

FE-SEM-EBSD による金属材料評価

キーワード：EBSD、結晶方位、粒界性格、相変態、フェライト、マルテンサイト、オーステナイト

はじめに

金属材料の評価において、SEM に電子後方散乱回折 (Electron Backscatter Diffraction:EBSD) 装置を取り入れた、SEM-EBSD 解析の利用が広がっています (EBSD の原理・基礎に関してはテクニカルシート No. 11001 を参照)。当所でも、以前より EBSD 装置を保有していますが、この度ショットキー電子銃を搭載した電界放出形電子プローブマイクロアナライザ (Field-Emission Electron Probe Micro Analyzer:FE-EPMA) に EBSD 装置を導入しました (FE-EPMA の詳細に関してはテクニカルシート No. 12009 を参照)。ショットキー電子銃は、汎用の熱電子放出型電子銃と同様に、安定的に大電流を得られることに加えて、冷陰極型の電界放出型電子銃のように、電子線を細く絞ることができるため、高倍率での解析が短時間で可能です。ここでは、FE-SEM-EBSD による具体的な金属材料の評価事例を紹介します。

結晶粒形状・粒界情報の解析

図 1 は、ニッケル基超合金の EBSD 測定結果です。図 1(a) は、光学顕微鏡に近い観察像を表示させた Image Quality マップと呼ばれる図です。粒界は結晶性が乱れているため暗くなり、結果として結晶粒が描かれます。また、図 1(b) に粒径分布図を示します。EBSD 解析用ソフトを用いると、結晶粒径ならびに結晶粒径の分布を瞬時に導き出すことができます。さらに、図 1(a) の黒い線は一般的な粒界を示していますが、黄色い線は双晶粒界を示しています。このように、粒界の定義 (粒界性格) を指定することによってその定義に合致した粒界だけを表示・抽出することもできます。

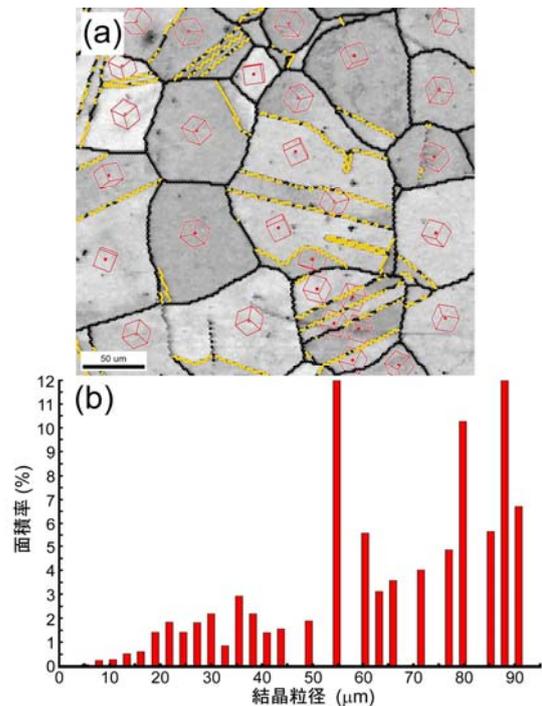


図 1 ニッケル基超合金の EBSD 解析例：(a) Image Quality マップ (黒線：粒界、黄線：双晶粒界、赤色格子：解析点の結晶格子の向き)、(b) 粒径分布図

また、結晶が向いている方向 (結晶方位) に基づく立方体を各結晶粒に描写させることもでき、双晶関係などを視覚的に理解する一助となっています。以上の解析は、これまででも可能でしたが、FE-SEM-EBSD を利用すると測定時間が大幅に短縮でき、効率よく解析を進めることが可能です。

結晶方位解析

図 2 は、アルミニウム合金板の引張変形前後における、引張方向に平行な切断面の EBSD 測定結果です。図 2(a) は結晶方位を色で表示した逆極点図マップ、(b) は結晶粒内における解析点間の方位差を平均化した方位差マップです (上下方向：板厚方向、横方向：引張方向)。方位差マップはひずみの一種として定義でき、変形後はひずみが増大していることが

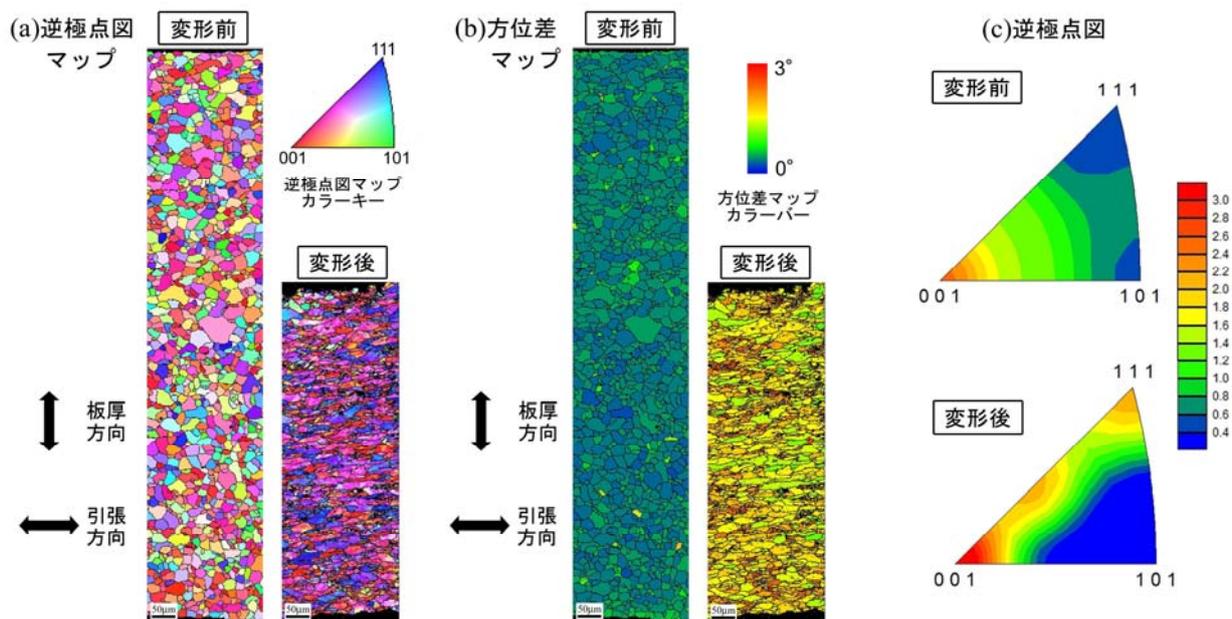


図2 アルミニウム合金板における引張変形前後のEBSD解析例：(a)逆極点図マップ、(b)方位差マップ、(c)逆極点図

わかります。また逆極点図マップからは、変形後の結晶方位が変化していることが視覚的に理解でき、この分布状態を逆極点図のカラーキー上の強度として表すこともできます(図2(c))。図2(c)より、変形後001(赤色の方位)と111(青色の方位)が強くなっていることが定量的に把握することができます。FE-SEM-EBSDでは、これまでは測定が困難であった塑性加工等によってひずみが多量に導入された材料でも解析が可能で、有用な材料開発、品質管理ツールとして期待できます。

鉄鋼の熱処理組織の解析

図3は炭素鋼を950℃から水冷後、600℃で1h焼戻した組織のEBSD測定結果です。 $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態においては、ある特定の結晶方位関係を有していることが知られています。EBSD測定結果にこの方位関係を組み込むことにより、旧 γ 結晶粒やパケット、ブロックを表示することが可能です。図3(b)の色付けされた領域は、特定の方位関係が満たされた領域、つまり一つの旧 γ 結晶粒を表し、4つの色はその結晶粒から生成した4種類のパケットを表しています。パケット内の黒線で囲まれた粒がブロックであり、一般的にいう結晶粒に相当します。逆に、色が塗られていない白い領

域は別の旧 γ 結晶粒から生成した α 相です。このように、FE-SEM-EBSDではこれまで解析が困難であった焼入れ焼戻し組織のような微細マイクロ組織を詳細に調査することも可能です。

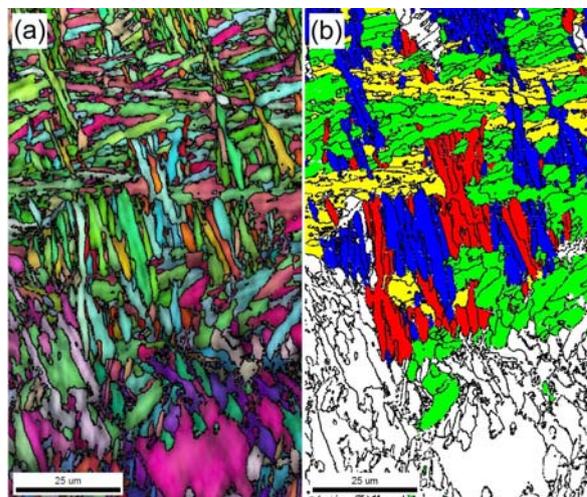


図3 炭素鋼の焼入れ焼戻し組織のEBSD解析例：(a)逆極点図マップ、(b) $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態における組織学的方位関係を満足した領域を描写した結果

おわりに

SEMや検出器、解析ソフトの性能向上により、解析速度・解析精度は数年前よりも劇的に上がっています。上記以外にも様々な解析が可能ですので、詳細は担当職員にお問い合わせください。

作成者 金属材料科 田中 努、内田 壮平、平田 智丈
 Phone:0725-51-2654(田中), 2705(内田), 2695(平田)
 発行日 2016年3月8日