

Quantification of Plastic Strain by Electron Backscatter Diffraction

Masayuki KAMAYA

1 緒 言

電子後方散乱回折 (Electron backscatter diffraction, 以後 EBSD) を用いて得られる結晶方位データを定量化して多結晶材料のマクロな塑性ひずみを同定する方法はいくつか提案されており¹⁾、一部は市販のソフトウェアに組み込まれている。塑性ひずみを定量化するには、測定パラメータと塑性ひずみ量の経験的な相関関係を得る必要があるが、EBSD 測定の条件などによりそれが変化する可能性がある。そのため、測定パラメータが算出できても塑性ひずみ定量測定にはノウハウが必要となる。EBSD による塑性ひずみ計測手法を標準化するためには、測定条件に依存しない測定パラメータを開発することが望まれる。筆者らは、塑性ひずみによって各結晶内の結晶方位のばらつきが増加することに着目し、そのばらつきを定量化したパラメータを提案した²⁾。そこでは、結晶粒毎に分布の平均値を算出し、そこからの結晶方位差を定量化した。この方法を用いて冷間加工したステンレス鋼とニッケル合金の塑性ひずみを測定し、測定結果が EBSD の測定装置や測定条件に依存しないことを確認した。さらに、計算方法を改良した新たなパラメータの開発にも成功している³⁾。

本研究では、銅多結晶を用いて本手法の検証を行う。とくに、EBSD 測定する際のデータ同士の距離の影響について考察を行う。

2 実験方法

EBSD 測定には走査型電子顕微鏡 (日立製作所 S-2640N) (以後、SEM) に設置された EBSD 装置 (Oxford Instruments 製 Link Opal system) を用いた。

供試材は、500℃で溶体化処理した純銅で、これを平板型試験片 (ゲージ長さ 20mm、断面 2×4mm) に加工し、0%を含む 2.5%、5.0%、10.1%、15.1%の5種類の公称永久ひずみを引張荷重により負荷した。塑性ひずみ負荷後、試験片表面を最終 3 μm のダイヤモンドペーストで鏡面に仕上げた後、研磨による加工層を除去するため、リン酸溶液を用いて電解研磨を施した。

結晶方位測定では試料表面の 128×128 点の矩形領域を、3.1 μm 間隔で電子線を走査し、各点での結晶方位を測定する。それぞれのひずみ条件に対し、異なる4領域について測定を実施した。

3 塑性ひずみの定量化

3.1 結晶方位分布 ひずみ 0%材および 15.1%材の結晶方位図および逆極点図を Fig.1 に示す。結晶粒界は結晶方位が不連続に変化している界面として認識することができる。本研究では、隣り合う点間の方位差が 5 度以上

である境界が閉じた領域を形成した場合にその境界を結晶粒界と定義した。得られた結晶粒界を Fig.1 中に実線で示す。

塑性ひずみのない 0%材では、結晶粒内の結晶方位はほぼ一定で、逆極点図においては同一結晶粒の集合が確認できる。一方、15.1%材では塑性ひずみによって導入された材料中の欠陥により、同じ結晶粒内においても局所的に結晶方位が変化している様子が観察される。そして、逆極点図においても方位分布のばらつきの大きいことが分かる。

3.2 定量化パラメータの計算³⁾ 塑性ひずみを定量化する尺度として、逆極点図で見られたような結晶方位の分散度合いをパラメータ化することを考える。このとき、分散量を算出するための基準値は、塑性ひずみのない状態の結晶方位、つまり Fig.1(a)の逆極点図に見られる集合の方位とした。ただ、ひずみを加える前の厳密な結晶

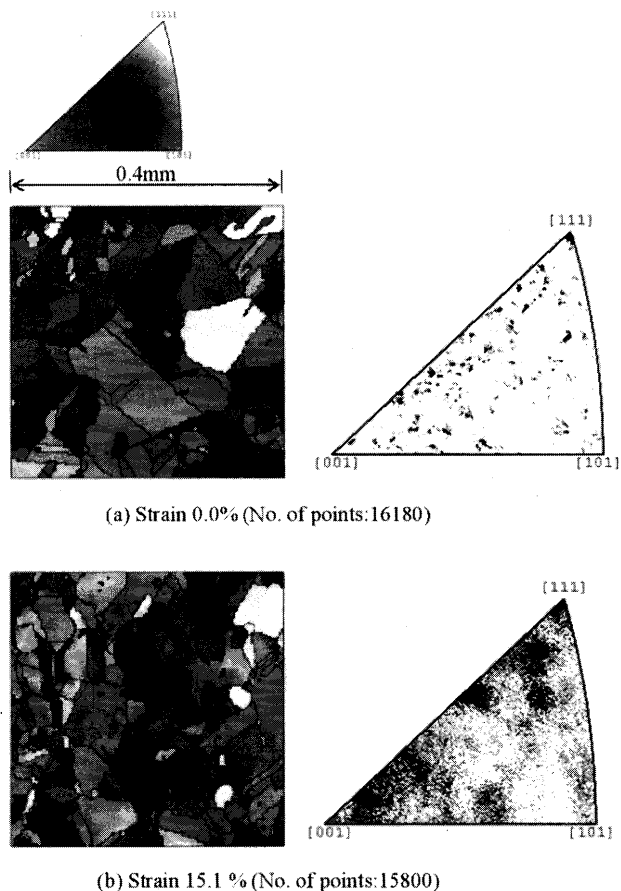


Fig.1 Orientation maps (grain boundary network is superimposed) and inverse pole figures.

方位を求めることは困難であるので、それぞれの結晶粒毎の結晶方位の分布の平均（この方位を中心方位とよぶ）がそれに相当すると仮定する。中心方位の算出には、4元法算を用いる³⁾。

結晶方位分布図各点での中心方位からの方位差は、対数正規分布となることが知られており、次式で算出される対数正規分布の平均値をパラメータ MCD(Modified Crystal Deformation)と定義する。

$$MCD = \exp \left[\frac{\sum_{i=1}^n \ln \{ \beta(i) \}}{n} \right] \quad (1)$$

ここで、 $\beta(i)$ は点*i*における中心方位からの方位差、*n*は結晶方位分布図上の有効なデータ点数を示す。中心方位は各結晶粒に定義されていることから、各点における中心方位は必ずしも同一ではない。

4 結果および考察

4.1 塑性ひずみ量との相関 得られたMCD値と塑性ひずみ量の関係を Fig.2 に示す。図には4回の測定から得られた値の平均と、分布の範囲を示す。また、実線は最小自乗法によって得られた近似線を示す。パラメータMCDが塑性ひずみと良い相関関係にあることが分かる。参考に、同様の試験条件で測定した304ステンレス鋼の値も示す³⁾。ステンレス鋼のデータの傾きの方がやや大きい、ほぼ同じ傾向を示している。図中のGAMは同一結晶粒内における隣接測定点間の方位差の平均を示しており¹⁾、このパラメータも塑性ひずみと良好な相関関係にある。

4.2 測定点間距離の影響 結晶方位を測定する際の測定間隔の影響を考察するために、定量化計算に使用するデータを間引いた場合の結果をFig.3に示す。ここでは、計算に使用するデータの間隔をオリジナルの dx に対し、 $2dx$, $3dx$, $4dx$ とした場合のパラメータの変化を示した。GAMは測定点間距離が大きくなると増加する傾向にある。これは、隣接点間距離が大きくなることで、得られる方位差が大きくなるためと考えられる。一方、MCDは10%以下の塑性ひずみに対しては、 $4dx$ の場合においてもほとんど変化がない。Fig.4は $4dx$ の場合の結晶方位分布図を示すが、結晶粒径形状が判別困難なほど粗いデータにもかかわらず、MCDを用いることで塑性ひずみが精度よく測定できることが分かる。

5 結言

本研究で用いた塑性ひずみ定量化パラメータMCDは、銅の塑性ひずみを精度よく測定できること、および測定点の密度の影響が少ないことを示した。MCDを用いた塑性ひずみの定量化手法は、EBSDによる塑性ひずみ測定の標準手法として期待できる。

参考文献

- 1) 木村英彦他, 日本機械学会論文集 A, **71**, 1722 (2005).
- 2) M. Kamaya, A. J. Wilkinson and J. M. Titchmarsh, Nuclear Engineering and Design, **235**, 713(2005).

- 3) M. Kamaya, A. J. Wilkinson and J. M. Titchmarsh, Acta Materialia, **54**, 539(2006).

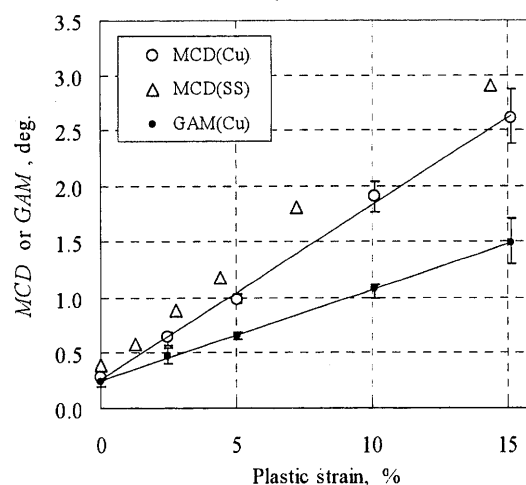


Fig.2 Relationship between degree of plastic strain and parameter MCD and GAM.

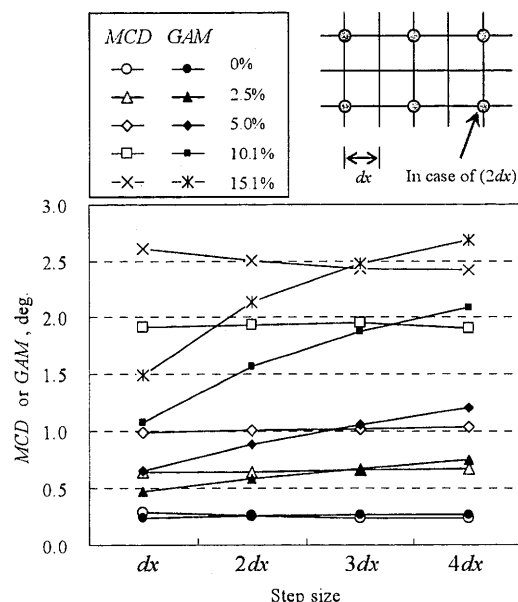


Fig.3 Change in MCD and GAM with data density of orientation maps.

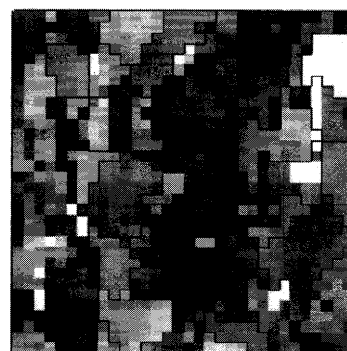


Fig.4 Orientation map of 15.1% strained material with step size of $4dx$. (no.of points: 1003)