微細構造分析による結晶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[*]　林　成実[**]　近　正道[***]　岡田　英樹[****]

Report of Technology Trends of Microscopic Structural Analysis of Polycrystalline Material

NAKAGAWA Masayuki[*], SHIBUYA Keita[*], AMAKI Yuko[*], HAYASHI Narumi[**], CHIKA Masamichi[***] and OKADA Hideki[****]

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り， 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り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。

本調査研究では，地域における中小製造業が材料の高機能化を検討し，製品の高付加価値化を目指す取り組みを支援するため， FE-SEM/EBSD を用いた微細構造評価と機能化について調査するとともに，小規模な研究テーマを設定して実施してきた。本報告ではその事例を紹介する。

*　下越技術支援センター
**　中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/EBSD を活用した技術調査

2.1 FE-SEM/EBSD による微細構造分析

EBSD による分析は，高分解能かつ単位時間当たりの検出感度を得るため，数百 nA という大電流を流せるショットキー電界放出形電子顕微鏡が適していると考えられる。当研究所では昨年度 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 FE-SEM（日本電子（株）製 JSM-7800F PRIME）を導入した。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 EBSD 測定を実施した。

図 1　導入した FE-SEM の外観

2.2　EBSD 測定事例

2.2.1　SUS420J2 調質組織

950℃で 30min 加熱後に油冷し，200℃で 1Hr 焼き戻ししたマルテンサイト系ステンレス鋼 SUS420J2 の金属顕微鏡観察を図 2 に示す。素地はマルテンサイト，微細粒は炭化物である。この試料を EBSD 測定した結果（逆極点マップ（IPF-Z））を図 3 に示す。結晶方位のマッピングにより，10μm 程度のサイズの結晶組織であることが分かる。図 2 の金属組織観察では，このような境界は見られない。この測定と同じ視野における結晶方位マップに，バウンダリ解析を重ね合わせた結果を図 4 に示す。バウンダリ解析では隣り合う領域の方位差の閾値を設定して境界（バウンダリ）線を引くことができる。図 4 では，隣り合う領域の方位差 15°以上の境界に線を引いた。

方位差 15°以上の大傾角境界は一般的には結晶粒界とみなされるが，調質によって得られたマルテンサイト相の粒界ではなく，焼き入れにおける加熱で得られる一様なオーステナイト結晶の境界を示していると考えられる。また，この組織の素地はマルテンサイトであり，同じオーステナイト結晶粒から変態した微細なマルテンサイト結晶は方位差が比較的小さいと考えられる。

2.2.2　SUS304 温間引張試験破断部

SUS304 は常温で塑性加工するとマルテンサイト変態を起こして硬化することはよく知られる。一方で，深絞り加工などを行う際に材料を 100℃程度に加熱するとほとんど変態せずに塑性変形する。このときの組織の状態を観察するため，常温および 100℃の環境で引張試験を行い，破断部の近傍の材料を切り出して EBSD 測定を行った。図 5 に(a)ブランク，(b)常温引張破断部近傍，(c)100℃引張破断部近傍の EBSD 測定（逆極点マップ）の結果をそれぞれ示す。引張方向は図の左右方向である。常温引張破断部近傍の組織は，マップに黒抜けのピク

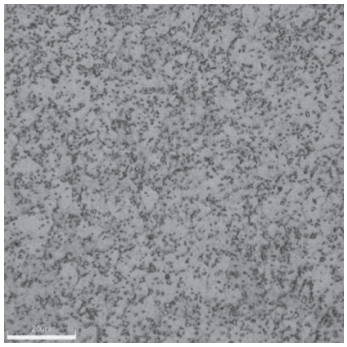


図 2　SUS420J2 の金属顕微鏡観察

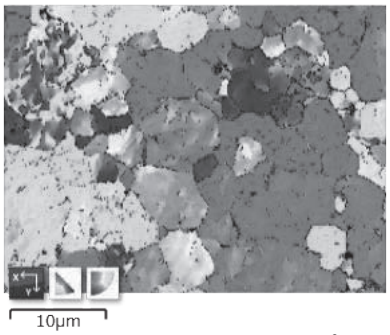


図 3　SUS420J2 の逆極点マップ(IPF-Z)

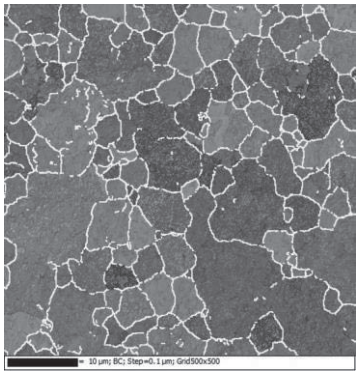
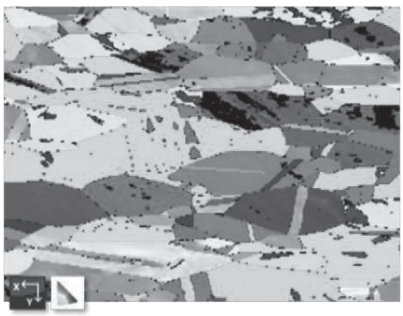


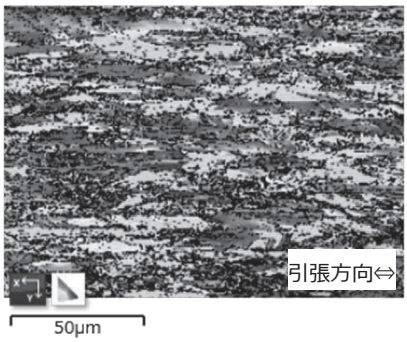
図 4　SUS420J2 の結晶方位マップと
バウンダリ解析を重ね合わせた結果

セル（以下，ゼロソリューション）が多数見られ，結晶粒も不明瞭となっている。これは結晶の塑性ひずみによる転位密度の増大などにより結晶性が低下したため，菊池パターンのコントラストが不明瞭となったためである。一方，100℃で引張破断部近傍では，多角形のオーステナイト結晶粒が明瞭に見てとれる。図 6 に図 5（c）100℃引張破断部近傍を拡大した結果を示す。図中の矢印で示すように，引張方向に対しておよそ 30°方向に双晶が生じている。温間

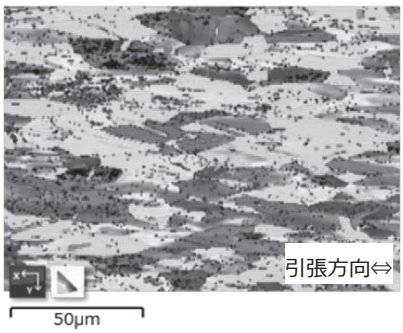
での引張ひずみにおいては，ゼロソリューションの増加も少なく，転位密度の増大にともなう塑性よりも双晶による塑性が支配的になっていると考えられる。



（a）ブランク



（b）常温引張破断部近



（c）100℃引張破断部近

図 5　逆極点マップ（IPF-Z）

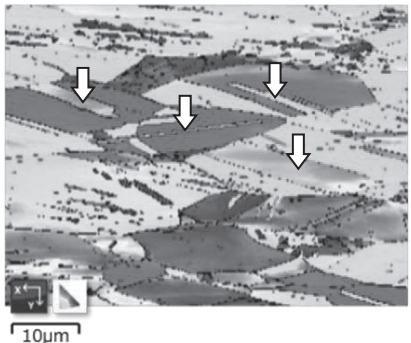


図 6　図 5（c）の拡大

2.3　加工と熱処理による組織変化の EBSD 測定

2.3.1　SUS304 の加工誘起α’の逆変態γ結晶粒の微細化

ホール・ペッチの式 [2] で示されるように，結晶粒を微細化することにより材料を強化することができる。SUS304 において，加工によりマルテンサイト変態させた後，加熱してオーステナイトに逆変態させることにより結晶を微細化できることが示されている [3]。このような手法により，材料の微細構造が変化する様子を EBSD により測定した。

2.3.2　実験方法

使用した材料は市販の SUS304 焼鈍材である。これをおよそ 4mm x 4mm x t8mm に切断し，万能材料試験機により常温で圧縮した。このときのマルテンサイト量はフェライトスコープにより測定し，マルテンサイト体積率は 70%程度となった。その後，電気炉で 650℃2Hr 加熱した。EBSD 測定の前処理として耐水研磨紙の #800，#1200，#2000 で研磨した後，粒子径 3μm のダイヤモンド懸濁液でバフ研磨を行った。最終仕上げとして平面イオンミリング加工を行い，最表層の研磨ひずみを除去した。

2.3.3　実験結果

試料を万能材料試験機により常温で圧縮し，マルテンサイト変態させたのち測定した結晶相マップを図 7 に示す。加工によって結晶が大きく乱れ，ゼロソリューションの面積が非常に大きくなっている。そして一部は微細なマルテンサイト結晶になっており，オーステナイト相はほとんど見られない。その状態から 650℃で 2Hr 加熱したのち測定した結晶相マップを図 8 に示す。マルテンサイトは一部残留しているが，逆変態したオーステナイト結晶が得られており，結晶粒径は 1μm 以下の微細な結晶粒から大きくても 2μm 程度以下の微細組織となった。

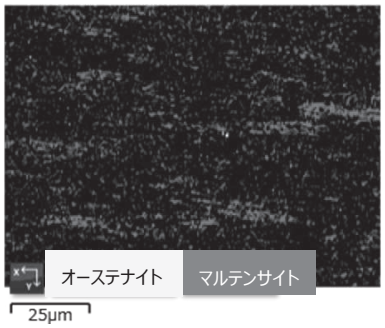


図 7　室温圧縮後の結晶相マップ

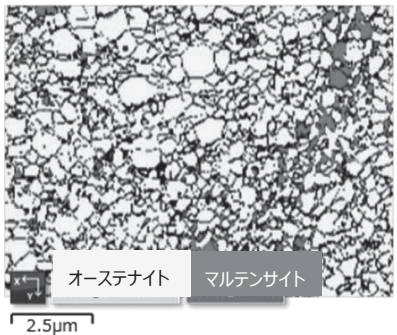


図 8　650℃2Hr 加熱後の結晶相マップ

3. 結　　言

（1）導入された FE-SEM/EDS，EBSD を用いて，微細構造の評価技術について調査を行った。EBSD を用いることにより，電子顕微鏡の分解能で結晶方位，結晶サイズ，結晶相の解析が可能となった。

（2）SUS304 の引張破断部付近の微細結晶構造の変化について EBSD 測定を行った。100℃の温間引張破断部近傍の組織は、常温での引張破断部近傍とは異なる特徴的な双晶変形が見られた。

（3）SUS304 を加工によりマルテンサイト変態させ，加熱することにより 2μm 程度以下の微細なオーステナイトに逆変態させたときの結晶相，結晶サイズを EBSD により評価することができた。

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）門間，“改訂第 4 版鉄鋼材料学”，実教出版（株），1985，pp.87-88，.

3）加藤，鳥阪，“単相ステンレス鋼 SUS304 における α′→γ 逆変態をともなう再結晶および高温変形挙動”鉄と鋼，Vol.80，No.3，1994，pp.67-71.