

技術紹介

Technology

(株)大同分析リサーチ SEM-EBSD による結晶方位解析

1. はじめに

金属材料は組成や製造履歴により特有の金属組織を持ち、その組織は物性や特性を決める因子である。そのため金属組織すなわち結晶を評価することは材料開発をする上で重要である。その評価手法のひとつがEBSD (Electron BackScattered Diffraction Pattern) である。

EBSDはSEM (Scanning Electron Microscope) を用いて測定する。試料に電子線を照射した際に発生する回折パターン (菊池パターン) を測定することで結晶構造と結晶方位を測定する手法である。特に結晶方位の測定が得意であり、多くは熱処理や加工などで変化した結晶方位を知る目的で使用される。

結晶構造と結晶方位を評価する手法はEBSD以外にも存在し、TEM (Transmission Electron Microscope) やXRD (X-Ray Diffraction) がある。特徴としてTEMは点分析による評価が行える。XRDは面分析による平均的な評価が行える。それに対し、EBSDは点分析のマッピングによる評価が行える。これら分析手法は材料を評価する目的によって使い分けることが重要である。

今回はEBSDで行える代表的な解析手法と、(株)大同分析リサーチ (以下、当社という) で実施したEBSD解析の例を紹介する

2. EBSDの解析手法

EBSDの代表的な解析手法として以下のものがある。

- ①配向評価
- ②結晶構造による相分布評価
- ③局所方位差による歪み評価
- ④結晶粒径評価
- ⑤異なる結晶粒間の結晶方位関係の評価

EBSDは1点1点の回折パターンから結晶構造と結晶方位を求め、マッピングした結果から、種々の解析を行う。この結晶構造と結晶方位の情報が入った基本となるマップがIPFマップ (Inverse Pole Figure Map) である。

3. 解析事例

3. 1 残留オーステナイト評価

(1) 目的

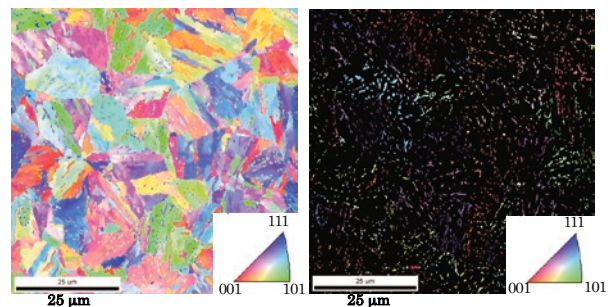
マルテンサイト中には熱処理によっては準安定なオーステナイトが残留していることがある。今回はマルテンサイト系ステンレスをEBSDにより測定し、残留オーステナイトの分布を評価した。

(2) 解析手法と測定結果

図1にマルテンサイト系ステンレスのIPFマップを示す。マルテンサイトとオーステナイトは結晶構造の違いにより相分離できる。そこで、図1(b)にオーステナイトのみを抜き出し、存在位置と結晶方位の分布状態を表した。

(3) 考察

残留オーステナイトは、マルテンサイト変態前の旧オーステナイト粒界などに関係なく、粒内を含め全体に分布していることから、マルテンサイトの下部組織内に微細に分散していることがわかった。



(a) マルテンサイト (b) オーステナイトのみ + オーステナイト

図1. マルテンサイト系ステンレスのIPFマップ。

3. 2 加工による塑性変形歪み評価

(1) 目的

金属に塑性変形を加えた時、結晶粒に塑性変形による歪みが生じる。今回はNi基超合金を熱間鍛造した際の結晶の塑性変形歪みをEBSDの局所方位差解析により評価した。

(2) 解析手法と測定結果

図2(a)に低倍率で測定したNi基合金熱間鍛造材のIPFマップを示す。この結果から、100 μm を超える粗大粒が存在することがわかった。

図3(a)に低倍率で測定した局所方位差マップを示す。これは隣接測定データ点間の方位差をマップ化する手法である。この結果から、粗大粒の粒内で局所方位差が大きく、粒界付近で局所方位差が小さいことがわかった。

ここで、局所方位差が小さい粗大粒の粒界付近を詳細に測定するため、高倍率測定を実施した。図2(b)、図3(b)に高倍率で測定したIPFマップと局所方位差マップを示す。この結果から、粒界付近には5 μm 程度の微細な結晶粒が存在し、この微細粒の局所方位差が小さいことがわかった。

(3) 考察

微細粒は局所方位差が小さいことから、歪みの少ない新しい原子配列を構成した再結晶粒であると考えられる。

一方で、粗大粒は局所方位差が大きいことから、加工による塑性変形による歪みが残存していると考えられる。

以上から、熱間鍛造による歪みが残存した結晶粒と、鍛造時の熱により生じた再結晶粒の2種類の結晶粒が存在することがわかった。このことは、熱間鍛造により結晶が歪み、その熱により核生成しやすい粒界のみで再結晶する再結晶初期段階であると考えられる。

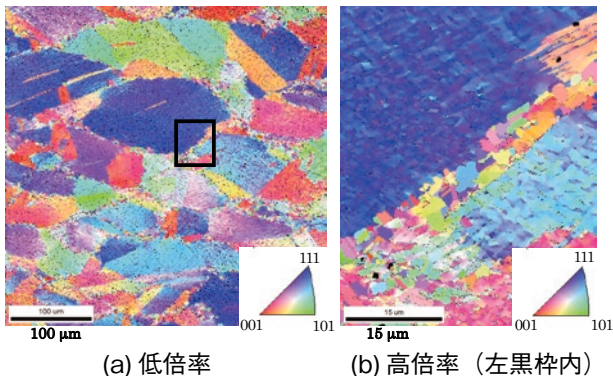


図2. Ni基超合金のIPFマップ。

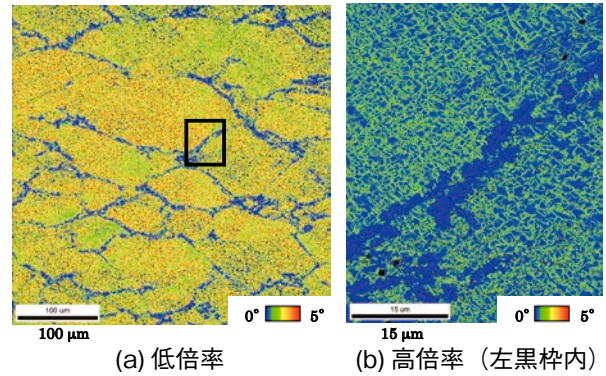


図3. Ni基超合金の局所方位差マップ。

4. おわりに

EBSDは結晶構造と結晶方位の情報をマッピングする分析手法のため、同一結晶構造（例えばNiとCu）の物質を区別することが出来ない。しかし、EBSDと同時にEDX（Energy Dispersive X-ray Spectrometry）による元素分析を行うことで区別が可能で、当社の設備はEBSDとEDXの同時測定機能を備えており、多相の相分布測定も可能である。

今回紹介した事例はEBSDで行える解析手法の一端であり、当社では評価目的に応じて様々な解析を実施している。

今回の事例を含め、組織評価に関心がございましたら、EBSDによる評価や他の評価も合わせてご相談ください。

(文献、引用)

- 1) 鈴木清一(2009) EBSD読本 = OIMを使用するにあたって =.

(問合せ先)

(株)大同分析リサーチ
分析技術室
前川雄哉
TEL : 052-308-3916
FAX : 052-611-9948
e-mail : ymaekawa@dbr.daido.co.jp

