

SEM-EBSD 分析から得られる KAM 値と 相当塑性ひずみとの関係の定式化

成蹊大学 理工学部 システムデザイン学科
教授 酒井 孝

(2019 年度 一般研究開発助成 AF-2019021-B3)

キーワード：SEM-EBSD, 集合組織, KAM

1. 研究の背景と目的

EBSD 分析では正極点図や逆極点図など各種方法で結晶方位マップを表示できるだけでなく、OIM (Orientation Imaging Microscopy : 結晶方位イメージ像) 解析ソフトと組み合わせることにより、集合組織のさらなる定量情報を得ることができる。このひとつに KAM (Kernel Average Misorientation : 隣接方位差) がある^{1),2)}。KAM は加工によって結晶粒内に導入された転位密度の分布を表すとされており (結晶塑性論において GN (幾何学的必要) 転位と SS (統計的蓄積) 転位とを区別する場合は GN 転位のこと)、転位密度の分布は材料に付加されるひずみ量と比例する。したがって、材料が塑性加工された時の相当ひずみ量の大小を調べる場合に、この KAM 値で表すのが有用である^{3),4)}。しかし KAM 値は隣接方位差を示すだけで、物理量である相当塑性ひずみとの対の関係性はわかっていない。もし KAM 値と相当塑性ひずみとの関係が定式化されて明らかになれば、塑性加工において導入された任意の場所の相当塑性ひずみが定量的に把握できることになる。

そこで本研究の目的を、(1) KAM 値と相当塑性ひずみの定式化、すなわち SEM-EBSD 分析と OIM 解析から得られた KAM 値を、物理量を持つ相当塑性ひずみに換算すること。(2) KAM 値は SEM-EBSD 分析の測定点間隔 (Step 数) に依存することがわかっているため、この変化についても確認すること、の 2 点とした。

2. 供試材および実験方法

本研究では、供試材として純アルミニウム A1070 (FCC 格子) と一般構造用圧延鋼材 SS400 (BCC 格子) を用いた。A1070 は H (加工硬化) 材として納品されたため、345℃、1 時間の条件で焼鈍処理を施して O (焼鈍し) 材を製作した。両材料ともに図 1 に示すように、長さ 1500mm の直径 10mm の丸棒から、引張試験片として 220mm を切り出した。縦ひずみ測定用 (20%)、横ひずみ測定用 (5%) のそれぞれのひずみゲージを貼付した引張試験片に対して、ストローク速度 2.5mm/min (A1070)、5.0mm/min (SS400) の条件で引張試験を行った。相当塑性ひずみと KAM の関係を定式化するために、縦ひずみと横ひずみの絶対値の和が 5%、10%、15%、20%、25%、30% になるように相当塑性ひずみを付加した試料をそれぞれ製作した。

また、引張応力によりひずみを付加した後にこの中央部の 20mm を SEM-EBSD 観察用に切り出した。SEM-EBSD 観察するにあたって、試料表面をクロスセクションポリッシュ・IB-19530CP を用いたリオンミリング法にて、表 1 の条件で精密研磨した。SEM-EBSD の測定箇所は、試料表面 90 μm ×230 μm の範囲で、観察倍率は全て 500 倍とした。SEM-EBSD による走査点の測定間隔を示す Step 数は、国内外の KAM を用いた評価で多く使用されていた 0.5 μm 、1.0 μm 、1.5 μm の 3 種類とした。このようにして作成した EBSD 画像に対して OIM ver. 8 を用いて IPF (Inverse Pole Figure・逆極点図) マップ、および KAM 値を評価した。KAM 値は 0° から最大 4.9° までの分布として表示した。

3. 解析結果および考察

3.1 引張試験結果

A1070 の引張試験結果に対して、図 2 に応力-ひずみ線図と、表 2 に 5%、10%、15%、20%、25%、30% の相当塑性ひずみを付加した引張試験の結果を示す。SS400 に対す

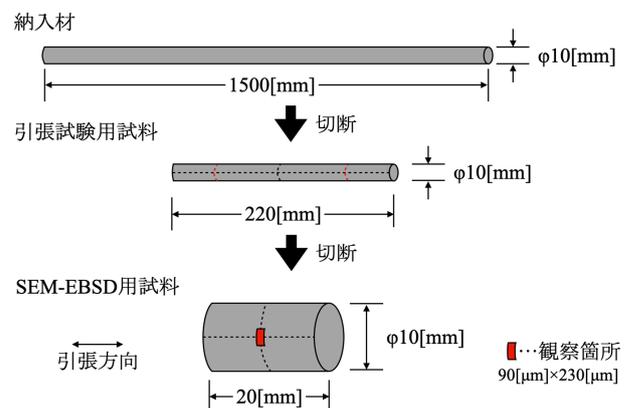


図 1 引張試験片と SEM-EBSD 観察用試験片の切り出し

表 1 イオンミリング法での研磨条件

材料	A1070	SS400
加速電圧[kV]	6.0	6.0
ガス流量[sccm]	4.2	4.2
研磨時間[h]	6	2
研磨速度[$\mu\text{m}/\text{h}$]	100	100
使用雰囲気気体種別	アルゴンガス	アルゴンガス
研磨角度[°]	80	80

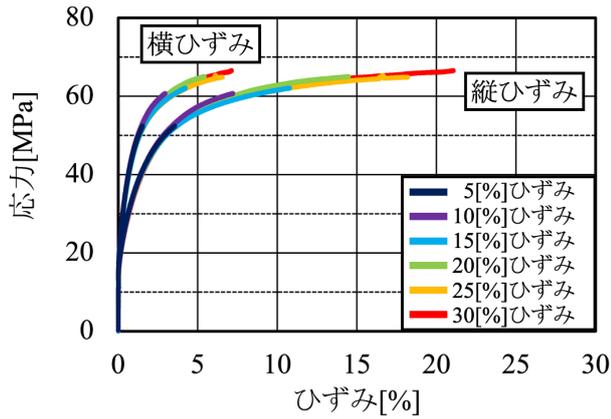


図2 A1070に対する応力-ひずみ線図

表2 A1070の引張試験結果

相当塑性ひずみ[%]		5.17	11.13	16.32	21.52	27.52	34.18	68.0 (破断)
縦ひずみ	縦方向伸び[mm]	2.83	6.03	8.94	11.96	15.14	19.49	41.13
	縦ひずみ ϵ_y [%]	3.57	7.62	11.20	15.11	19.10	24.33	51.79
横ひずみ	横方向縮み[mm]	0.16	0.35	0.51	0.64	0.84	0.98	1.61
	横ひずみ ϵ_x [%]	1.60	3.51	5.12	6.41	8.42	9.85	16.16

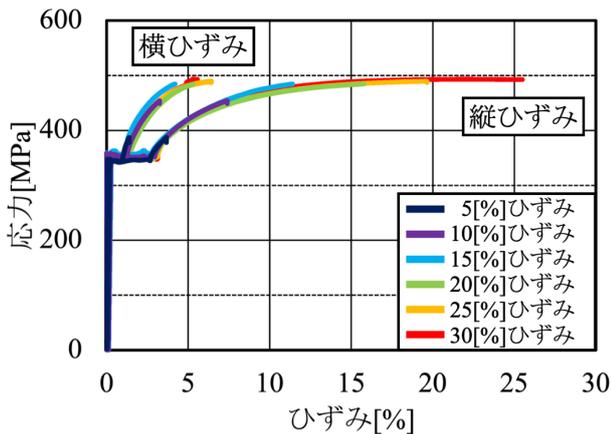


図3 SS400に対する応力-ひずみ線図

表3 SS400の引張試験結果

縦ひずみ ϵ_y [%]	横ひずみ ϵ_x [%]	相当塑性ひずみ[%]
3.46	1.31	4.77
7.08	3.18	10.26
11.12	4.14	15.26
15.53	5.26	20.79
19.39	6.37	25.76
25.31	5.24	30.55

同様の結果を図3と表3に示す。応力-ひずみ線図から弾性変形分は除外して、縦ひずみと横ひずみの相当塑性ひずみの和がおおよそ5%, 10%, 15%, 20%, 25%, 30%を付加した試験片を製作した。

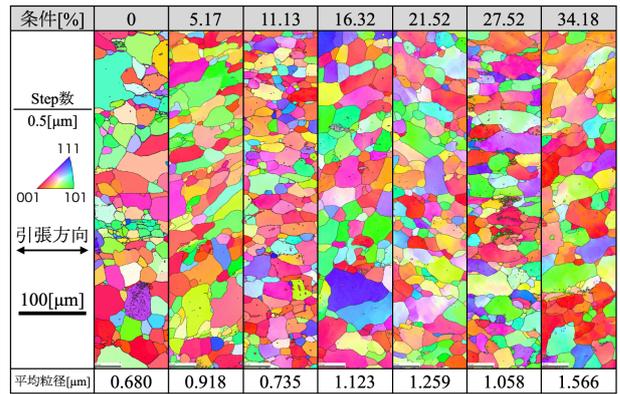


図4 相当塑性ひずみを付加したA1070のIPFマップ

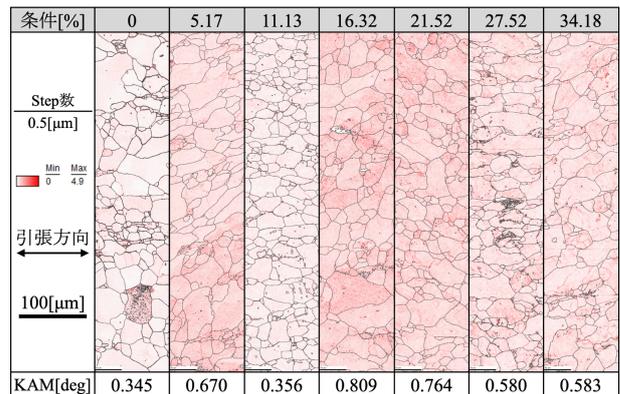


図5 相当塑性ひずみを付加したA1070のKAMマップ

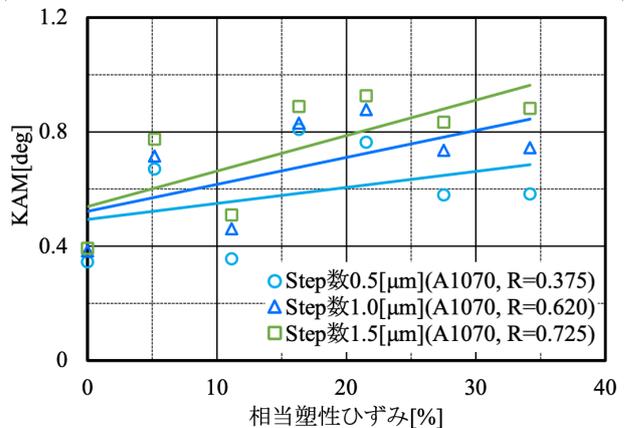


図6 A1070のKAM値と相当塑性ひずみとの関係

3・2 IPFマップおよびKAMマップによる評価

IPFマップの観察は試料側面に対して行い、試料の長さ方向について中心部を観察した。図4にA1070のStep数0.5 μm における、納入材および相当塑性ひずみを付加した試料に対するIPFマップを示す。同様にStep数1.0 μm および1.5 μm とした場合の調査も行った(図の見た目が図4とほとんど変わらないので表示は省略する)。これらの図に対するIPFマップの観察から、ひずみの増加にともなう規則的な結晶方位の変化は見られなかった。またStep数の変化にともなうIPFマップの観察結果にも大きな変化は見られなかった。図5に、図4と同一観察箇所に対する

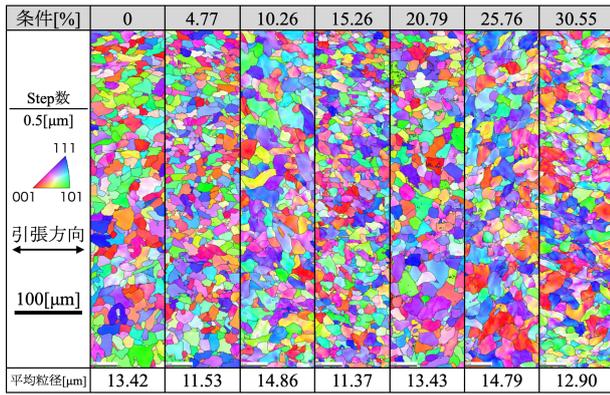


図7 相当塑性ひずみを付加したSS400のIPFマップ

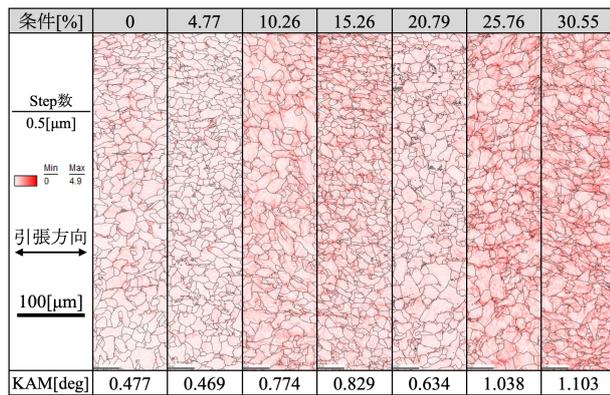


図8 相当塑性ひずみを付加したSS400のKAMマップ

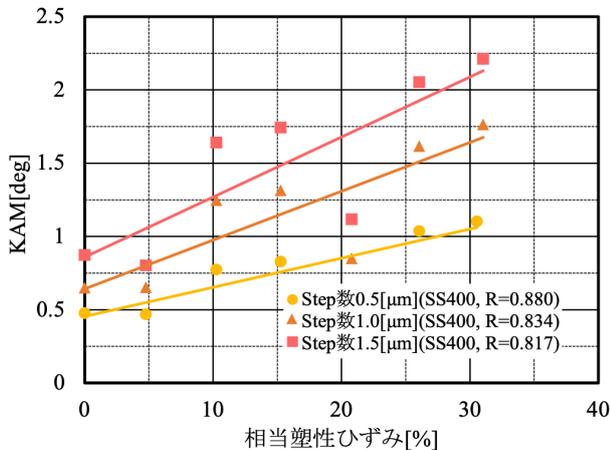


図9 SS400のKAM値と相当塑性ひずみとの関係

Step数0.5μmにおけるKAMマップの観察結果を示す。IPF同様に、Step数1.0μmおよび1.5μmとした場合のKAMマップも求めた。図の下部に平均のKAM値を示している。全てのStep数条件について、ひずみの増加にともなってKAMの値が増加した。さらにStep数の増加にともないKAMの値も増加した。

図6にA1070に対してKAMと相当塑性ひずみの関係を示した。KAMと相当塑性ひずみの間には正の相関があり、Step数が大きいほどKAMの値も大きくなった。図よりKAMと相当塑性ひずみの関係を直線近似して定式化し、Step数0.5μmで $KAM_{ave}=0.0056\varepsilon+0.4935^\circ$ 、Step数

1.0μmで $KAM_{ave}=0.0095\varepsilon+0.522^\circ$ 、Step数1.5μmで $KAM_{ave}=0.0124\varepsilon+0.5384^\circ$ の関係式を得た。

A1070の評価と同様に、SS400に対するStep数0.5μmにおけるIPFマップとKAMマップをそれぞれ図7、図8に示す。A1070同様に、SS400においてもひずみの増加にともなってKAMの値が増加した。さらにStep数の増加にともないKAMの値も増加した。これらの傾向は両材料で同様であった。結晶粒径の違いはあるものの、結晶格子型が異なる両材料のともに焼鈍し、相当塑性ひずみの付加による集合組織形成の特徴やKAMにおける転位密度の導入に関して、今回測定した範囲内(相当塑性ひずみの付加量、SEM-EBSDの観察倍率)では差異はなかった。図9にSS400に対するKAMと相当塑性ひずみの関係を示した。SS400でもA1070と同様に、KAMと相当塑性ひずみの間には正の相関があり、Step数が大きいほどKAM値も大きくなった。KAMと相当塑性ひずみの関係を直線近似して定式化し、Step数0.5μmで $KAM_{ave}=0.0198\varepsilon+0.4553^\circ$ 、Step数1.0μmで $KAM_{ave}=0.0333\varepsilon+0.6426^\circ$ 、Step数1.5μmで $KAM_{ave}=0.0409\varepsilon+0.8596^\circ$ の関係式を得た。

以上のように、KAMはStep数の変化に依存して値が異なることがわかる。これは材料に相当塑性ひずみを付加した時の結晶粒界近傍の転位密度と、その材料の平均結晶粒径、さらにはStep数に相関がある。本研究ではそれらの関係性まで調査および言及できなかったため、さらなる展開が必要であろう。今後、様々な材料や塑性加工法に対してKAMによるひずみの評価が行われることが予想される。本研究で得られた関係式がそのような場面での定量評価で使用されることを切に願っている。

4. 結言

本研究では、KAM値と相当塑性ひずみの関係の定式化を目標として、A1070とSS400に対して引張試験による相当塑性ひずみの導入と、その後のSEM-EBSD観察およびOIMによるKAM値評価を行った。今回得られた結果は以下のとおりである。

- (1) 引張試験より、縦ひずみと横ひずみの和がおおよそ5%、10%、15%、20%、25%、30%の相当塑性ひずみを付加した試験片を製作した。
- (2) A1070、SS400ともに、ひずみの増加にともなう規則的な結晶の変化は見られなかった。またStep数の変化にともなうIPマップの観察結果にも大きな変化は見られなかった。
- (3) A1070に対して、Step数0.5μmで $KAM_{ave}=0.0056\varepsilon+0.4935^\circ$ 、Step数1.0μmで $KAM_{ave}=0.0095\varepsilon+0.522^\circ$ 、Step数1.5μmで $KAM_{ave}=0.0124\varepsilon+0.5384^\circ$ の関係式を得た。
- (4) SS400に対して、Step数0.5μmで $KAM_{ave}=0.0198\varepsilon+0.4553^\circ$ 、Step数1.0μmで $KAM_{ave}=0.0333\varepsilon+0.6426^\circ$ 、Step数1.5μmで $KAM_{ave}=0.0409\varepsilon+0.8596^\circ$ の関係式を得た。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団の2019年度一般研究開発助成（AF-2019021-B3）を受けて行われた。天田財団の関係者の皆様、ならびに本研究に関わった研究室学生の皆さんに深く感謝の意を表す。

参考文献

- 1) 鈴木清一：軽金属, 66-11 (2016), 566.
- 2) Rickard R. Shen and Pal Efsing : Ultramicroscopy, 184 (2018), 156.
- 3) 酒井孝・大野尚翔・黄河・金英俊・小俣均：塑性と加工, 63-735 (2022), 47.
- 4) 河村伸義・酒井孝・黄河・金英俊・小俣均：塑性と加工, 61-708 (2020), 27