

# Rietveld texture 解析を用いた鉄鋼ミクロ組織評価における 等方性温度因子の影響

平野孝史<sup>a</sup>, 小貫祐介<sup>b</sup>, 星川晃範<sup>b</sup>, 富田俊郎<sup>b</sup>, 佐藤成男<sup>a\*</sup>

## Effect of Isotropic Temperature Factor on Microstructural Observation of Steels in Rietveld Texture Analysis

Takashi HIRANO<sup>a</sup>, Yusuke ONUKI<sup>b</sup>, Akinori HOSHIKAWA<sup>b</sup>,  
Toshiro TOMIDA<sup>b</sup> and Shigeo SATO<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup> Graduate School of Science and Engineering, Ibaraki University  
4-12-1 Nakanarusawa, Hitachi, Ibaraki 316-8511, Japan

<sup>b</sup> Frontier Research Center for Advanced Atomic Sciences, Ibaraki University  
162-1 Shirakata, Tokai, Ibaraki 319-1106, Japan

(Received 27 December 2019, Revised 28 January 2020, Accepted 31 January 2020)

Rietveld texture analysis with the use of neutron diffraction is a promising analytical method to observe microstructural evolution of steels in high-temperature processes. Phase fraction and texture evolution can be analyzed from diffraction intensities in the Rietveld texture analysis. However, since the diffraction intensities can vary with the isotropic temperature factor,  $B_{iso}$ , which is a parameter of the atomic thermal vibration, the analytical accuracy of  $B_{iso}$  would affect the texture and phase fraction analyses. We examined the influence of the divergence of  $B_{iso}$  on the analytical accuracy of phase fraction and texture in Rietveld texture analysis by using neutron diffraction data of steels. It was confirmed that the decrease in diffraction intensities at high reflection indices became significant with an increase in temperatures, as a result of the increase in the atomic thermal vibration. By observing the clear attenuation of diffraction intensities from low to high reflection indices, the  $B_{iso}$  equivalent to the literature value was successfully estimated, and appropriate phase fraction of ferrite and cementite phases were obtained. When the  $B_{iso}$  was intentionally changed in Rietveld texture analysis, the estimated phase fraction deviated from the actual value while the texture results was affected little. We also examined the number of diffraction peaks necessary for obtaining appropriate  $B_{iso}$ . It was confirmed that 11 or more diffraction peaks are required for estimating an appropriate  $B_{iso}$  value, so that phase fraction of ferrite and cementite phases is to be analyzed correctly.

**[Key words]** Neutron diffraction, Rietveld texture analysis, Isotropic temperature factor, Phase transformation, Texture, Phase fraction

鉄鋼材料の高温下におけるミクロ組織観察には、中性子回折を用いた Rietveld texture 解析が有効である。

<sup>a</sup> 茨城大学大学院理工学研究科 茨城県日立市中成沢町 4-12-1 〒316-8511 \*連絡著者: shigeo.sato.ar@vc.ibaraki.ac.jp

<sup>b</sup> 茨城大学フロンティア応用原子科学研究センター 茨城県那珂郡東海村大字白方 162-1 〒319-1106

Rietveld texture 解析では回折強度をもとに相分率や集合組織を解析することができる。ただし、回折強度は原子の熱振動をパラメータとする等方性温度因子 ( $B_{iso}$ ) により変動し、 $B_{iso}$  の解析精度が相分率、集合組織解析に影響すると考えられる。本研究では、鉄鋼の中性子回折測定結果をもとに Rietveld texture 解析における  $B_{iso}$  の相分率、集合組織解析への影響を調査した。高温中性子回折では、原子の熱振動により高次回折の強度減衰が著しくなることが確認された。低次から高次の回折強度の減衰を明確に観測することで文献値と同等の  $B_{iso}$  が求められ、妥当なフェライト、セメンタイトの相分率が得られることが確認された。一方、意図的に  $B_{iso}$  を変動し解析を行うと、集合組織解析への影響は小さいが、相分率解析に偏差が生じることが確認された。妥当な  $B_{iso}$  を得るためには低次から高次にかけて回折ピークの減衰を検出する必要があるが、温度や積算時間などによって検出できる回折指数領域は変化する。そこで、 $B_{iso}$  を正しく見積もり、妥当な解析結果を得るのに必要な回折指数領域の調査を行った。フェライト相の  $B_{iso}$  を正しく見積もり、妥当な相分率を得るためには最低でも低次から高次までの回折ピークを 11 本以上検出し、解析に用いる必要があることが確認された。

[キーワード] 中性子回折, Rietveld texture 解析, 等方性温度因子, 相変態, 集合組織, 相分率

## 1. はじめに

鉄鋼材料の強度や延性などの機械的特性を向上させるため、熱処理プロセスによるマイクロ組織制御が行われている。多くの鉄鋼は室温ではフェライト相(体心立方構造:  $\alpha$ )であるが、1173 K 程度の高温にするとオーステナイト相(面心立方構造:  $\gamma$ )となる。高張力鋼板などの一部の鋼種では、オーステナイト域から 573 から 773 K の温度領域に急冷、温度保持することでマイクロ組織が制御される。この際、冷却速度や保持温度により、相変態現象が変化する。相変態では複数の相が形成される場合が多い。例えばオーステナイト相からフェライト相、セメンタイト ( $Fe_3C$ ) 相が形成する場合や、非平衡のオーステナイト相が残留する場合がある。それぞれの相分率は熱処理中に変化し、鉄鋼材料の特性向上を図るには相分率制御が必要となる。このため、相変態過程の相分率変化を直接観察することが望まれている。

近年では、マイクロ組織観察には走査型電子顕微鏡を用いた electron backscatter diffraction (EBSD) 観察が広く用いられる。EBSD 観察を

もとに結晶粒の形態的特徴や相分率を観察することができる。ただし、観察範囲は表面であるため、高温下で組織観察を行おうとした場合、表面酸化や表面エネルギー変化誘起の組織変化などが生じる懸念がある<sup>1)</sup>。一方、中性子は金属材料に対し高い透過性を持つ。したがって、数 mm 厚さの鉄鋼試料を中性子回折測定に用いれば表面酸化等の影響を無視したマイクロ組織評価が可能となる<sup>2)</sup>。

相分率を回折法から解析する場合、回折強度をもとに算出する。ただし、金属材料には集合組織があるため、その影響により回折強度が変動する。この問題を解決するには集合組織の影響を考慮した回折強度計算が必要となる。パルス中性子回折の飛行時間 (Time-Of-Flight : TOF) 法は検出器の走査なしに回折パターンを得ることができる。試料に対し多方位に設置した複数の検出器から得られる個々のパルス中性子回折パターンをもとに集合組織解析と Rietveld 解析を同時に行うアルゴリズム (Rietveld texture 解析) が Wenk らにより提案された<sup>3)</sup>。さらに Onuki らはそのアルゴリズムをもとに試料や検出器の走査なしに短時間で集合組織、相分率解

析を行えることを示した<sup>4)</sup>。また、これらの基盤技術をもとに、従来、室温に冷却後の試料をもとに行われてきた組織観察を、高温下で連続的に変化するマイクロ組織現象を観測するシステムを構築した<sup>5)</sup>。

Rietveld texture 解析の課題は、低次回折から高次回折への強度減衰の取り扱いである。回折強度減衰の要因として、原子散乱因子や原子の熱振動が挙げられる。原子により散乱が生じる X 線回折では、原子サイズが大きいほど原子散乱因子による高次回折の強度減衰が顕著となる。一方、中性子回折では主に原子核にて散乱が生じる。原子核は原子より約  $10^5$  の桁数で小さい。このため、一般に観測する回折領域では原子散乱因子は一定となる。したがって、中性子回折における高次回折での強度減衰は原子の熱振動による影響のみとなる。Rietveld 解析では、原子の熱振動による強度の減衰を等方性温度因子  $B_{iso}$  としてパラメータ化している。 $B_{iso}$  は、原子の熱振動による平衡位置からのずれ量を示し、平均二乗変位を  $\overline{u^2}$  とすると、

$$\overline{u^2} = \frac{B_{iso}}{8\pi^2} \quad (1)$$

と表される。原子の熱振動による回折強度の減衰を示すパラメータであるデバイーワラー因子を  $T_j$  とすると、

$$T_j = \exp\left[-B_{iso}\left(\frac{\sin\theta}{\lambda}\right)^2\right] \quad (2)$$

と表される。 $\theta$  は回折角、 $\lambda$  は中性子の波長である。また、結晶構造因子を  $F(h, k, l)$  とすると、

$$F(h, k, l) = \sum_j g_j b_{cj} T_j \exp\left[2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)\right] \quad (3)$$

となる。 $j$  は単位胞中の原子の番号、 $g_j$  は占有率、 $b_{cj}$  は干渉性散乱長、 $x_j, y_j, z_j$  は分率座標を

示す。デバイーワラー因子は高次回折ほど小さくなるため、結晶構造因子は高次回折で小さくなる。つまり、デバイーワラー因子の影響は回折指数が大きくなるにしたがい大きくなる。Rietveld 解析では、低次から高次回折への強度減衰をもとに  $B_{iso}$  を求める。ただし、高次の回折ピーク強度が十分に得られない場合、 $B_{iso}$  は異常値に算出されやすい。その場合、信頼性の乏しい相分率が算出されることが予想される。したがって、解析精度を把握し、向上させるためには、 $B_{iso}$  の解析値のばらつきが解析結果に与える影響を明らかにする必要がある。

本研究では鉄鋼試料を対象に高温におけるパルス中性子回折実験を行い、Rietveld texture 解析における  $B_{iso}$  が集合組織解析および相分率解析結果に与える影響を明らかにする。また、高温測定下での刻々とした組織変化をとらえるため短時間測定データを用いる場合、回折強度が低下し、高次回折が十分に観測できない。したがって、低次から高次回折の回折強度減衰をもとに評価するデバイーワラー因子は評価しにくくなる。そこで、適切な Rietveld texture 解析を行うために必要な回折指数領域を調査した。

## 2. 実験・解析

試料には中炭素鋼 (0.53C-0.19Si-0.73Mn (mass%)) を冷間圧延した板材を用いた。中性子回折測定は J-PARC の物質・生命科学実験施設 (Materials Life Science Facility, MLF) の茨城県ビームライン BL20 (iMATERIA) にて実施した。iMATERIA では白色パルス中性子を用いた TOF 法に基づき回折測定が行われる。TOF 法は、中性子の速度が波長に依存する特徴を利用し、白色パルス中性子の線源から検出器までの飛行時間をもとに回折パターンを得

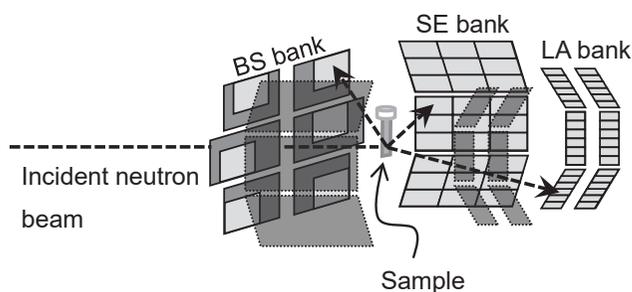


Fig.1 Schematic diagram of detector banks of iMATERIA<sup>7)</sup>.

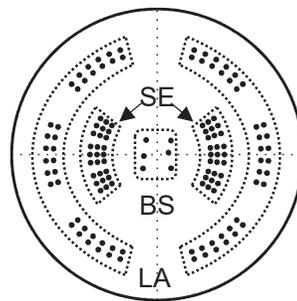


Fig.2 The distribution of scattering vectors corresponding to the 132 observation points at iMATERIA<sup>7)</sup>.

る。TOF 型中性子回折では飛行時間をもとに回折パターンが得られるため、検出器の走査なしに低次から高次の回折を同時に短時間で測定できる<sup>6)</sup>。25 Hz のパルス中性子を用いており、iMATERIA において観測できる  $d$  (面間隔) 領域は 0.04 nm から 0.25 nm である。Fig.1 に本測定で用いた iMATERIA の模式図<sup>7)</sup>を示す。iMATERIA は BS (Back Scatter) バンク、SE (Special Environmental) バンク、LA (Low Angle) バンクの検出器バンクを有し、多数の検出器が試料を囲むように位置している。Fig.1 に示すように全てのバンクをそれぞれ立体角  $5^\circ$  で分割することで、Fig.2 の極点図<sup>7)</sup>に示すように 132 方位の回折パターンが得られる。iMATERIA で検出される回折パターンの方位には空隙があるため部分極点図として観測されるが、低次から高次までの回折ピークを用いて Rietveld texture 解析を行うことにより、結晶方位分布の完全情報である結晶方位分布関数 (ODF: Orientation Distribution Function) を得ることができる。ODF をもとに任意の回折指数に対する完全極点図を得ることができる。Rietveld texture 解析には MAUD プログラム<sup>8)</sup>を用いた。結晶方位分布関数の計算法として、結晶方位分布関数を不連続関数として取り扱う E-WIMV<sup>9)</sup>を利用した。

Fig.2 に示す 132 回折方位それぞれに観測された回折パターンをもとに Rietveld texture 解析を行った。なお、収束値として  $S (= R_e/R_{wp})$  値が 2 以下となる解析結果を用いた。入射中性子のビームサイズは 22 mm × 22 mm とし、圧延面法線方向 (ND) に入射した。実験時の MLF のビーム出力は 150 kW である。なお、入射中性子は波長に対し強度分布がある。このため散乱強度に方向性がないバナジウムの非干渉性散乱から入射中性子の強度分布を求め、中性子回折強度を規格化した。

iMATERIA における TOF 型中性子回折より集合組織、相分率解析を行う場合、全ての検出器が使用される。このため、ヒーター等の構造材が中性子の光路を妨げないようにする必要がある。Fig.3 に急速加熱冷却試験装置を含めた測定環境のレイアウトを示す。中性子光路を確保しつつ加熱速度を大きくするため、試料に対し 4 方向から赤外線 (IR) ヒーターによる加熱を行った。あわせて、試料冷却用に He ガス噴射ノズルを設置し、冷却機能を付与した。He ガスは液体窒素で冷却した銅管内を通過させることで冷却能を高めた。なお、試料に溶着した R 型熱電対により試料温度をモニターした。

中性子回折を行った際の試料の昇温条件は

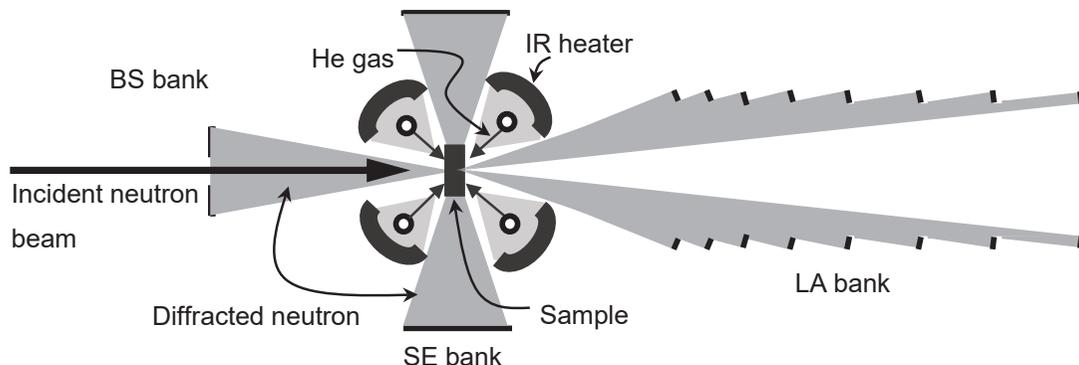


Fig.3 Top view of the setup for high-temperature neutron diffraction.

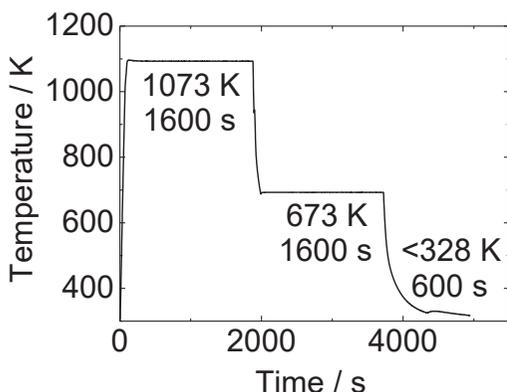


Fig.4 Thermal treatment history and interval times for neutron diffraction measurements.

Fig.4の通りである。室温のフェライト相から1073 Kに昇温しオーステナイト変態させ、その後、フェライト相が安定となる673 Kまで冷却し保持した。目的温度に対し、 $\pm 5$  K以内にて制御を行った。

### 3. 結果と考察

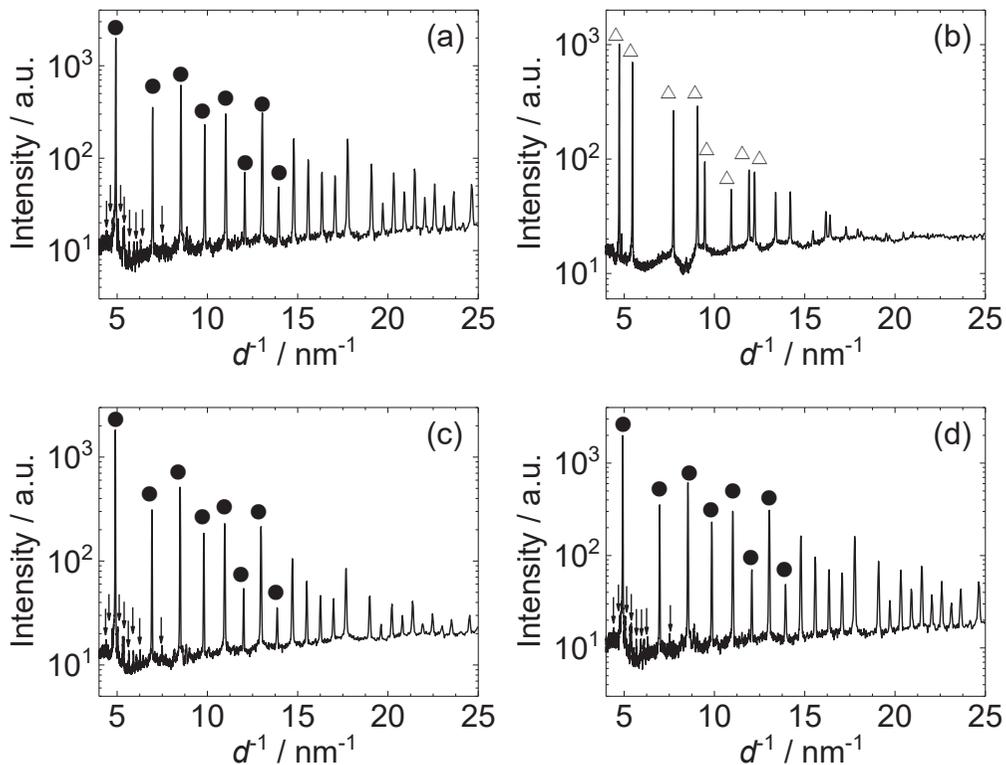
#### 3.1 温度変化に伴う回折パターンの変化

温度変化に伴う回折パターンの変化を Fig.5 に示す。SEバンク全体で得られた回折パターンを示している。昇温前はフェライト相の回折に加えセメンタイトの微弱な回折ピークを確認できる。1073 Kまで昇温するとそれらの回折が

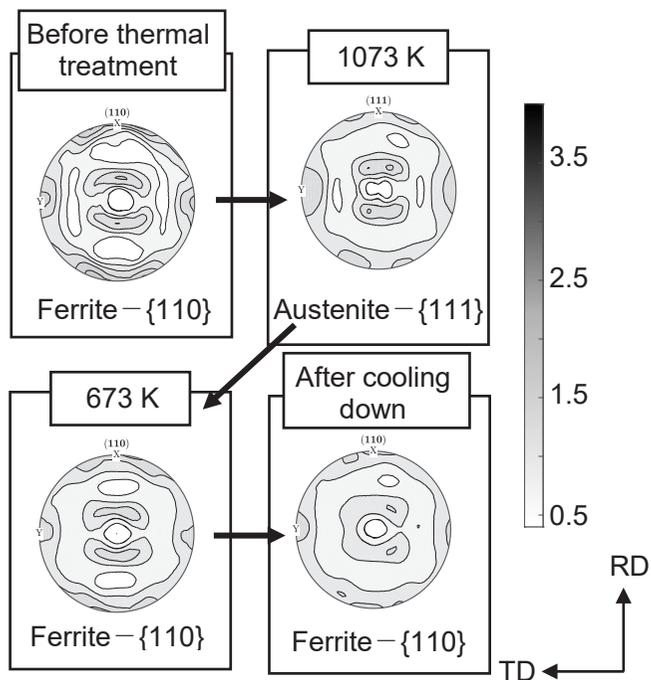
消失し、オーステナイト相のみの回折となる。1073 Kではオーステナイトが平衡相となるため、フェライトがオーステナイトに変態し、また、セメンタイトが溶解したことによる。さらに673 Kまで冷却すると拡散変態によるフェライト相とセメンタイト相が現れる。1073 Kの回折パターンでは高次回折の強度が著しく減衰している。また、Fig.5 (c), (d) はそれぞれ673 Kおよび室温冷却後のフェライト相の回折パターンとなるが、両者を比較すると673 Kの高次回折の強度は低いことがわかる。1073 Kや673 Kの回折パターンにおける高次回折強度の低下は  $B_{iso}$  の増加に起因する。

#### 3.2 温度変化に伴う集合組織・相分率変化

Rietveld texture 解析をもとに集合組織、相分率の温度変化を求めた。それぞれの温度について、132方位の回折パターンに対する Rietveld texture 解析から得られた完全極点図を Fig.6 に示す。熱処理前のフェライト相の{110}極点図と1073 Kの変態オーステナイト相の{111}極点図はほぼ同様な分布形状である。この結果は、フェライト相とオーステナイト相間の相変態における結晶方位関係である Kurdjumov-Sachs (K-S) 関係<sup>10)</sup>： $\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$ を示している。



**Fig.5** Diffraction patterns of a medium carbon steel specimen (a) before thermal treatment, (b) at 1073 K, (c) at 673 K, and (d) after cooling. Circles, arrows, and triangles denote ferrite, cementite, and austenite, respectively.



**Fig.6** Changes in pole figures of the ferrite, austenite phases with the thermal treatment.

**Table 1** Cementite phase fraction (mass%) at room temperature and 673 K.

Temperature	Rietveld texture analysis	Phase diagram
Room temperature (Before thermal treatment)	10.4	8.2
673 K	8.2	8.2
Room temperature (After cooling down)	7.8	8.2

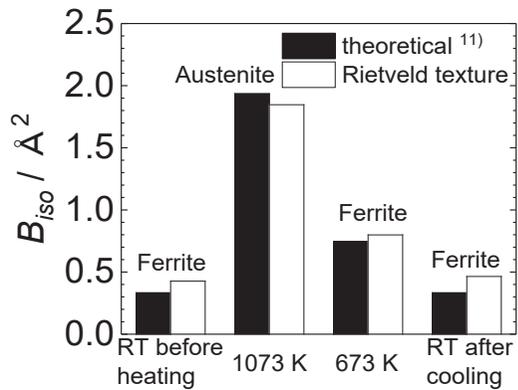
1073 K から冷却するとフェライト相に戻るが、その{110} 極点図は初期フェライト相の{110} 極点図と類似しており、変態前の結晶方位が遺伝する集合組織記憶効果があると判断される。

セメンタイト相が存在する温度条件(昇温前室温, 673 K, 昇温後室温)で求められたセメンタイトの相分率を Table 1 に示す。Fe-C 状態図ではセメンタイト相分率は 8.2 mass% となるが、Table 1 の値はそれにおおよそ一致した。

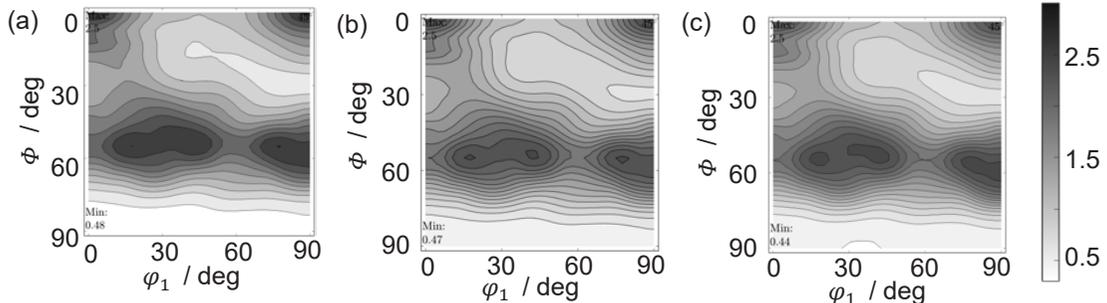
**3.3 等方性温度因子  $B_{iso}$  と解析精度の関係**

Rietveld texture 解析から得られた Fe の  $B_{iso}$  解析値に対し、Fe の  $B_{iso}$  理論値<sup>11)</sup> を比較した結果を Fig.7 に示す。温度変化に伴う  $B_{iso}$  解析値は理論値と概ね一致した。低次から高次の回折を十分な回折強度で観測したため、良好な  $B_{iso}$  解析値が得られたと考えられる。なお、中炭素鋼の合金元素量は少ないため解析値は Fe の  $B_{iso}$  理論値とおおよそ一致したが、合金元素を多量に含む場合、合金元素による  $B_{iso}$  への影響を考慮し、比較参照する必要がある。

Fe の  $B_{iso}$  解析値の誤差が集合組織・相分率解析結果に与える影響を調査するため、Fe の  $B_{iso}$  値を変えて Rietveld texture 解析を行った。解析には 673 K の回折データを利用した。Fig.8 は  $\varphi_2 = 45^\circ$  の ODF (結晶方位分布関数) 図である。Fe の  $B_{iso}$  解析値は 0.80 であったが、 $B_{iso} = 0.5, 1.5$  として ODF 図を求めても変化は小さい。  $B_{iso}$  は低次から高次への回折強度減衰に影響するが、そのような変化は特定の回折指数の強度を低く



**Fig.7** Variations in  $B_{iso}$  with the thermal treatment. Theoretical<sup>11)</sup> and analyzed values are shown for comparison.



**Fig.8** ODFs ( $\varphi_2 = 45^\circ$  section) of the ferrite phase at 673 K with  $B_{iso}$  of (a) 0.5, (b) 0.8 (analyzed), (c) 1.5.

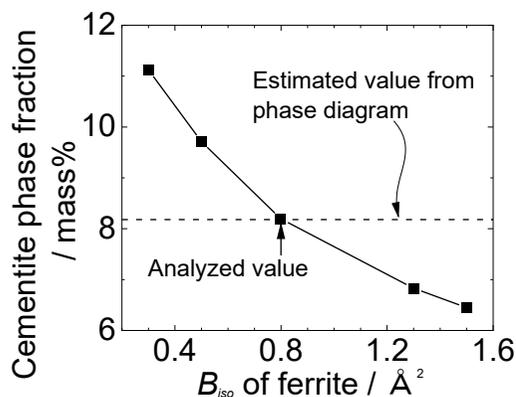


Fig.9 Changes in Cementite phase fraction at 673 K with  $B_{iso}$  of ferrite.

見積もることにならない。そのため、集合組織解析に対する影響が小さかったと考えられる。

次に Fe の  $B_{iso}$  値による相分率解析への影響を調査した結果を Fig.9 に示す。セメンタイト相の回折強度は弱く、十分な精度で  $B_{iso}$  値を得ることは困難だったため、セメンタイトの  $B_{iso}$  値は Fe の  $B_{iso}$  理論値を利用した。Table 1 に示した結果では、セメンタイトの  $B_{iso}$  値は Fe の  $B_{iso}$  理論値を利用していたが妥当な相分率が得られている。Fig.9 において、フェライト相の  $B_{iso}$  が大きくなると解析されるセメンタイト相分率は小さくなる傾向が認められた。フェライト相の  $B_{iso}$  を大きくすると、フェライト相の高次回折ピークの理論強度は小さくなる。理論回折強度を実験回折強度に合わせようとする、フェライト相分率を高くする必要がある。この影響によりフェライト相の  $B_{iso}$  が大きくなると、セメンタイト相分率が小さくなる傾向を示したと考えられる。

### 3.4 Rietveld texture 解析に必要な回折指数

熱処理中に生じるマイクロ組織変化を捉えるには、積算時間を短くし、連続的な短時間測定

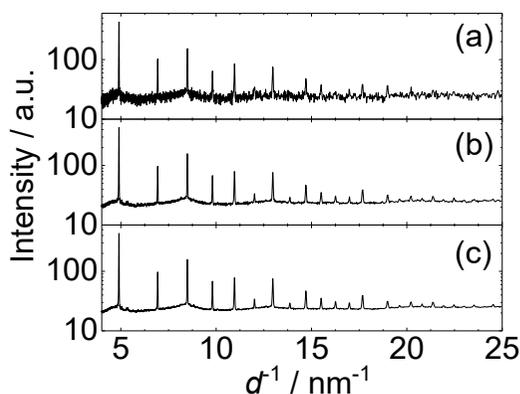


Fig.10 Diffraction patterns of a medium carbon steel specimen at 673 K. Integral time is (a) 30, (b) 300, and (c) 1000 s.

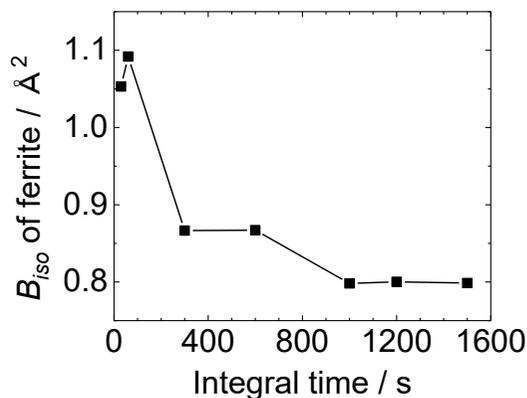


Fig.11 Changes in analyzed  $B_{iso}$  with integral time of neutron diffraction data.

を行う必要がある。673 K の中性子回折データについて、積算時間による回折パターンの変化を Fig.10 に示す。積算時間が短いほど S/N 比が低下する。積算時間の異なる回折パターンから  $B_{iso}$  を精密化した結果を Fig.11 に示す。積算時間が短くなると、 $B_{iso}$  が大きくなる。高次回折の回折強度は低いため、積算時間が短くなると観測しにくくなる。この場合、高次回折が著しく減衰した回折パターンとして解析される。その結果、短時間測定データでは  $B_{iso}$  が大きくなる傾向を示したと考えられる。

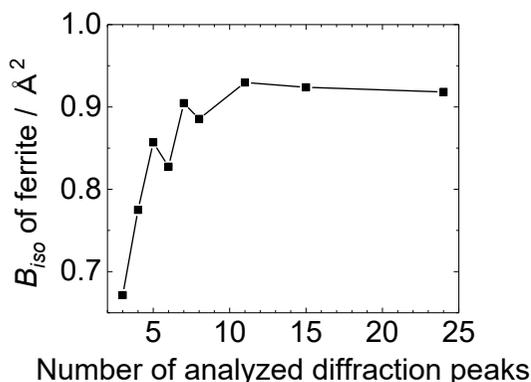


Fig.12 Changes in analyzed  $B_{150}$  for diffraction data at 673 K with number of diffraction peaks used for Rietveld texture analysis.

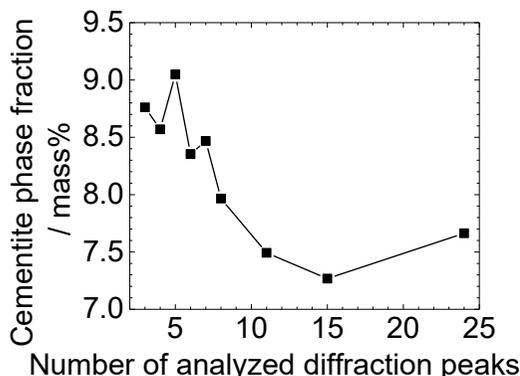


Fig.13 Changes in analyzed cementite-phase fraction for diffraction data at 673 K with number of diffraction peaks used for Rietveld texture analysis.

Fig.11の結果は Rietveld texture 解析において  $B_{150}$  を正しく評価するには適切な回折指数領域があることを示している。回折パターンデータのクオリティは積算時間、試料サイズ等の実験条件によるが、一般化した議論が行えない。データのクオリティは解析できる回折指数領域の範囲に影響するため、回折指数領域、つまり、Rietveld texture 解析に用いる回折ピークの本数による解析値への影響を調査した。Fig.12, 13はそれぞれ解析に用いた回折ピークの本数に対する  $B_{150}$  と相分率解析結果の変化である。な

お、積算時間 1000 秒の回折パターンを用いた。Rietveld texture 解析からフェライトの  $B_{150}$  を正しく見積もり、相分率を得るためには 11 本以上の回折ピークを検出し、解析に用いる必要があることが確認された。

#### 4. まとめ

TOF 型中性子回折データに対して Rietveld texture 解析を行う際の等方性温度因子  $B_{150}$  のばらつきの影響、また、適切な  $B_{150}$  を求めるために必要な回折指数領域を調査した結果、以下の知見が得られた。

- (1) 温度変化に伴う回折パターンの変化から相変態現象を確認できる。高温になるにつれ  $B_{150}$  の増加による高次の回折ピーク強度の減衰が確認された。
- (2) 集合組織解析において、フェライト相とオーステナイト相間の相変態における結晶方位関係である K-S 関係  $\{111\}_{\gamma} // \{011\}_{\alpha}$  が確認された。さらに集合組織記憶効果が観察され、温度変化に伴う集合組織変化の追跡が可能であることが示された。また、フェライト相とセメンタイト相が存在する温度領域における相分率解析結果は状態図より予想される相分率とおおよそ一致した。高温下での鉄鋼材料の中性子回折データに対する Rietveld texture 解析から、集合組織・相分率を適切に見積もることができる。
- (3) Rietveld texture 解析で精密化した  $B_{150}$  解析値は、 $B_{150}$  理論値<sup>11)</sup>と概ね一致した。同じ中性子回折データに対して  $B_{150}$  を変えて Rietveld texture 解析を行った結果、集合組織解析結果は  $B_{150}$  の影響をほぼ受けないが、相分率解析結果は  $B_{150}$  によって変化することが示された。
- (4) フェライト相とセメンタイト相が共存する

回折パターンに対し相分率解析を行う場合、フェライト相の Fe 原子に対し、適切な  $B_{iso}$  解析値を得る必要がある。そのためには低次回折から高次回折までのピークを 11 本以上観測する必要があることが確認された。

#### 謝 辞

本研究は科研費基盤研究 (B) : 17H03424 にて進められた。また、日本鉄鋼協会研究会 I : 鉄鋼のマイクロ組織要素と特性の量子線解析のサポートを受けた。中性子回折実験は 2017PM0005 の課題として行われた。

#### 参考文献

- 1) T. Saburi, T. Komatsu, S. Nenno, Y. Watanabe : *J. Less-Common Met.*, **118**, 217 (1986).
- 2) Y. Tomota, W. Gong, S. Harjo, T. Shinozaki : *Scripta Mater.*, **113**, 79 (2017).
- 3) S. Matthies, J. Pehl, H.-R. Wenk, L. Lutterotti, S. C. Vogel: *J. Appl. Cryst.*, **38**, 462 (2005).
- 4) Y. Onuki, A. Hoshikawa, S. Sato, P. Xu, T. Ishigaki, Y. Saito, H. Todoroki, M. Hayashi: *J. Appl. Cryst.*, **49**, 1579 (2016).
- 5) Y. Onuki, A. Hoshikawa, S. Sato, T. Ishigaki, T. Tomida: *J. Mater. Sci.*, **52**, 11643 (2017).
- 6) Y. Onuki, T. Hirano, A. Hoshikawa, S. Sato, T. Tomida: *Metall and Mat Trans A*, **50**, 4977 (2019).
- 7) 佐藤成男, 小貫祐介, 星川晃範, 中川真惟子, 山中謙太, 富田俊郎 : 金属, **87**, 965 (2017).
- 8) H. Wenk, L. Lutterotti, S. C. Vogel: *Powder Diffr.*, **25**, 283 (2010).
- 9) L. Lutterotti, D. Chateigner, S. Ferrari, J. Ricote: *Thin Solid Films*, **450**, 34 (2004).
- 10) 長島晋一編 : “集合組織”, p.197 (1984), (丸善).
- 11) L.-M. Peng, G. Ren, S. L. Dudarev, M. J. Whelan: *Acta Cryst.*, **A52**, 456 (1996).