

【研究論文】

【平成30年度～令和元年度 県単研究】

断面微細組織の観察・分析技術高度化のための試料作製技術の確立

大山 礼, 阿部 一彦, 氏家 博輝

材料開発・分析技術部

断面観察は材料開発から実製品のトラブル解析まで広く用いられ、技術の高度化に伴いより高度な観察技術が求められている。高度な分析に対応するために宮城県ではEBSD解析が可能な走査型電子顕微鏡を導入している。EBSD解析をするための前処理技術について各種検討し、検証を実施した。

キーワード: EBSD法, 組織観察, 研磨ダメージ, 切断ダメージ

1 緒言

実製品のトラブル解析は使用状況の調査と破壊した部品の観察及び分析で実施される。トラブル原因を正確に調査するためには観察及び分析するための試料調整で組織変化があってはならない。また材料開発、とりわけ無機材料において組織観察は基本といえる分析である。正確な組織観察試料を得るためには試料の切り出し、埋め込み、研磨、組織現出のためのエッチングの工程に十分留意して進める必要がある。また、走査型電子顕微鏡にて結晶方位解析ができる EBSD 法 (Electron Back Scattered Diffraction Pattern) では情報深さが数十 nm と極表面のみの情報を元にするため¹⁾、試料作製時のダメージ層を如何に除去するかが重要である。EBSD 法は走査型電子顕微鏡にて試料表面の結晶方位や結晶構造に起因する相変化をマッピングする手法であり、無機材料開発の分野において活用されている技術である。EBSD パターンは結晶構造と結晶方位から一義的に決定されるため、EBSD パターンから結晶方位や結晶構造を特定することができる。試料の表面から入射した電子線は原子に衝突して散乱し、散乱電子が試料内部で電子線回折を繰り返して EBSD パターンは形成される。このため、試料表面に凹凸がある場合や酸化被膜等の別構造が存在すると明瞭なパターンは得られ難くなる。本研究では EBSD 法を用いて金属組織観察をするための前処理方法を手の内化し、地域企業の技術開発やトラブル解析に貢献することを目的として実施する。

2 実験方法

試料の前処理方法は機械研磨とイオンリングにて実施した。EBSD の測定には日立ハイテクノロジーズの SU-5000 の走査型電子顕微鏡に取り付けられた TSL ソリューションズ社の OIM カメラを用いた。測定時の加速電圧は 15kV、試料傾斜角度は 70° である。EBSD 試料の作製が正しく出来たかには結晶方位により色別した IPF マップ、EBSD パターンの鮮明さをコントラストで示した IQ マップを用いて評価を実施した。

2.1 機械研磨

亜共析鋼の EBSD 試料作製に機械研磨を用いた。SiC 耐水ペーパーの #320 で面だし後、表 1 の 3 種類の工程で実施した^{1), 2)}。条件 1 はバフ研磨まで通常金属顕微鏡で観察する場合に近い条件(但し琢磨時間が通常の 5 倍以上である)、ダイヤモンドスラリーの工程を 1 工程追加した条件 2、条件 2 の琢磨をコロイダルシリカに変更した条件 3 の 3 種類で実施した。アルミニウム

表 1 研磨条件

	条件 1	条件 2	条件 3
SiC 耐水ペーパー研磨	#500 2min #800 2min #1000 2min	#500 2min #800 2min #1000 2min	#500 2min #800 2min #1000 2mi
バフ研磨 (研磨時間 2.5min)	9μm ダイヤ 3μm ダイヤ	9μm ダイヤ 3μm ダイヤ 1μm ダイヤ	9μm ダイヤ 3μm ダイヤ 1μm ダイヤ
琢磨	アルミナ懸濁液 20min コロイダルシリカ 20min	アルミナ懸濁液 25min	コロイダルシリカ 25min

合金の EBSD 試料作製には電解研磨が用いられることが多いが³⁾、鋳物材では Si 相と Al 相の研磨速度が異なり、電解研磨条件の決定が非常に難しい。そのためイオンミリングによる試料作製も考えられが⁴⁾、分析可能領域が狭いことや試料作製に時間が掛かるため、機械研磨での試料作製が望ましい⁵⁾。アルミニウム鋳物合金である AC4C 材を表 1 の研磨条件 3 の方法で研磨して EBSD 測定を実施した。その際、腐食性の異なる 2 種類のコロイダルシリカを用いた。

2.2 イオンミリング加工

イオンミリングによる試料作製は 2 通りの方法で実施した。一方は機械研磨した鋼材の最終仕上げとして試料に一定角度で Ar イオンビームを照射するフラットミリングを用いた。フラットミリングの条件はイオンビームの入射方向と試料の法線のなす角度を 86° に設定した。もう一方は亜共析鋼を 5mm×10mm×2mm に切り出し、5mm×2mm 断面を断面ミリングにて試料を作製した。用いたイオンミリング装置は日立ハイテクノロジーの IM4000 PLUS である。

2.3 切断ダメージの評価

試料を切り出す際に用いられるホワイトアルミナ切断砥石(WA 砥石)による切断ダメージ深さを評価するために図 1 の通りに切断面に対して垂直面をイオンミリングで加工し、EBSD 測定を実施した。サンプルは AC4C 材、2 相ステンレス圧延材、純チタン押し出し材を用いた。ダメージの評価方法は IPF と IQ マップと隣接ピクセルとの方位差をカラーコンターによる色で表現する KAM マップを用い、切断面エッジからのダメージ深さを評価した。

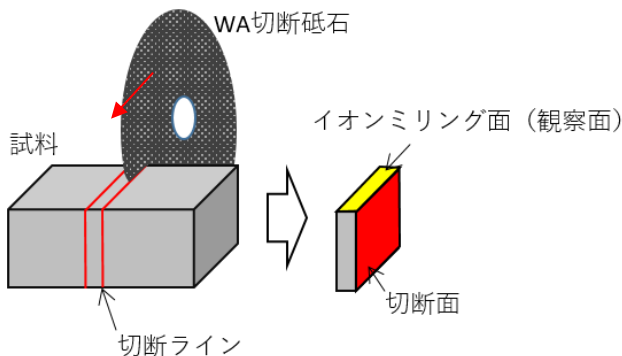


図1 切断ダメージ評価サンプル作製概略図

3 実験結果及び考察

3.1 EBSD 解析のための機械研磨条件

表 1 の条件で研磨した試料を光学顕微鏡観察した結果が図 2 である。光学顕微鏡観察では研磨条件による差は見られない。一方、EBSD 測定を行い IPF (逆極点図マップ) という結晶方位に基づき色分けした結果が図 2 である。条件 1 の研磨方法で実施したものは粒内に塑性流動によるものと思われるわずかな方位差が発生している。条件 2 のダイヤモンド 1 μ m 粒子の工程を追加してもアルミナ懸濁液での琢磨では塑性流動部分は除去できていない。条件 3 のコロイダルシリカで研磨したも

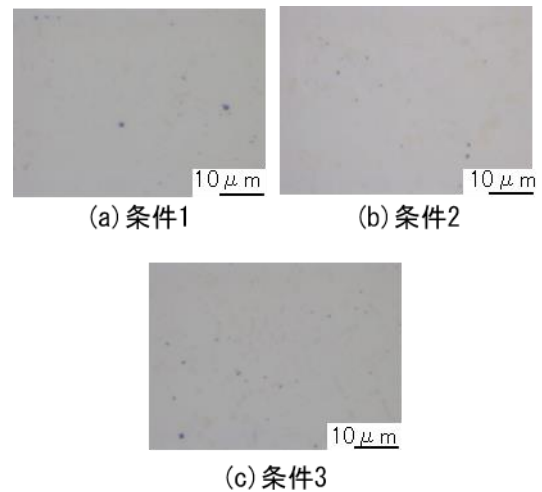


図2 研磨後の光学顕微鏡観察比較

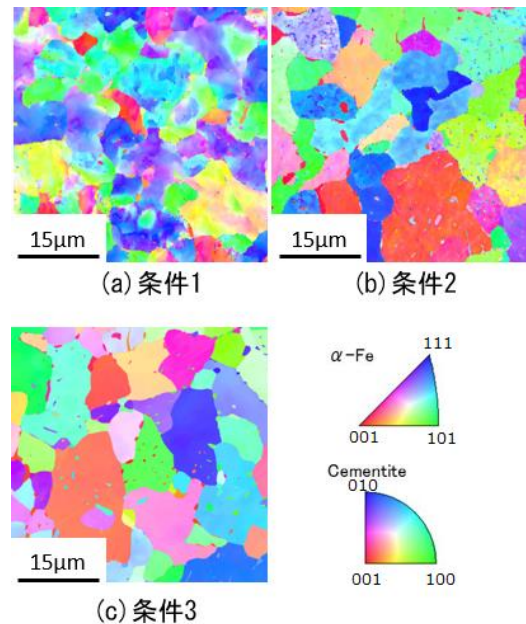


図3 EBSD 解析による IPF マップ

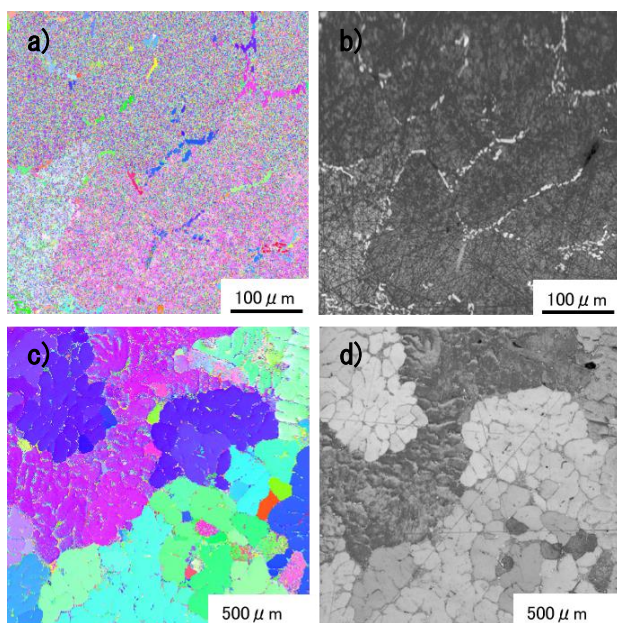


図4 AC4C材のEBSD分析結果

亜共析鋼と同様の琢磨条件の a)IPF マップ, b)IQ マップ, 腐食性の強いコロイダルシリカで琢磨した c)IPF マップ, d)IQ マップ

のでは塑性流動はなくなり、良好な観察面が得られている。コロイダルシリカではエッチング効果と併せた表面除去能力によって前工程のダメージ層が効率よく除去できたと考えられる。

AC4C材の機械研磨によるEBSD解析の結果が図4である。亜共析鋼と同様に研磨した結果の a)IPF マップではSi相は測定出来ているように見えるがAl相は明瞭な結果を得られていない。b)IQ マップでは多数の傷が確認でき、Al相部分のコントラストは暗くなっており、EBSDパターンが明瞭に得られていないことが分かる。最終琢磨のコロイダルシリカを腐食性の高い研磨剤に変えた結果(c), (d)では僅かに傷が残っているがAl相でも十分分析に耐える結果が得られている。なお、IQマップのコントラストの差は結晶方位によっても変化するためである。

3.2 イオンミリングによるEBSD試料の作製

亜共析鋼をイオンミリングによってEBSD試料作製し、機械研磨による結果と比較したのが図5である。a)機械研磨と比べb)フラットミリングは結晶内部に点状に方位が変化している部分が確認出来る。この点状の部分は相マッピングではセメンタイトと認識されているが、セメンタイトはIQマップでは暗く示されることを考慮すると、右に示した同位置のIQマップからフェライトをセメンタイトと

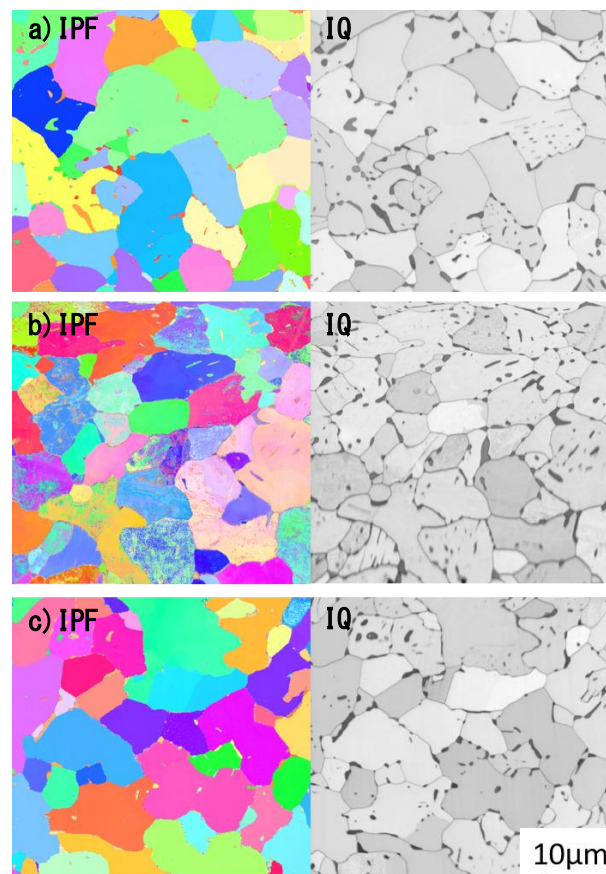


図5 亜共析鋼のEBSD測定結果

a)機械研磨, b)フラットミリング, c)断面ミリング

誤認識していると考えられる。誤認識の原因はパターンの不鮮明によると考えられる。c)の断面ミリングによる試料では誤認識は低下しているが、僅かにセメンタイトへの誤認識があった。セメンタイト相はIQマップではコントラストが暗くなるため、試料の作製方法に限らずIPFマップや相マップで得られたデータと比較し、正常に測定出来たかの確認を行うべきである。

3.3 WA砥石による切断ダメージの評価

図6にWA砥石により切断したAC4C材、二相ステンレス、純チタンの切断ダメージを評価した結果を示す。a)AC4C材ではダメージ層の最表面には1 μm以下の細かな結晶が確認でき、内部では5 μm程度の結晶が形成されている。その発生部は切断面から10 μmであった。b)二相ステンレスではAC4Cの様な再結晶ではなく、結晶粒内の変形によって発生した転位が小角粒界を形成している。そのダメージ層は切断面から15 μmであった。c)純Tiは今回切断した試料の中では最も切断が困難な試料であり、ダメージ層の現れ方も異なっている。ダメージ層ではEBSDパターンが不鮮明でほとんど情報が得ら

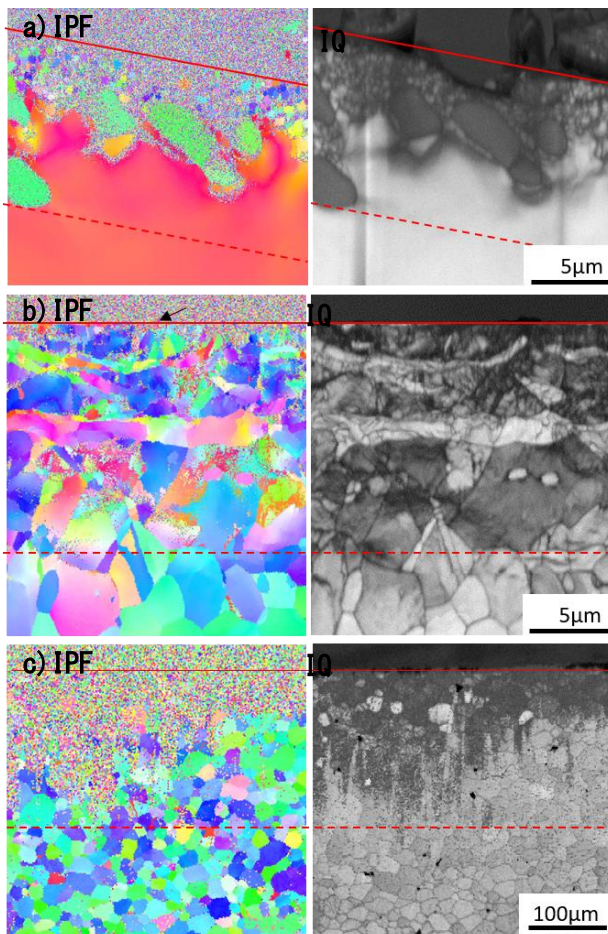


図6 WA砥石切断ダメージ層評価結果
a)AC4C材, b)二相ステンレス材, c)純Ti材
赤実線:切断面, 赤点線:内部ダメージ端面

れておらず、ダメージ層の厚みは $200\mu\text{m}$ であった。
a)AC4C材とb)二相ステンレスの組織観察では試料の研磨時に問題なくダメージ層は除去されと考えられるが、c)純Tiでは中間研磨を念入りに実施しないと材料の正確な評価ができない可能性があり、注意が必要である。

4 結言

鉄鋼材、アルミニウム鋳物材のEBSD測定の研磨条件を最適化し、短時間でEBSD解析する試料を作製できるようになった。また、イオンミリング装置による試料作製も実施・測定し、機械研磨が最良な結果を得たが、機械研磨と比べてイオンミリングはパラメーターが少なく、経験のない試料では短時間で適した観察試料を作製出来る可能性がある。切断ダメージ層の評価ではチタンで $200\mu\text{m}$ 程度の深さまでダメージ層が入るため、組織観察を行う際は切断方法や粗研磨量に注意が必要である。アルミ合金や鉄鋼材では切断ダメージ層は気にする必

要がない量であった。

参考文献

- 1) 鈴木清一.EBSD読本, TSLソリューションズ(2009)
- 2) 材料技術教育研究会編.組織検査用試料の作り方.2000,p224
- 3) Shamina, Morteza; Mostaan, Hossein; Safari, Mehdi; Szpunar, Jerzy A.. EBSD Study on Grain Boundary and Microtexture Evolutions During Friction Stir Processing of A413 Cast Aluminum Alloy. J. Mater. Eng. Perform. 2016, 25(7), p2824-2835
- 4) Nogita, K; Dahle, A.K. Eutectic solidification in hypoeutectic Al-Si alloys: electron backscatter diffraction analysis. Materials Characterization 2001, 46(4), p305-310
- 5) 足立大樹, 長村光造, 棚橋拓也, 菊地健, 楠井潤. 熱間押し出したAl-Zn-Mg-Cu合金P/M材の微細組織に及ぼすZr添加の影響.軽金属.2005, 55(4), p164-168