

オーステナイト鋼の EBSD 歪み解析に及ぼす 粒径の影響

株式会社 IHI 野村恭兵 ○久布白圭司 高橋聰

Effects of Grain Size on The Strain Analysis by EBSD in Austenite Steel

Kyohei NOMURA, ○Keiji KUBUSHIRO, Satoshi TAKAHASHI (IHI Corporation)

1 緒 言

金属結晶の塑性歪み解析手法には、X 線回折を用いた評価、透過電子顕微鏡を用いた評価¹⁾、SEM による後方散乱電子回折像折像 (Electron Backscatter Diffraction Pattern, 以下 EBSD) を用いた評価^{2)~4)}がある。これらの手法は、いずれも結晶粒内の方位差を定量化し、その値から塑性歪みを定量化する手法である。さらに、透過電子顕微鏡を用いた Distortion 法と SEM を用いた EBSD 法は、いずれも菊池線の変化から、結晶方位差を算出するという共通点がある。両者の違いは、測定範囲と測定点数であり、SEM を用いた EBSD 法のほうが、TEM による Distortion 法に比べ、広範囲でかつ大量にデータを取得することができる。また、EBSD 法で得られたデータを用い、Distortion 法による評価も可能である。EBSD 法では、結晶方位差を定量化させる計算手法として、結晶粒内の平均方位差を計算した GOS (Grain Orientation Spread)、一定の距離における測定点の方位差を計算した KAM (Kernel Average Misorientation) などが良く用いられる。以上 3 つのパラメータを用い、材料の塑性歪みを評価した手法は、多数報告されているが、同じ条件で、鋼種による違い、結晶粒径を変化させ、パラメータを比較し例はほとんどない。

そこで本研究では、代表的な 3 種類のオーステナイト鋼について、EBSD 法で測定したデータを Distortion 法、GOS および、KAM を用いて整理し、粒径および鋼種の違いの影響を検討することを目的とした。

2 実験方法

供試材は、火 SUS304J1HTB、火 SUS347J1HTB および、火 SUS310J1TB の 3 鋼種である。これらの平均結晶粒径を Table1 に示す。結晶粒界の特定は、EBSD 法で得られた測定データの隣接する測定点間の方位差が 5 度以上の領域を結晶粒界と定義した。高温引張試験は、温度 650℃、歪速度 $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件にて実施した。試験片形状を Fig.1 に示す。塑性歪み量が異なる試料を作成するため、歪み 5、10、15% の 3 条件にて中断した。観察は、応力軸と平行になるように実施した。試験片の研磨は、エメリー紙で湿式研磨を実施した後、ダイヤモンド研磨を実施した。電解研磨には、10%過塩素酸エタノールを用いた。電解研磨条件は-25℃、電圧 10~15V、時間 2min である。結晶方位の測定は、EBSD (TSL 社製 OIM) を用いた。測定ピッチは、0.5~5 μm であり、測定視野は 3 視野である。得られたデータから、Distortion 法による平

均方位差、GOS、KAM、を算出した。なお、GOS はエリア平均値、KAM は測定間が 5 μm 相当になる時の計算結果を用いた。

Table 1 Grain size of specimen

TP	火 SUS304 J1HTB		火 SUS347 J1HTB		火 SUS310 J1TB
Grain size / μm	16.6	64.1	20.8	23.4	97.0

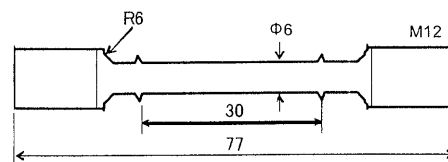


Fig.1 Tensile specimen

3 実験結果および考察

EBSD 法による Distortion の計算は次のように実施した。まず、Fig.2 に示すように結晶粒内中心部に基準点から粒界までの半分の距離での方位差を 10 箇所測定し、平均方位差を算出する。同様の計算を、10 個の結晶粒に対し実施し、平均方位差を算出した。各鋼種の Distortion 法にて得られた方位差を塑性歪みに対してプロットしたものを Fig.3 に示す。方位差は、塑性歪み量の増加に伴い、単調に増加し、鋼種間の違いはなかった。火 SUS304J1HTB 粗粒材の結果は、塑性歪み 10% 以上で、他の結果よりも小さい値を示した。この原因については、さらなる検討が必要である。次に、各鋼種における GOS を塑性歪み量に対しプロットしたものを Fig.4 に示す。鋼種の違いに依存せず、塑性歪みの増加に伴い、単調に増加した。また、火 SUS304J1HTB および火 SUS347J1HTB において、GOS は粒径に依存せず、同じ値であった。よって、引張における塑性歪みと GOS の関係は、結晶粒径および鋼種の違いによらず一定である。また、同一塑性歪みにおける GOS と Distortion 法による方位差は、ほぼ同じであった。

次に、塑性歪み量と KAM の関係を Fig.5 に示す。ここで用いた KAM は、実験方法に記述したように測定間が 5 μm になるように計算した。近接距離を変えた場合の KAM の算出は、Fig.6 に示す位置での測定点数の平均値であるため、測定点が離れているほど、より多くの測定点の方位差から計算されており、今回の比較は、完全に

同じ計算をしていない。そこで、試験前に、同一視野、同一測定間距離におけるピッチの違いが KAM に影響が無いことを確認した。火 SUS304J1HTB (17 μm) と火 SUS347J1HTB(21 μm)を比較すると、KAM は鋼種の違いによらず、同じ値を示した。結晶粒径の大きさを比較すると、結晶粒径が大きいほど、塑性歪みの増加に伴う KAM の変化は小さかった。KAM の変化は結晶粒径依存性を示し、GOS で得られた結果と異なった。

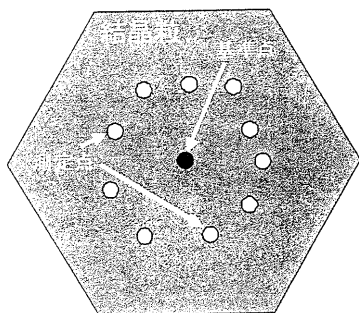


Fig.2 Schematic illustration of calculation by Distortion method

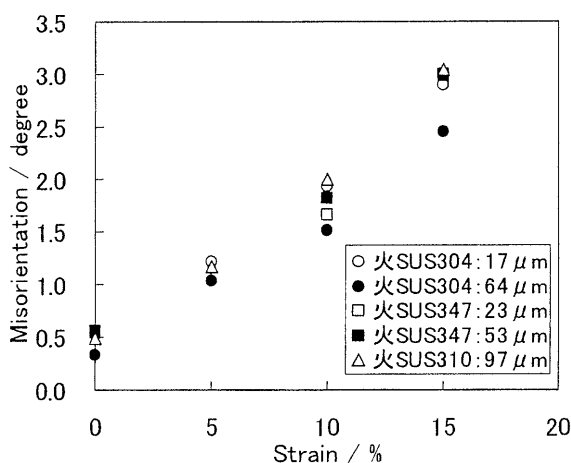


Fig.3 Strain dependence of misorientation calculated by Distortion method

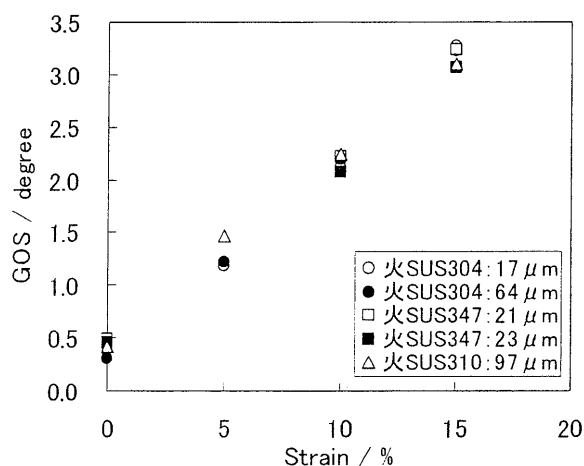


Fig.4 Strain dependence of GOS

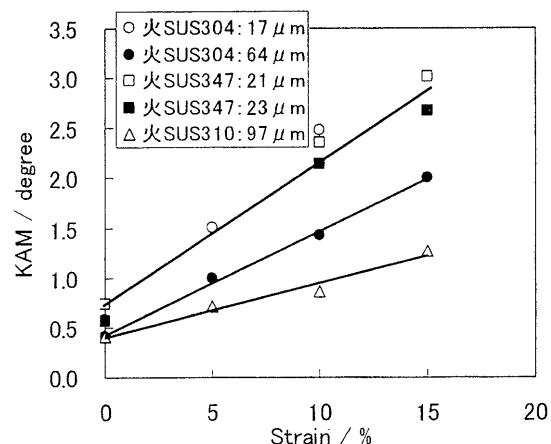


Fig.5 Grain size dependence of KAM

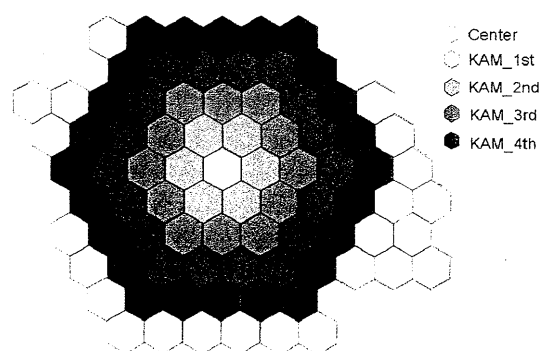


Fig.6 Schematic illustration of calculation for KAM

4 結言

結晶粒径および、鋼種の異なる 3 種のオーステナイト鋼の塑性歪みについて EBSD 解析を行い、各パラメータとの相関を調査した。以下、得られた知見を述べる。

- 1) 塑性歪みと Distortion 法で得られた方位差の関係は、結晶粒径および鋼種の違いに依存しなかった。
- 2) 塑性歪みと GOS の関係についても、結晶粒径および鋼種の違いに依存しなかった。また、GOS と Distortion 法で得られた方位差はほぼ同じであった。
- 2) 塑性歪みと KAM の関係は、結晶粒径に依存し、粒径が大きいほど、塑性歪みの増加にともなう KAM の変化は小さかった。

参考文献

- 1) 吉澤廣喜, 中代雅士, 木原重光, 馬木秀雄 “クリープ変形した 2.25Cr-1Mo 鋼の Intra-granular Distortion”, 鉄と鋼, Vol.82, No.4, p61-66, (1996)
- 2) 木村英彦, 秋庭義明, 田中啓介, 王 昀, 日本機械学会論文集 (A 編), 71, 712, p.1722 (2005)
- 3) 横幕俊典, 与田利花, “EBSP 法による疲労とクリープ損傷度評価”, 検査技術 2007. 1. p.36-41
- 4) Masayuki KAMAYA, journal of the Society of Material Science, Japan Vol.58, No.7, pp.568-574, July 2009