

技術論文

EBSD解析による鋼のミクロ組織変化のその場観察

in-situ Observation of the Microstructure Changes in Steel by EBSD

脇 田 昌 幸*
Masayuki WAKITA鈴 木 清 一
Seiichi SUZUKI

抄 録

加工や熱処理に伴う鋼のミクロ組織変化をその場観察する技術として in-situ EBSD 解析に着目し、引張り変形ステージおよび加熱ステージを導入した。引張り in-situ EBSD 解析から、SUS304 鋼の変形挙動として粒内に形成される小角粒界の増加と粒界近傍の KAM 値の増加が観察された。また加熱中の Ti や鋼の変態挙動のその場観察から、加熱により生じた変態相と母相との間には、バーガースの関係や K-S 関係といった特定の方位関係が成り立っていることを確認した。

Abstract

As in-situ observation method of changes in the microstructure of the steel due to the deformation and heat treatment, in the present study, we focused on the in-situ EBSD analysis, and we introduced a tensile deformation stage and heating stage respectively. Results of the tensile in-situ EBSD analysis, deformation behavior of SUS304 were observed by an increase of both low angle boundaries in the grains and KAM value near the grain boundary. From the in-situ observation of the transformation behavior of Ti and steel by heating, it was confirmed that the specific orientation relationship such as Burgers relationship and K-S relationship were established between the transformation phase and the matrix phase.

1. 緒 言

鉄鋼材料は組成や製造工程に起因して、大なり小なり集合組織を有する。そのため材料特性（強度、延性、韌性、磁気特性、等）の異方性を議論する上で、集合組織の評価が重要となる。鉄鋼研究では従来、X 線回折法による集合組織解析（例えば Schulz の反射法を用いた正極点図測定）が一般的に用いられてきたが、X 線回折法では平均的な集合組織の評価が行える反面、結晶粒個々の方位解析や局所領域の集合組織解析は困難である。高性能、高機能な鉄鋼材料を開発するためには精緻なミクロ組織制御が不可欠であり、そのミクロ組織を高度に解析する分析技術が重要となる。電子線後方散乱回折（EBSD）法¹⁾は、多結晶材の基本的組織情報である“材料を構成する結晶粒個々の向き（結晶方位）”をミクロ・ナノスケールで解析できる分析技術である。

最近、EBSD 法による組織解析の応用として、その場観察から変形特性や組織形成機構を解明する技術がいくつか報告されている²⁻⁶⁾。鉄鋼研究において加工や熱処理による

ミクロ組織変化を解明することは極めて重要であるが、加工や熱処理前後の組織を比較して変化を類推しているのが現状である。鋼のミクロ組織変化をその場で観察、評価することができれば、高機能発現のための理想組織の解明や新たな製品開発が可能になると期待される。本研究では、その場観察・評価技術として導入した走査電子顕微鏡（SEM）用ステージの概要と、変形および加熱による鉄鋼材料のミクロ組織変化のその場観察例について報告する。

2. 引張り in-situ EBSD 解析

2.1 引張りステージ

図 1 に引張りステージの外観写真を示す。最大引張り荷重は 2500N であり、例えば平行部の断面積が 2mm² の試験片であれば、引張り強度 1200MPa 程度の材料評価が可能である。試験片の平行部は長さ 10mm、幅 2mm が標準であるが、材料の強度や延性に合わせて任意のサイズに変更可能である。また試験片は通常の EBSD 解析と同様に、鏡面研磨後に電解研磨やコロイダルシリカ研磨によって表層の加工歪みを除去しておく必要がある。前述したように

* 先端技術研究所 基盤メタラジー研究部 主幹研究員 兵庫県尼崎市扶桑町 1-8 〒660-0891

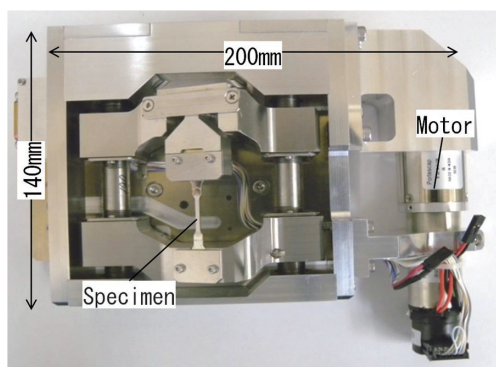


図1 引張りステージの外観写真
Photograph of the tensile stage

最大引張り荷重が2500Nであるので、材料強度によるが板厚1mm程度での評価が可能であり、試験片の研磨や取り扱いが容易である。

EBSD解析では試験片を70度に傾斜して検出器に正対させる必要があるが、本ステージでは20度傾斜した状態で試験片を取り付けてSEMの試料ステージに搭載した後に50度傾けて合計70度とする。本ステージは両側から均等に变形させる機構であるため、EBSD解析の視野が变形によって移動しにくい点が特長である。また引張り荷重と変位量は外部出力され、荷重-変位曲線を見ながら変形を途中で停止することが可能である。引張り in-situ EBSD 解析では、解析している領域が必ずしも意図した変形をしない可能性がある。平行部全面が均一変形しやすい材料ではあまり問題とならないが、例えば超微細粒鋼のように変形帯が伝播し難い材料ではEBSD解析部が均一変形するよう、試験片の平行部長さを短くしたり切り欠きをつける等の工夫が必要となる。

図2に引張りステージのクロスヘッド速度の変化を示す。変形開始から破断に至るまで一定の速度で制御できていることが分かる。本試験でのクロスヘッドの平均移動速度は $8.8\mu\text{m}/\text{秒}$ (約 $0.5\text{mm}/\text{分}$)であるが、本ステージでは $1\mu\text{m}/\text{秒}$ 以下の制御が可能であることを確認している。

2.2 SUS304 の引張り in-situ EBSD 解析

SUS304 を用いて引張り変形下での in-situ EBSD 解析を実施した。まず引張り変形前に平行部中央付近の $200\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$ 領域を $1.5\mu\text{m}$ ステップでEBSD解析し、引張り変形後に同じ視野を同一条件で解析した。変位量は降伏直後から約 $100\mu\text{m}$ 間隔で制御し、更に高変形域($1700\mu\text{m}$, $3200\mu\text{m}$)での解析も試みた。なおEBSD解析に要した時間は6~7分/1視野であった。荷重-変位曲線(図3)において、EBSD解析中に30~50Nの荷重低下が認められたが、変形を再び開始すると元の荷重に戻った。この荷重の低下は転位の合体消滅による応力緩和と推測されるが、詳細は不明である。測定データの解析であるが、逆極点図マップ、方位差マップに加えて、KAMマップを求めた。

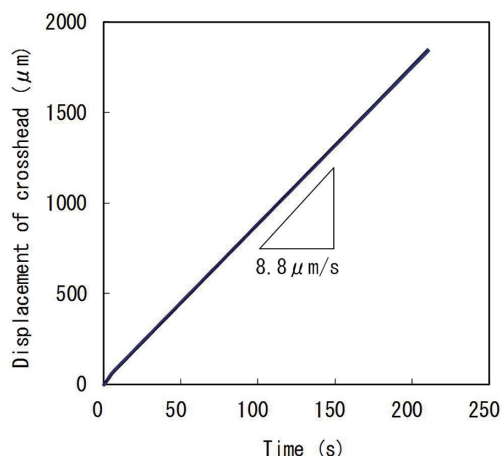


図2 引張りステージのクロスヘッド速度
Crosshead speed of the tensile stage

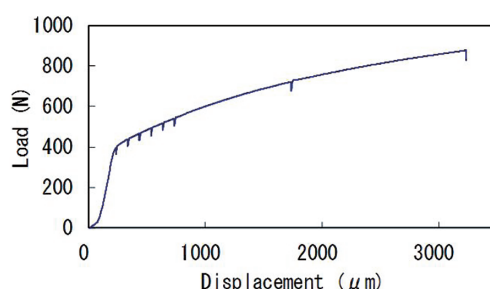


図3 SUS304 の荷重-変位曲線
Load-displacement curve of the SUS304

KAM (Kernel Average Misorientation) 値とは、注目するピクセルと隣接ピクセルとの方位差の平均値であり、微小領域の塑性ひずみ勾配を表す指標としてしばしば用いられている。

図4にEBSD解析結果を示すが、小角粒界とKAM値の増加がそれぞれ観察された。図5に変形前のKAMマップ、Schmid Factorマップと変形後のKAMマップを示す。変形前のKAMマップは概ね青で塗られており、局所的な方位変化はほとんど無い。一方、変形後のKAMマップでは、局所的にKAM値の上昇が認められる。変形後のKAM値の分布と変形前のSchmid Factorには明瞭な相関関係はなく、結晶粒径と相関関係があるように推測される。すなわち粒径の大きな部分ではKAM値は余り上昇せず、細粒部の粒界でKAM値が上昇しているように見受けられる。この結果は、粒径の大きな部分ではすべり変形によって局所的な方位変化が緩和されるが、細粒部では互いに変形が拘束され粒界部で局所的な方位変化が生じているものと理解される。

3. 加熱 in-situ EBSD 解析

3.1 加熱ステージ

図6に加熱ステージの外観写真を示す。ステージ寸法は $110\text{mm} \times 40\text{mm}$ であり、その中央付近に $5\text{mm} \times 5\text{mm}$ (厚みは $0.5 \sim 1\text{mm}$)の試料を搭載する。加熱 in-situ EBSD 解

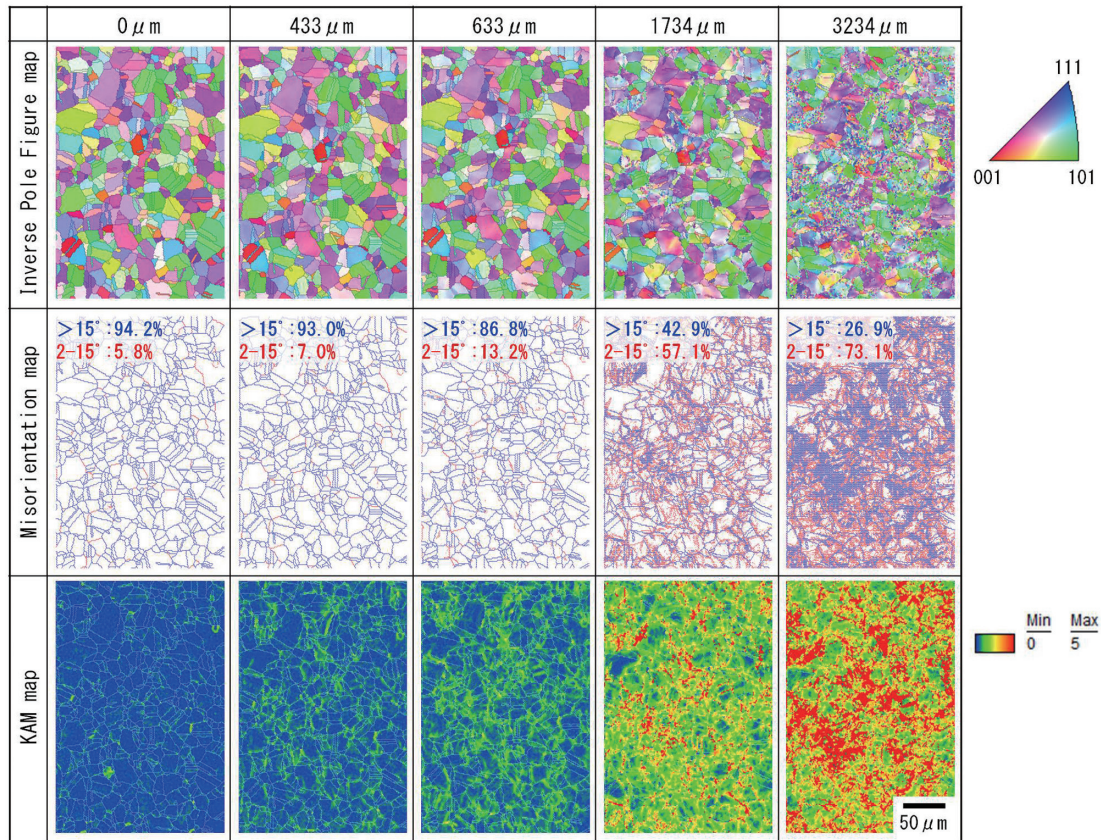


図4 SUS304 の引張り変形 in-situ EBSD 解析
in-situ EBSD analysis of the SUS304 during tensile deformation

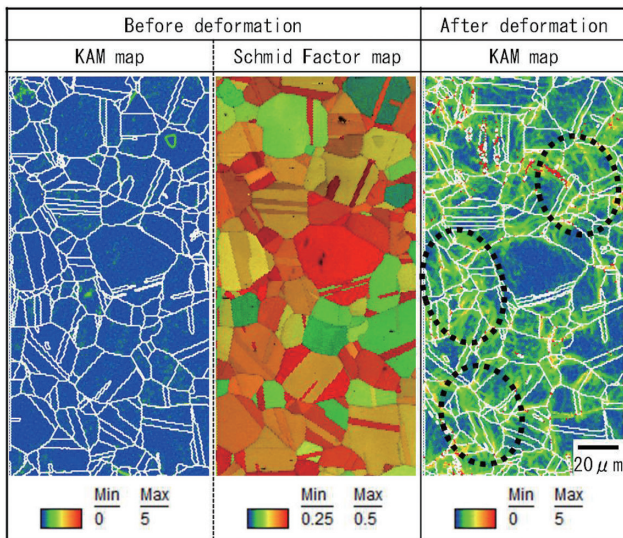


図5 引張り変形前後でのKAM マップの変化
Changes in the KAM map before and after tensile deformation

析で懸念されるのは、SEMの二次電子検出器やEBSD検出器への熱ダメージである。本研究では鋼の相変態のその場観察を目的に加熱温度の仕様を800℃以上としているため、少ない熱量で加熱できるようヒーターの固定方法が工夫されている。

次にTiを用いて加熱ステージの性能確認および変態挙動のその場観察を試みた³⁾。Tiは室温では稠密六方晶(hcp,

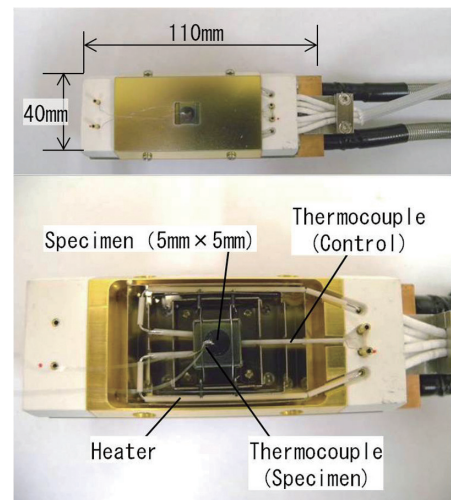


図6 加熱ステージの外観写真
Photograph of the heating stage

α 相)であるが、883℃以上で体心立方晶(bcc, β 相)に同素変態する。そこで解析領域を $300\mu\text{m} \times 600\mu\text{m}$ 、測定ステップを $4\mu\text{m}$ 、 α -Tiと β -Tiを解析相として、温度を変化させながら加熱 in-situ EBSD 解析を行った。なお1回毎の測定時間は約3分間であった。高温加熱では試料表面の汚染や酸化によるパターン鮮明度の低下、加熱により発生する赤外線の影響が危惧されたが全く問題なく、図7に示す様な鮮明な回折パターンが得られた。

図8に加熱ステージを用いた in-situ EBSD 解析結果を示

す。 α と β の相マップにおいて、920℃加熱でマップ右隅に β -Ti 粒の変態生成が確認された。 β -Ti の生成温度が変態温度 (883℃) に比べて 40℃ 程度高いが、これは測温のずれや表面であることが影響していると推測される。変態生成した β -Ti 粒は逆極点図マップから一つの方位のものが大きく粒成長している様相が伺える。その後 900℃ まで降温すると、今度は β -Ti 粒内に α -Ti 粒の変態生成が確認された。生成した α -Ti 粒はその後の温度降下に伴い、同一方位のものが粒成長した。得られた結果の妥当性について、観察された α -Ti 粒と β -Ti 粒の結晶方位関係から検討した。Ti における変態の方位関係は、高温の β 相から低温の α 相へ変態する場合に、以下のバーガース (Burgers) の関係

$$\{110\}_{\beta} // (0001)_{\alpha} \quad \langle 111 \rangle_{\beta} // [11\bar{2}0]_{\alpha}$$

が成り立つことが知られている。

そこで加熱温度 870℃ の結果について、 β 相 (図 8 中の β -Ti 粒) の結晶方位が $\{110\} \langle 111 \rangle$ となるように測定データに回転操作を加え、周囲の α 相との方位関係を調査した (図

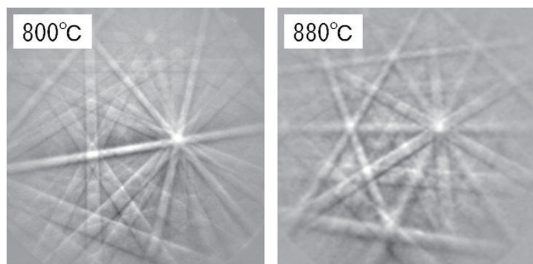


図7 800℃および880℃で得られたEBSDパターン
EBSD patterns obtained at 800℃ and 880℃

9)。変態により生成した α -1 粒の結晶方位は $(0001)[11\bar{2}0]$ から僅か 1.6° ずれた方位であり、 α -1 粒と β -1 粒の間にはバーガースの関係が成り立っていると判断できる。同様に α -2 粒の結晶方位は $(0001)[11\bar{2}0]$ から 10.1° ずれた方位であり、 α -2 粒も β -1 粒とバーガースの関係を満たして変態生成した可能性が高いと推測される。 α -1 粒は未変態で残存していた α -3 粒結晶が粒成長したようにも見受けられるが、 α -1 粒と α -3 粒の方位差は 21.8° と大きく、 α -3 粒が成長したものではないと考えられる。

EBSD 解析で得られるのは表面の方位情報であり、バルク内部の挙動とは異なっている可能性がある点には十分に留意すべきであるが、本検討から加熱ステージを用いた in-situ EBSD 解析によって、金属材料の変態挙動がかなりの精度で実測できる可能性が示された。特に本ステージでは

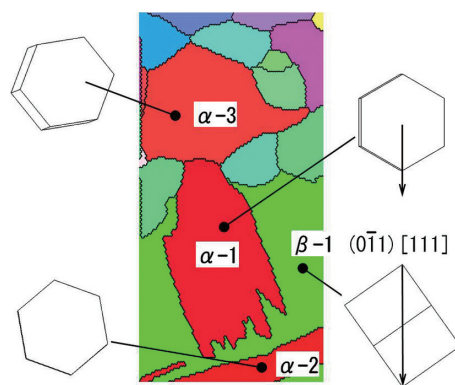


図9 870℃における α -Tiと β -Tiの結晶方位関係
Crystal orientation relationship between α -Ti and β -Ti at 870℃

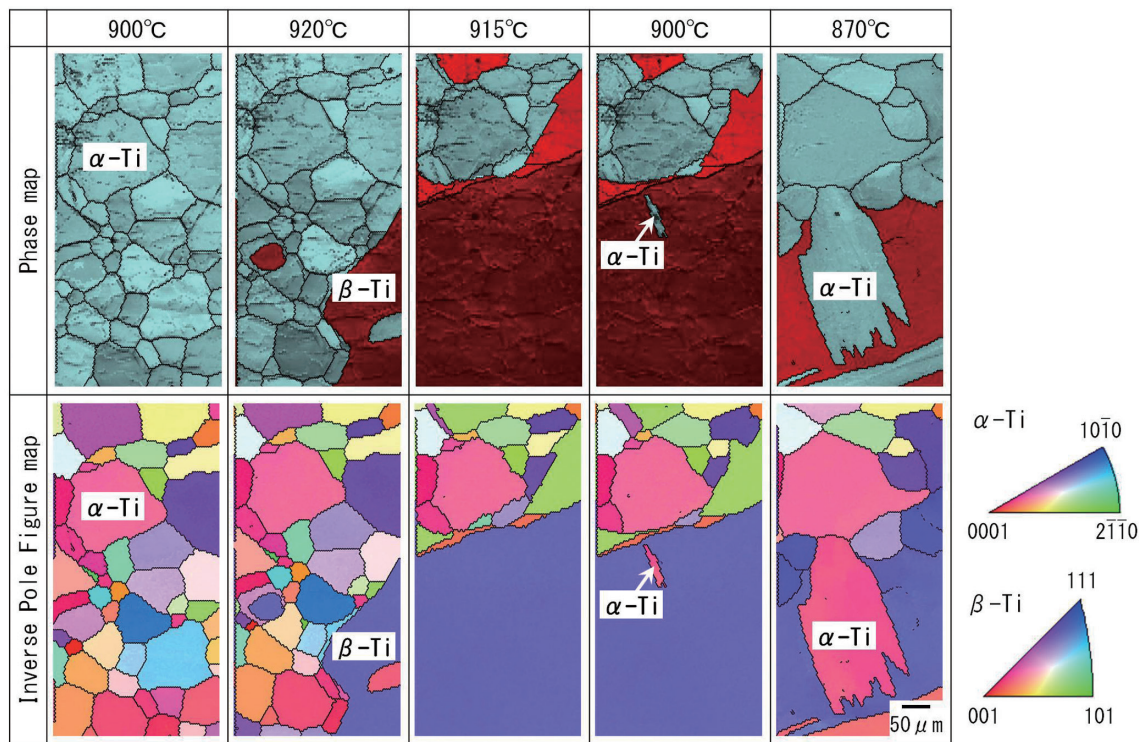


図8 加熱および冷却中のTiの α - β 変態のその場観察
in-situ observation of the α - β phase transformation of Ti during heating and cooling

900℃程度までの加熱が可能であることから、鋼の α - γ 変態挙動の実測にも十分適用可能であると期待できる。

3.2 低炭素鋼の加熱 in-situ EBSD 解析

次に加熱ステージを用いて、鋼の α - γ 変態挙動のその場観察を試みた。低炭素鋼を5mm×5mmに裁断し、鏡面研磨後、電解研磨にて表層の加工歪みを除去した。加熱ステージに搭載し300℃、500℃、700℃、800℃の昇温過程および降温後の300℃にて5分程度保持して組織を安定化した後、100 μ m×200 μ mの領域を1 μ mステップでEBSD解析した。なお1回毎の測定時間は約5分間であった。

加熱 in-situ EBSD 解析結果を図10に示す。前述したTiの試験同様、800℃加熱でも測定面の汚染等はなくEBSD解析が行えた。垂直方向で若干の試料ドリフトが認められるが、5分程度の測定時間であれば、ほぼ同視野の測定が可能であった。各温度に着目すると、300℃および500℃では明瞭なミクロ組織変化は認められないが、700℃では図10の方位差マップ中に点線で示すように、粒界移動による結晶粒成長が確認された。また800℃加熱では面積割合で2%と僅かではあるが、 γ 相の生成が確認できた。この γ 相

は800℃から300℃まで冷却すると再び消失しており、本加熱ステージによって $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ の相変態挙動が直接観察できることが明らかとなった。先のTiの相変態と同様に、鋼の α - γ 変態では、Kurdjumov-Sachs (K-S) 関係に代表される方位関係が成立することが知られている。そこで800℃加熱で測定された γ 相が周囲の α 相とK-S関係をどの程度満たしているのかを、方位データから以下の手順で評価した。

- ① 800℃加熱の解析結果から、 γ 粒周囲の α 粒の方位データ(オイラー角)を抽出
- ② α 粒の方位データをK-S関係と等価な回転行列(24通りのバリエーション)で γ の方位に変換
- ③ 実測 γ と計算 γ の方位差を全て計算し、最小となる値を算出(K-S関係からのずれ角度)
- ④ K-S関係からのずれ角度が5°以下の場合を“K-S”、5～10°の場合を“near K-S”として分類

測定された γ 粒(但し測定領域端の γ 粒は除く)について、隣接 α 粒との方位関係を求めた結果の一例を図11に示す。また得られたK-S関係からのずれ角度から結晶方位関係を分類した結果を図12に示す。周囲の α 粒とK-S関係を1

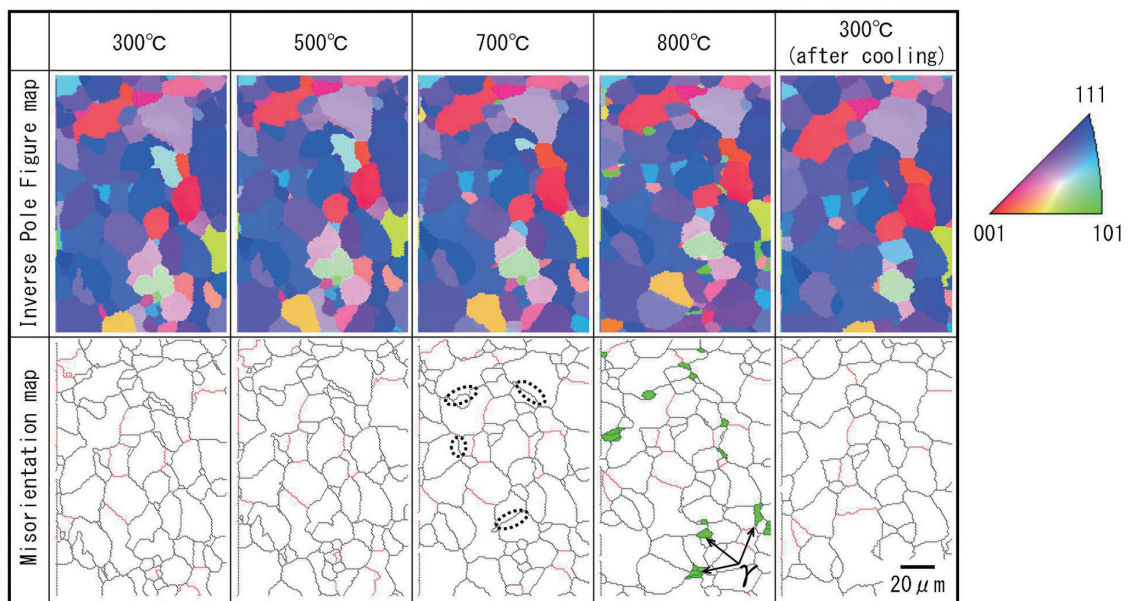


図10 加熱および冷却中の鋼の α - γ 変態のその場観察
in-situ observation of the α - γ phase transformation of steel during heating and cooling

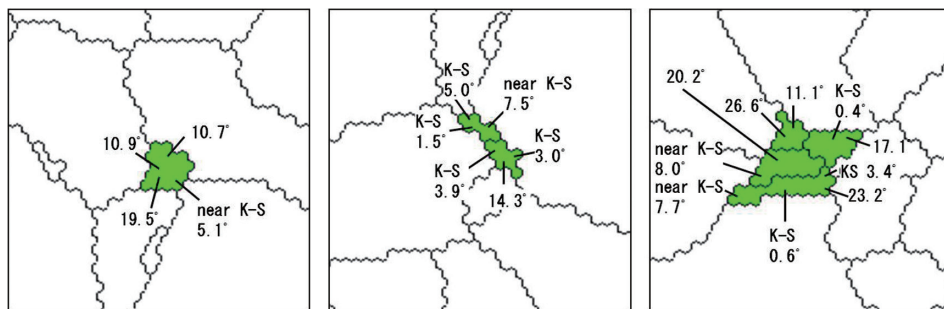


図11 800℃における α と γ の結晶方位関係
Crystal orientation relationship between α and γ grains at 800℃

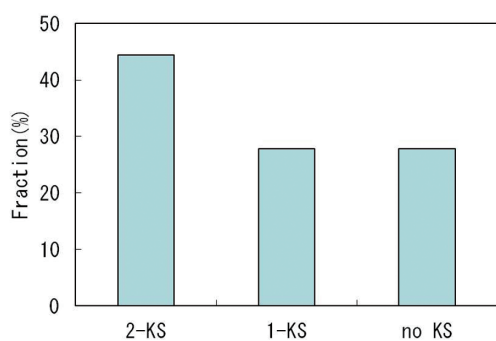


図 12 結晶方位関係の分類結果

Classification result of the crystal orientation relationship

つ以上満足する γ 粒の割合は 70% 近くあるが、その中で 2 つ以上 (2-KS) 満足して生成した γ 粒は 40% 以上であった。EBSD 解析で得られるのは自由表面かつ二次元平面の方位関係であり、内部の粒との方位関係は分からない。そのような内部の粒とも K-S 関係を有する可能性を加味すると、2 つ以上の K-S 関係を満足する割合は更に高いものと推測される。

鋼の α 相と γ 相との方位関係は、結晶の対称性のためにいくつかの等価な関係 (バリエント) があり、K-S 関係の場合は 24 通り存在する。この 24 通りの内、どのバリエントが優先的に活動するかというバリエント選択則については種々のモデルが提唱されているが⁷⁾、中でも二重 K-S 関係をバリエント選択則とした変態集合組織計算が⁸⁾、実際の集合組織と定量性も含めて良く一致することが報告されている^{8,9)}。加熱 in-situ EBSD 解析で得られた結果は、二重 K-S 関係をバリエント選択則とする妥当性を実証するものであり、今後、 γ 粒の測定数を増すことで統計的な信頼性が更に高まると期待される。

4. 結 言

加熱と引張り機能を有する 2 種の SEM 用ステージを導入し、変形および加熱中の in-situ EBSD 解析を実施した結

果、以下の点が明らかとなった。

- (1) 導入したステージにより、鋼の変形、加熱中における挙動を in-situ EBSD 解析できることが明らかとなった。引張りステージでは 1200 MPa 級の高强度材の変形測定が可能であり、加熱ステージでは 900℃ 程度までの加熱測定が可能であることを確認した。
- (2) SUS304 鋼について引張り in-situ EBSD 解析を実施した結果、SUS304 鋼の変形挙動として粒内に形成される小角粒界の増加と粒界近傍の KAM 値の増加が観察された。細粒部での KAM 値の増加は、粒径の大きな部分ではすべり変形によって局所的な方位変化が緩和され易いのに対して、細粒部では互いの変形拘束により粒界部で局所的な方位変化が生じたためと理解された。
- (3) Ti や鋼の変態挙動が加熱 in-situ EBSD 解析で評価できることが明らかとなった。加熱により生じた変態相と母相との間には、バーガースの関係や K-S 関係といった特定の方位関係が成り立っており、本加熱ステージによる解析結果が妥当であることを確認した。また鋼の $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態では二重 K-S 関係がかなりの確率で成立している可能性が示された。

参考文献

- 1) 長嶋晋一：集合組織. 東京, 丸善(株), 1984, 314p
- 2) 鈴木清一：まてりあ. 40 (7), 612 (2001)
- 3) Schwartz, A. J. et al.: Electron Backscatter Diffraction in Material Science. 2nd Edition. Springer, 2009, 251p
- 4) 鈴木清一 ほか：まてりあ. 47 (2), 72 (2008)
- 5) 鈴木清一：顕微鏡. 45 (3), 166 (2010)
- 6) Lischewski, I. et al.: Acta Materialia. 59, 1530 (2011)
- 7) 古林英一：鉄と鋼. 71 (9), 1155 (1985)
- 8) 富田俊郎 ほか：鉄と鋼. 97 (4), 230 (2011)
- 9) Tomida, T. et al.: Acta Materialia. 61, 2828 (2013)



脇田昌幸 Masayuki WAKITA
先端技術研究所 基盤メタラジー研究部
主幹研究員
兵庫県尼崎市扶桑町1-8 〒660-0891



鈴木清一 Seiichi SUZUKI
(株)TSLソリューションズ
代表取締役