微細構造分析による材料の高機能化に関する調査研究

中川　昌幸[*]　渋谷　恵太[*]　天城　裕子[*]　近　正道[**]　岡田　英樹[***]　河原　崇史[*]

Report of Technology Trends of Material Functionalization by Using Microscopic Structural Analysis

NAKAGAWA Masayuki[*], SHIBUYA Keita[*], AMAKI Yuko[*], CHIKA Masamichi[**], OKADA Hideki[***] and KAWAHARA Takashi[*]

1. 緒　　言

材料内部の結晶粒内ひずみ，ナノ・マイクロスケールの結晶相変態，結晶方位変化，またそれらの分布が材料全体の機能性に与える影響を理解し活用することは，製品の付加価値機能向上に有効な手段であると考えられる。

近年，電界放出形電子銃の高性能化や検出器を含めた解析の高速化によって， EBSD（電子線後方散乱回折法）による微細構造分析が広がりを見せている。

EBSD 測定におけるいわゆる菊池パターン[1)]は照射された電子ビームがブラッグの条件によって反射された回折像である。そのパターンをある結晶構造として解析し，結晶方位を同定するのが EBSD 測定である。

従来の顕微鏡法では評価できなかった結晶方位マップ，結晶相マップの他，結晶粒径や塑性ひずみ分布など結晶の情報を電子顕微鏡の分解能で得ることができる。

また，非結晶あるいは結晶性が低い状態でも EBSD による結晶解析と EDS による元素分析の同時測定によって，微細構造を詳細に評価することが可能となる。

本報告ではダイヤモンド焼結体[2)]（以下 PCD）の EDS，EBSD 測定事例を紹介するとともに，微細構造分析を活用した金属基複合材に関する技術開発について述べる。

*　下越技術支援センター
**　上越技術支援センター
***　研究開発センター

2. FE-SEM/EDS/EBSD を活用した微細構造分析

2.1　使用した FE-SEM/EDS/EBSD 装置

新潟県工業技術総合研究所では EDS，EBSD（オックスフォード・インストゥルメンツ（株）製）を搭載したショットキー電界放出形 FE-SEM（日本電子（株）製 JSM-7800F PRIME）を所有している。図 1 に装置の外観を示す。本調査研究ではこの装置を用いて EDS，EBSD 測定を実施した。

2.2　PCD の微細構造と加工変質

PCD はダイヤモンドの粉末をバインダー金属で焼結した材料であり，超硬合金の基板上に層状に形成されるのが一般的である。非常に硬く耐久性に優れた材料であり，切削工具に用いられるが，打ち抜き金型への適用が期待されている。PCD の加工は現状ではワイヤーカットでの形状加工から，エッジの仕上げ研削を行う方法が一般的だが，ワイヤーカット加工では局所的な発熱によって加工変質層が生成する。

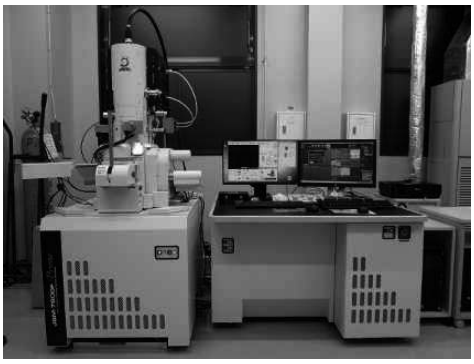
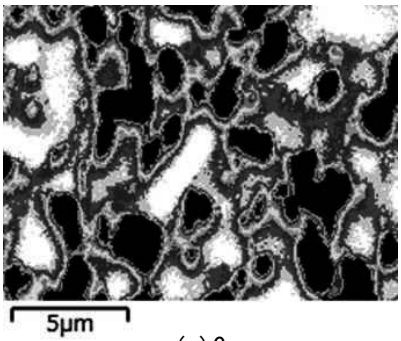


図 1　FE-SEM の外観

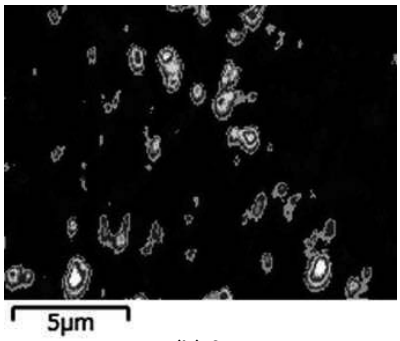
これは，加熱によって部分的にダイヤモンド構造が失われてグラファイトなどの不完全な結晶構造の C に分解したものであり [3]，後加工でこの加工変質層を除去する必要がある。そして，加工変質層の生成や状態を評価するためには，C の分布や結晶構造を判別することが重要となる。

2.3 実験方法

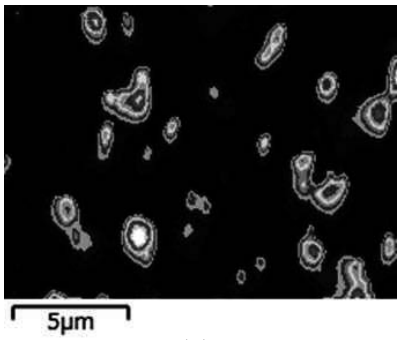
供試材として，基板を含めた厚さ 5mm，ダイヤモンド層 0.5mm のトーメイダイヤ（株）製 PCD（品番 WM80）を使用した。



(a) C



(b) Co



(c) W

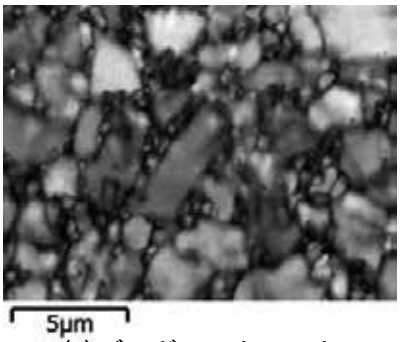
図 2　PCD 表面の元素マッピング

PCD の微視組織を確認するため，入手状態の鏡面仕上げされた表面に対し EDS による C，Co，W のマッピングおよび，EBSD によるダイヤモンド相のマッピング測定を行った。

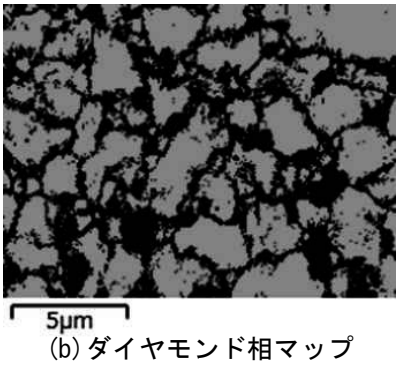
また，ワイヤーカットで□5mm にカットし，そのワイヤーカット加工面および，ワイヤーカット後に#400＋#1200 の研削を行った加工面を EDS によって C のマッピング測定を行い，加工変質層の状態および研削による除去の状態を調べた。

2.4 実験結果

PCD 表面の EDS による C，Co，W のマッピング測定結果を図 2(a)～(c)に示す。5μm 以下程度の粒子状の C の集中があり，その周辺は Co と W が分布している。EBSD 測定結果を図 3(a)，(b)にそれぞれ示す。(a)は回折パターンの鮮明さをマッピングしたバンドコントラストであり，結晶性が高いほど明るいコントラストになる。(b)はダイヤモンドの相マップである。

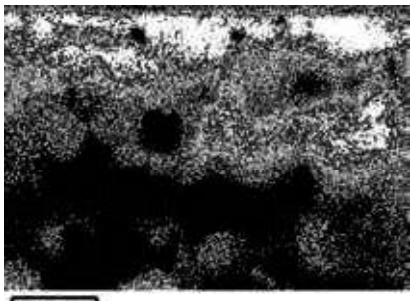


(a) バンドコントラスト

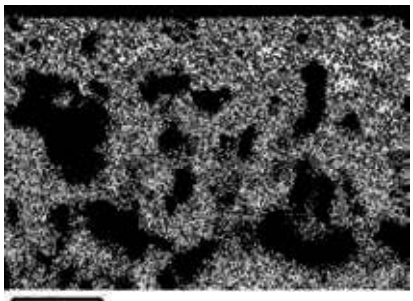


(b) ダイヤモンド相マップ

図 3　PCD 表面の EBSD 結晶相マッピング



(a) ワイヤーカット加工面



(b) ワイヤーカット加工後，#400+#1200 の研削加工面

図 4　PCD の加工面における C の元素マッピング

これらの測定結果によって，この PCD はダイヤモンド粒子の周辺に Co，W が充填されているような構造になっていることが見てとれる。

この PCD のワイヤーカットで切断した加工面，およびワイヤーカット後，#400＋#1200 で研削を行った加工面の EDS 測定による C の元素マッピングを図 4 の(a)，(b)にそれぞれ示す。

ワイヤーカット加工面では図 2(a)に見られるような，粒子状の C の分布は明確ではなく，斑状に広がっている。その後の研削加工によって，C の粒子状の分布がより明確になった。ワイヤーカット加工では，切断時に発生する局所的な発熱のため，加工面のダイヤモンドがグラファイトなどに変質し，斑状に広がったと推測される。一方，その後の研削加工では，加工変質層の除去が進み，ダイヤモンドの粒子状の分布がより鮮明になったものと考えられる。

3. 今後の調査研究の取り組みについて

材料の耐熱性，耐久性の向上に伴い，それらを加工する工具や金型にはさらなる高硬度，耐久性が求められてきている。その解決策として，ダイヤモンドをはじめ，タングステンカーバイドや立方晶窒化ホウ素などの硬質微細粒子を分散させ，バインダー金属の特性によって，耐熱性や靭性などの機能を付与した材料，いわゆる金属マトリックス粒子分散複合材（以下 MMC）の適用が有効と考えられる。放電プラズマ焼結法，溶射や最近注目されている金属 3D 堆積造形などは粉体から MMC を作ることが可能なプロセスであり，耐熱合金のマトリックスへの適用など，機能性を付与した MMC の可能性が広がっている。

一方で，MMC は難削材であるため，高効率，高精度加工は非常に難しい。前項では，PCD の加工変質を評価したが，加熱によるダイヤモンドの変質を援用した加工法など，MMC に対しては材料物性を利用した方法が有用な加工法になりうると考えられる。以上から，高硬度，高耐久材料の開発とその加工方法の検討において，微細構造分析を有効に活用することは，加工技術の高度化や高付加価値製品開発に資するものと考えられる。

4. 結　　言

(1) PCD におけるダイヤモンド相の評価は，EBSD 測定によって可能である。また，EDS による C のマッピングによって，ワイヤーカットの加工変質層は C の斑状の分布によって確認され，その後の研削加工面では，ダイヤモンド結晶粒と思われる C の分布がより鮮明になることによって，加工変質層の除去が確認できた。

(2) MMC は工具や金型への応用が期待される。機能性を付与した MMC の開発とその加工方法の検討に微細構造分析を活用することは，加工技術の高度化や高付加価値製品開発に資するものと考えられる。

参考文献

1) 大槻，“帰ってきた「菊池パターン」”，日本物理学会誌, No.30，1975，pp. 321-329.

2) http://www.tomeidiamond.co.jp/diasyouketu/DIAs.html，ダイヤモンド焼結体，「トーメイダイヤ（株）ホームページ」，2020 年 3 月 24 日

3) 南他，“放電加工による焼結ダイヤモンド工具の成形加工”，電気加工学会誌, Vol.44, No.105，2010，pp. 17-24.