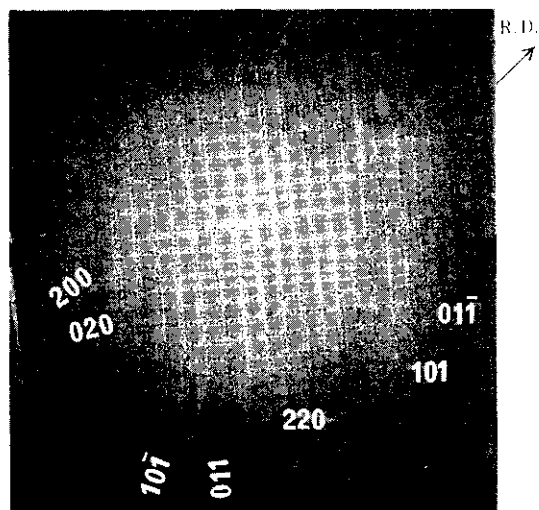


Photo. 6 Kossel pattern obtained from the position (1) in the secondary grain of Photo. 5

きのようにかなりの幅広がりを起こしている。2次再結晶粒内に歪異方性の存在を示すこのような回折像は、位置により幅広がり程度に差があるものの、2次粒内に多く見出される。Fig. 7は、2次粒で歪異方性をもつ領域を、模式的に斜線で示したものである。(200)線の幅広がり、圧延方向に長く成長した2次再結晶粒の両側の粒界に

近い領域(B)に多く存在し、圧延方向の先端や、2次粒の中心領域(A)ではほとんど見られない。

Fig. 7の右に、2次再結晶粒の中心付近と先端付近でのC断面方位変化を示す。2次再結晶粒の先端部では約1°程度のわずかな方位差しか存在せず、上述したような2次粒内の歪異方性もほとんどみられない。これに対して、2次再結晶粒中心付近のC断面では、斜線で示した領域で方位の傾きが大きく、中心部にくらべて3~4°程度の傾きである。2次再結晶粒内で方位の傾きの大きいところは、歪異方性が存在する位置に相当していることが注目される。このような2次粒内の局所的な歪異方性の存在は、Goss方位の2次再結晶粒の成長と深い関連があり、2次粒成長機構解明の手がかりを与えるものと思われる。

もう一つの興味ある事実は、Fig. 7の模式図で示した2次再結晶粒内に、5~30μφ程度の微細粒が数多く残っている点である。それらの微細粒の多くは球状で、単独で残っているのが特徴である。この微細粒の方位は必ずしも一定でなく、(100)[011]、(100)[012]、(100)[001]および(310)[001]方位近傍の1次粒が多く含まれている。球状の1次粒が2次粒の成長をブロックしている様子はPhoto. 5にみられるが、このような蚕食され難い1次粒が島状に残ったものと思われる。

Photo. 5の結晶粒(B)の方位は、Fig. 5の(200)極点図にみられるように(100)[011]に近く、この結晶粒には約5°の方位差がある。さらにPhoto. 7のKossel像にみられるように、この結晶粒の六つの位置ではすべての回折線が歪の残留を示す幅広がりを起こし、Photo. 5の他の1次粒(9, 10, 11, 13, 14, 15, 16)から得られた鋭い回折線と異なっているのが注目される。しかも、この結晶粒(B)のKossel線の幅広がり程度は、撮影位置によって異なる。すなわち結晶粒(B)の中で、2次再結晶粒に近い2, 6, 7の位置で撮影したKossel線の幅広がり程度は3の位置よりも少なく、逆に1次再結晶粒側では幅広がりが大きくなっている。

(100)[011]、(100)[001]、(100)[012]方位の結晶粒が2次粒に蚕食され難いことが明らかとなったが、これらの方位の単結晶は、冷延後再結晶焼鈍を施したときに再結晶しにくいことが知られている²²⁻²⁴⁾。1次再結晶過程の現象と、このような

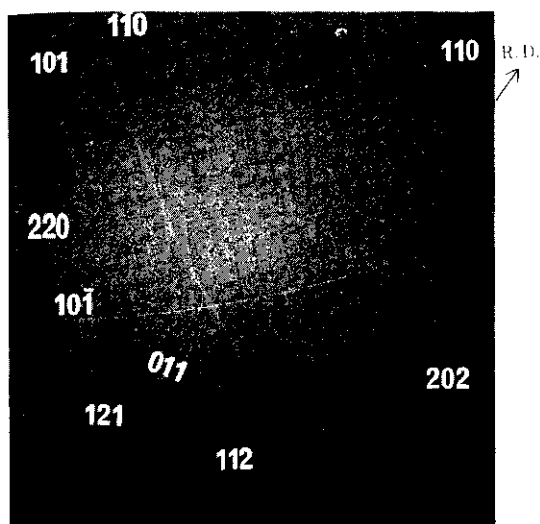


Photo. 7 Kossel pattern taken with the position (3) in the grain (B) of Photo. 5

2次再結晶挙動とを同等に比較できるかどうかはまだはっきりしないが、このような方位の存在が2次粒の成長速度を律速している可能性も考えられる。

6. 結 言

微小領域の方位を短時間高精度で測定できる装置として、新たに透過 Kossel 装置を作成した。

製作した Kossel 装置の特徴を以下に列挙する。

- (1) 走査電子顕微鏡と Kossel カメラとの組合せにより、撮影位置を極微小領域まで正確に決めることができる。また $5 \sim 20 \mu\phi$ 程度の微細粒の Kossel 像が得られる。
- (2) Kossel 装置の電子光学系の改良により走査

電子像と Kossel 像の像質を同時に向上させることができ、短時間照射で鮮明な Kossel 回折像が得られる。

(3) 局所的な歪の検出が可能であり最大 40% までの冷延歪を加えた試料でも Kossel 像が得られる。

(4) 結晶方位解析は、撮影された Kossel 像からコンピュータ・チャート法によって直接行うため、僅か 2~3min の短時間で、 $\pm 0.5^\circ$ の高精度の解析が可能。

この装置を用いて、2次再結晶初期段階にある 3% 珪素鋼の 1次粒と 2次粒の方位関係を測定した結果を要約する。

(1) Goss 方位の 2次再結晶粒の成長過程では、 $(100)[011]$, $(100)[001]$, $(100)[012]$ 方位の 1次粒は蚕食されにくく $(111)[112]$ 方位の 1次粒は蚕食されやすい。

(2) Goss 方位の 2次粒と接する $(100)[011]$ 方位の 1次粒には、 850°C で 17h の焼鈍後においても歪が存在する。この粒内の歪分布は一様でなく、2次再結晶粒に近づくほど少ない。

(3) Goss 方位の 2次再結晶粒内には約 8° の方位差が存在し、圧延方向に平行な側面の粒界近傍で方位差が大きい。この位置では (200) 回折線のみが幅広がりを示し、歪の異方性の存在がうかがえる。

(4) Goss 方位の 2次再結晶粒内には $5 \sim 30 \mu\phi$ 程度の球状の微細粒が数多く残っている。これらの微細粒の方位は $(100)[011]$, $(100)[012]$, $(100)[001]$, $(310)[001]$ の近傍のものが多い。

終わりに、本装置の製作にご協力いただいた島津製作所(株)の担当者各位に深く感謝の意を表する。

参 考 文 献

- 1) Y. Inokuti and R. D. Doherty: *Texture*, 2 (1977) 3, 143
- 2) Y. Inokuti and R. D. Doherty: *Acta Met.*, 26 (1978) 1, 61
- 3) 井口, 清水, 嶋中: 日本金属学会講演概要, (1978, 10月) 180
- 4) 井口, 清水, 嶋中: 日本金属学会講演概要, (1979, 10月) 224
- 5) 岩崎, 藤元: 鉄と鋼, 65 (1979) 4, S 452
- 6) 佐々木, 清水, 藤元: 日本金属学会講演概要, (1979, 4月) 23
- 7) 岩崎, 井口, 嶋中, 藤元: 日本金属学会会報, 18 (1979) 9, 632
- 8) W. Kossel, V. Loeck and H. Vosges: *Z. Physik*, 94 (1935), 139
- 9) K. Lonsdale: *Phil. Trans. Roy. Soc., (London)*, 240 (1947), 219

- 10) D. J. Dingley : SEM/1978, (IITRI, AMF O'Hare), (1978), 869
- 11) G. Ferran : Metallograph, 3 (1970), 441
- 12) R. Tixier and C. Wacke : J. Appl. Cryst., 3 (1970), 466
- 13) 川崎製鉄(株) : 実開昭 55-38349
- 14) 川崎製鉄(株) : 特開昭 55-33660
- 15) E. T. Peters and R. E. Ogilvie : Trans. AIME, 233 (1965) 1, 89
- 16) K. J. H. Mackay, IV International Congress on X-ray Optics and Microanalysis, (1966), 544. Paris
- 17) M. Bevis and N. Swindells : Phys. Stat. Sol., 20 (1967), 197
- 18) H. Hälbig, P. L. Ryder and W. Pitsch : V International Congress on X ray Optics and Microanalysis, (1968), 388. Berlin
- 19) W. G. Morris : General Electric Report, No.66-C-217 (1966)
- 20) G. Ferran and R. A. Wood : J. Appl. Cryst., 3 (1970), 419
- 21) 鶴岡, 安部, 深尾 : 川崎製鉄技報, 1 (1969) 1, 68
- 22) C. G. Dunn and P. K. Koh : Trans. AIME, 206 (1956) 8, 1017
- 23) T. Taoka, E. Furubayashi and S. Takeuchi : Trans. ISIJ, 7 (1967) 2, 95
- 24) M. F. Littmann : Met. Trans., 6A (1975) 5, 1041