

走査型電子顕微鏡内ナノファクトリーによる

塑性変形挙動の階層的4D解析

鹿児島大学大学院理工学研究科

教授 足立吉隆

(平成 21 年度一般研究開発助成 AF-2009015)

キーワード：3D4D, その場測定, 鉄鋼材料

1. 研究の目的と背景

塑性加工プロセスの最適化を図るにあたり、金属材料の変形中の弾性ひずみ、塑性ひずみ、結晶方位変化、すべり線の発達挙動を、任意の方向から、任意の倍率で、任意の時間に実験的に評価することは理想的な組織評価であり大変有益である。これを実現すべく応募者らは近年、中性子線回折および電子線後方散乱法(EBSD)を用いて、金属材

料の塑性変形挙動を①高温・室温変形中にその場測定し(図1)、②得られた組織を三次元可視化し(図2, 3)、③マクロ・ミクロ・ナノ組織の階層性を評価する手法を構築してきた。その場測定には独自技術を盛り込んだ(高温)引っ張りステージを開発し、中性子線回折装置や、EBSD装置を付設した走査型電子顕微鏡(SEM)内で変形挙動(すべり線の発達挙動、方位変化、塑性ひずみ量)が高時分割できるシステムをすでに構築している。組織の三次元可視化には、収束電子線ビームや機械研磨で金属組織を連続研磨(シリアルセクション)し、同一視野を連続観察し得た像を、コンピュータトモグラフィーの手法で三次元再構築する要素技術を構築してきた。

この階層的4D解析(4D:3Dと時間軸)手法を適用して、これまで基礎的には金属材料(特に鉄鋼材料)の塑性変形挙動の素過程を一層定量的に解明する研究を、応用面では特定形状への成形時の変形挙動を実験的に定量評価する研究に取り組んでいる。これまで実験手法として構築されてきた階層的4D解析に、いま求められている課題は、①得られた3D像の定量評価と、②変形・熱処理中の金属組織の発達挙動をフェーズフィールド法/有限要素法などのモデリング手法と連係して解明することである。両者に必要な実験データとして、金属組織の3D像上に平均曲率¹、ガウス曲率²、結晶方位、塑性ひずみ、弾性ひずみを重ねて示す手法の確立が待たれている。そこで本研究では、コンピュータ上で再構築された3D像上へ特性値(塑性ひずみやガウス曲率)をマッピング表示するグラフィックス

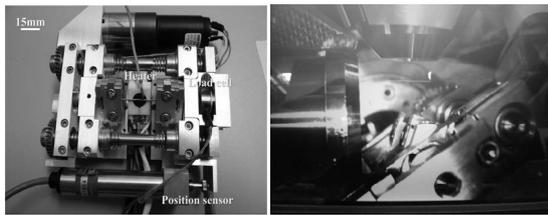


図1 EBSD内高温変形ステージ

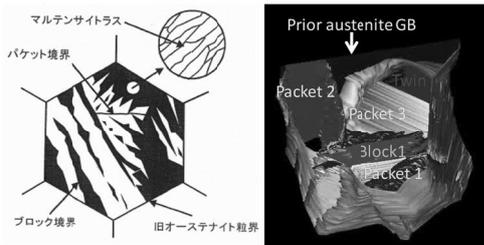


図2 ラスマルテンサイト組織

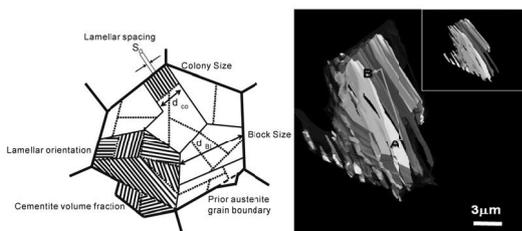


図3 パーライト組織

¹ 局所的な部位の最大曲率と最小曲率の平均値。

² 局所的な部位の最大曲率と最小曲率の積。組織の“しわしわ度”、“入り組み度”が評価できる。

手法を検討する。

2. 実験方法

材料組織の3D像は、FIB銃を備えたデュアルビームSEMあるいは独自開発した全自動シリアルセクションング3D顕微鏡(Genus_3D)を用いて、一定量の研磨と観察を繰り返してシリアルセクションング像を取得し、それを3D可視化ソフトAVIZO fireを用いて再構築することにより得た。形態の定量化は、位相幾何学および微分幾何学に基づき行った。詳細は参考資料(1)を参照していただきたい。光学顕微鏡3D像あるいは走査型電子顕微鏡3D像と、結晶方位やひずみの情報を有する電子線後方散乱法像(EBSD)の融合(fusionあるいはmerge)が望まれ、その処理にもAVIZO fireを用いた。

供試材としては低炭素マルテンサイト鋼、フェライト-マルテンサイト二相鋼(DP鋼)、Ni-Cr合金、SUS304オーステナイト系ステンレス鋼を用いた。

3. 実験結果

3.1 ラスマルテンサイト

全自動シリアルセクションング3D顕微鏡Genus_3Dを用いて得たラスマルテンサイト組織形態の3D像を図4に示す。ここでは最後のセクションにEBSD測定した結果も融合して示している。これにより、マルテンサイトブロックあるいはパケットの3D形態に加えて結晶学的情報も得ることができる。さらには、界面の垂直方向の結晶方位についても解析することが可能になる(図5)。すなわち、3D形態像から界面の垂直方向のベクトルを試料座標系で得たのち、それをEBSD情報から結晶座標系に座標変換し、さらにその結晶方位を色で表示できるようにRGBで表される色座標系に座標変換する。このように、3D形態像に1枚のEBSD像を融合することにより、形態の特徴値に加えて、組織および界面の結晶学的な特徴を解析することが可能になる。

3.2 DP鋼

二相組織鋼の変形挙動は硬質相であるマルテンサイト相の体積率だけでなく、その形態によっても異なることが知られている。そこで、DP鋼中(組成: 0.15C-0.10Si-



図4 ラスマルテンサイトの3D像とEBSD像の融合

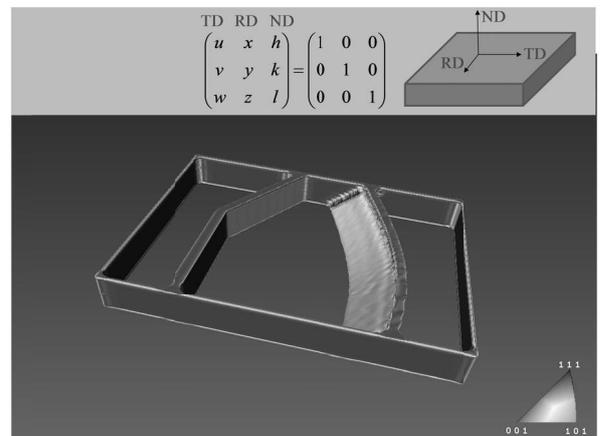


図5 界面の結晶方位の解析

1.00Mn- 0.011P- 0.0048S- 0.86Ni- 0.76Cr- 0.25Mo- 0.0026t-Al- bal.Fe (mass%)) のマルテンサイト相の3D形態を定量評価した。熱処理条件はオーステナイトとフェライトの二相域である750°Cで30分間の熱処理後、空冷した。ここでは、マルテンサイト相の連結性と曲率に注目して、その形態を定量評価した。

図6はDP鋼中のマルテンサイト(上段)とフェライト(下段)の3D組織像である。この3Dマルテンサイト像の平均曲率(H)とガウス曲率(K)を3D像を構成するメッシュすべてにわたって計測し、それを確率密度プロットで表示した結果が図7である。これより主要な形態成分の解析が可能である。さらには、図8に3Dマルテンサイト像の位相幾何学的特徴値であるhandle数、void数、body数、genus数を評価した結果を示す。熱処理温度によって、特にvoid数が増加しており、これはマルテンサイトによって囲まれたフェライトの数が増加していることを意味している。すなわち、組織の連結性が変化していることを定量的に評価

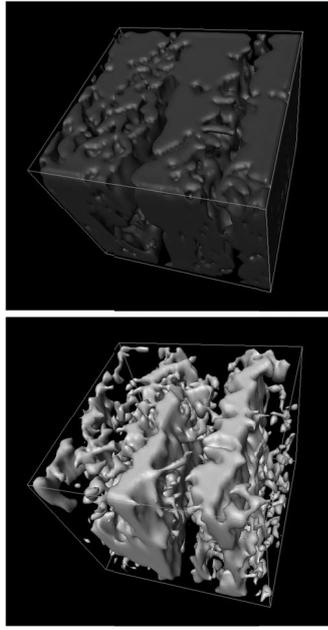


図6 DP鋼組織の3D像

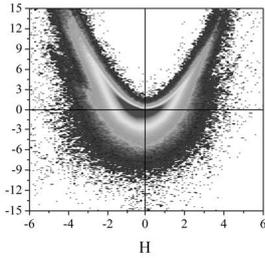
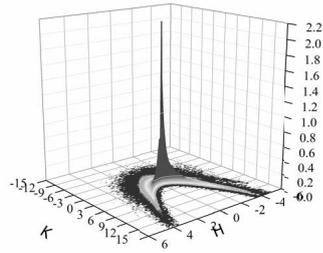


図7 H-K 曲率プロット

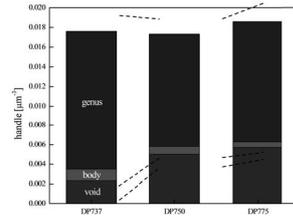


図8 位相幾何学特徴の評価

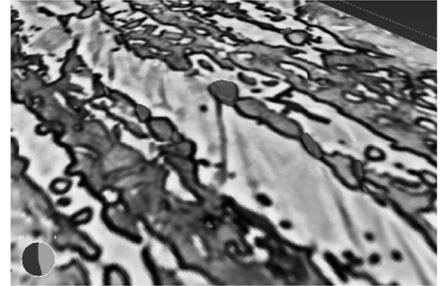


図9 DP鋼における一次ボイドの生成部位を示す3D像

することが可能である。

また引っ張り変形後の破断面近傍組織を3D観察することにより、ボイドの優先生成部位を示すことが可能である。ここでは、ボイドと組織を識別するために、エッチング前に一度組織観察を行いボイドを同定した後、エッチング後に再度同じ部位を観察することによって組織を撮影する。この作業を全セクションにわたって実施し、ボイドの3Dと組織の3D像を得る。そして最終的にコンピューター上でその2種類の3D像を融合することによってボイドの優先生成サイトを同定している。

3.3 Ni-Cr 合金

鉄鋼材料でオーステナイト相からフェライト相が優先的に生成するのは結晶粒界である。そこでフェライトの核生成挙動を理解することが重要となる。ところが低炭素鋼では冷却時にオーステナイトはマルテンサイトになってしまうため、オーステナイトとフェライトを同時に観察評価することはできない。そこで、オーステナイトの結晶構造であるfcc相とフェライトの結晶構造であるbcc相が共存するNi-43Cr合金をモデル合金として用いて、オーステナイト粒界からのフェライト相の核生成挙動を調査した(図10)。特に、粒界析出bcc相の曲率と母相との結晶方位関係の関係について現在解析を進めている。

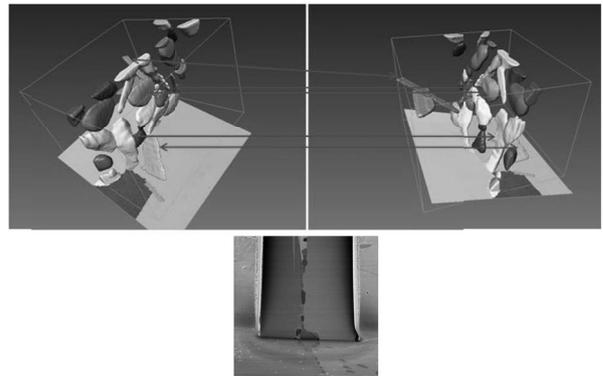


図10 fcc 粒界面に析出した bcc 相の形態と結晶学的特徴(FIB-SEM 像と EBSD 像の融合)

3.4 SUS304 鋼

ステンレス鋼の応力腐食割れ(SCC)は原子炉内において生じる深刻な破壊であり、一層その機構の解明を通じた対策が求められている。本研究では、SCC 亀裂経路の同定を3D観察とEBSD解析の融合により行った。図11に示すように亀裂の3D像とあるセクションにおけるEBSD像を融合することにより、主亀裂の優先伝播経路が明確にわかる。

4. 結言

3D像とEBSD像の融合により、組織形態の3D可視化に加えて、結晶学情報やひずみの分布との関連が定量解析できるようになった。今後は、光学顕微鏡3D像の取得と、EBSD

像の取得を、効率よく、同じ視野で出来るようにするさらなる工夫が必要と思われる。

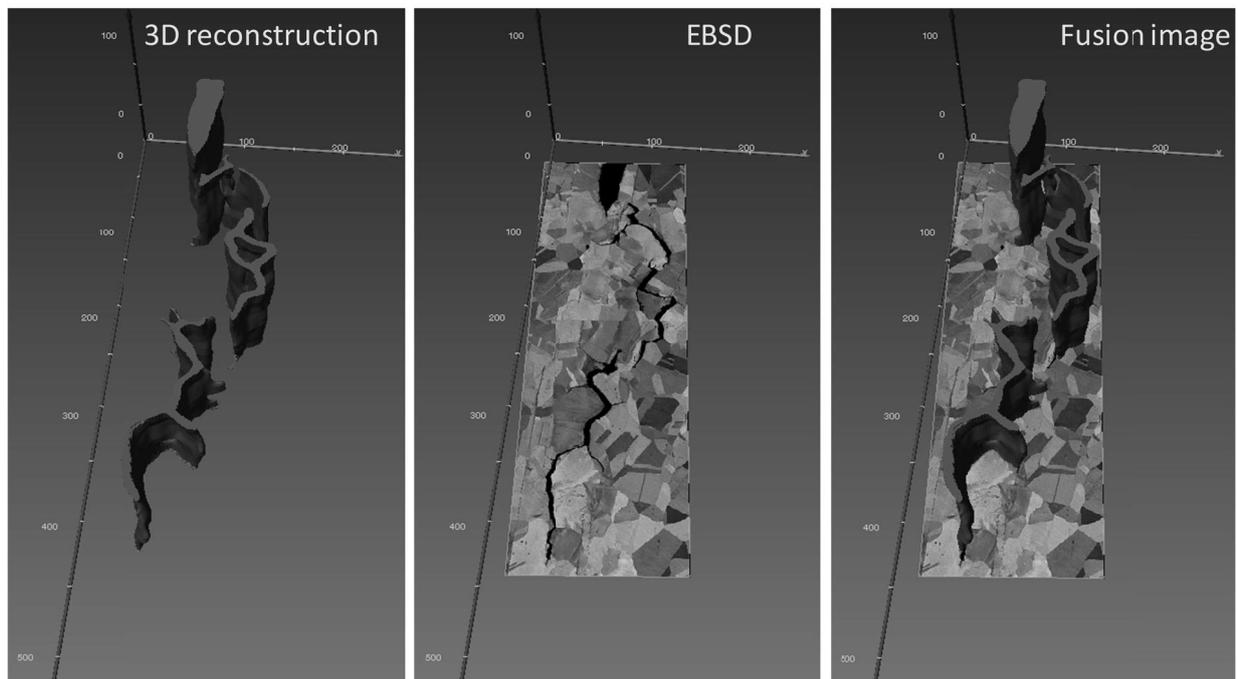


図 11 SCC 亀裂の 3D 像と EBSD 像の融合による優先亀裂伝播経路の同定

謝辞

本研究の遂行に多大なるご支援をいただいた公益財団法人天田財団に深く感謝致します。

参考文献

(1) 足立吉隆, コンピューター支援 3D 計量形態学, 軽金属, Vol. 61, pp. 78-84 (2011).