

(574) Ni基単結晶耐熱合金中の γ 及び γ' 相の格子定数の差の測定

金材技研 ○大野勝美、 原田広史
山県敏博、 山崎道夫

1. 緒言

合金設計法により設計されたNi基単結晶合金中の γ 相と γ' 相の格子定数の差を標準仕様のX線回折装置より得られた回折パターンのデコンボリュションにより求めた。格子定数の差の測定値と設計値とはかなりよい一致を示した。尚、本研究は通産省工技院の「次世代プロジェクト」の一環として行われた。

2. デコンボリュション法

測定されたX線回折プロファイル $P(\theta)$ は次のように表現される。 (* : コンボリュションを表す)

$$P(\theta) = \lambda * G * S + \text{background}$$

ただし、 λ はX線源のスペクトル分布、 G は回折装置の装置関数、 S は試料の性質によって決まる回折プロファイルである。従って、予め $\lambda * G$ を実験的に求めておけば、測定された回折プロファイル $P(\theta)$ を $\lambda * G$ によりデコンボリュションすれば、試料本来の回折プロファイルを求めることができる。

今回はシリコン標準試料から得られた種々のピークプロファイルの半値幅から、解析する 2θ 角における半値幅を求め、 $\lambda * G$ はその半値幅のロレンチアンと仮定して解析を行った。

3. 試料及び実験方法

測定用試料は熱処理(1300~1340℃)により十分に均質化、時効(900℃×120hr)した後、ファイリング真空中で焼鈍後、水冷して作製した。この数百mgをシリコン無反射板上にバラマイで測定に供した。得られた無処理の回折パターンを図1中の(a)に示す。装置による回折パターンの歪を除去するためにデコンボリュションを施すと同図(b)のようになってX線源に使用したCu K α_1 、K α_2 の回折ピークが明瞭に識別できるようになった。↑印の下の数値は 2θ 角を表している。ここに示したように 2θ 角は精度よく測定できるがX線光学系の設定誤差を考慮して、今回は格子定数の絶対値は求めず γ 及び γ' 相の差を求めるにとどめた。この測定法の精度は0.05%以下である。

4. 結果

900℃での γ 及び γ' 相の格子定数のミスフィット [$\delta = (a_{\gamma'} - a_{\gamma}) / a_{\gamma}$] の測定値と設計値との関係を図2に示す。ミスフィット δ の設計値と実測値との一致は必ずしも良いとは言えないが、実測値と設計値との間には高度の相関(0.993)が認められたので、これらのデータを合金設計法にフィードバックすれば僅かの改良で、より信頼度の高い合金設計法の確立が期待できる。

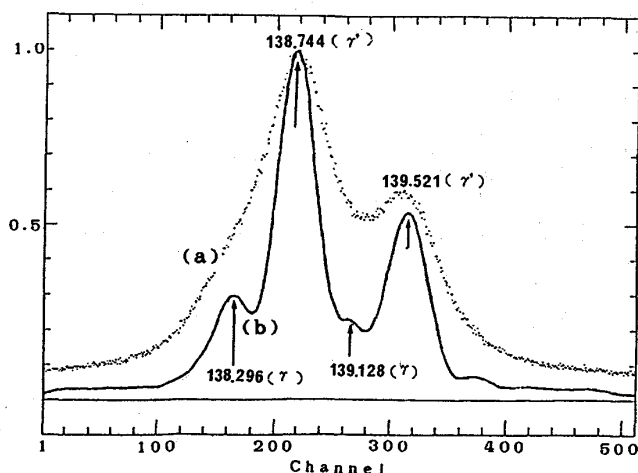
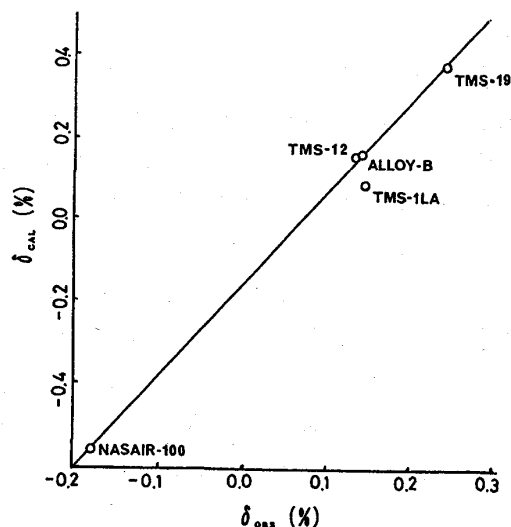


Fig.1 Raw XRD pattern and its deconvoluted result

Fig.2 Relation between observed and designed misfit(δ)