ECP 画像解析による結晶歪測定方法*

吉 富 康 成** 太 田 国 照*** 菅 洋 三**
中 山 正** 高 橋 延 幸****

J. Japan Inst. Metals, Vol. 55, No. 1 (1991), pp. 22-28

A Method for Strain Measurement using ECP Image Analysis*

Yasunari Yoshitomi**, Kuniteru Ohta***, Yozo Suga**,
Tadashi Nakayama** and Nobuyuki Takahashi****

A method for strain measurement by Electron Channelling Pattern (ECP) Image analysis has been newly developed. The sharpness of ECP, which is defined by the ratio of sharp pseudo-Kikuchi lines in ECP image, is used as a parameter describing the remaining strain. Fe-3.25%Si alloy single crystal and polycrystal were used as test specimens. Strain changes during deformation and recrystallization were measured by this method and compared with the hardness and line broadening of X-rays. The main results obtained are as follows.

(1) The sharpness of ECP decreased as strain was increased. This method is useful for measuring the strains of less than 15% cold reduction and less than 20% tensile elongation. And its strain sensitivity is larger for the smaller strains than that of line broadening of X-rays.

(2) The sharpness of ECP was influenced by the initial crystal orientation before deformation. This phenomenon was specially recognized in the case of the smaller strains, indicating that the accumulated strain is mainly influenced by the initial crystal orientation before deformation.

(3) The sharpness of ECP was increased during recrystallization. The fraction of a change of the sharpness of ECP during recrystallization was more significant than those of hardness and line broadening of X-rays.

(4) It is believed that this method is useful for analyzing the crystal orientation dependence of the accumulated strain and a decrease of strain during recovery and recrystallization, as well as the inhomogeneity of strain in the grain interior and near the grain boundary.

(Received August 13, 1990)

Keywords: strain measurement, scanning electron microscope, electron channelling pattern, electron channelling pattern image analysis

I. 緒 言

歪の測定は、加工、回復、再結晶、集合組織等の研究において重要であり⁽¹⁾、従来からいくつかの方法が用いられてきた。歪の指標として、硬度、X線の回折線の幅広がり⁽²⁾が一般に用いられているが、硬度は固溶元素、析出物の影響を受けやすく、X線の場合は測定領域が広い(>1000 $\mu\text{m}\phi$)ため、いずれも微小領域(<100 $\mu\text{m}\phi$)の歪を精度よく測定するには、不十分である。

一方、結晶質材料に歪が加わると Electron Channelling Pattern (ECP)が不鮮明となる現象を利用し、特定の擬菊

池線のコントラストをパラメーターとして、歪を測定する研究が行われてきた⁽²⁾⁻⁽¹⁰⁾。Scanning Electron Microscope (SEM)を用いて、結晶質材料に電子ビームを角度走査すると、Bragg 反射条件を満たす入射角度で channelling 現象を起こし、多くの擬菊池線からなる ECP が得られる⁽¹¹⁾。ECP は、試料の 3 $\mu\text{m}\phi$ 程度の領域で測定可能な⁽¹²⁾、結晶の粒内、粒界近傍での歪の不均一性の解析にも適用できる。しかし、出現する擬菊池線の種類が結晶方位によって異なるため、特定の擬菊池線に着目する従来の方法⁽²⁾⁻⁽¹⁰⁾をすべての結晶方位に適用することは不可能である⁽¹³⁾。更に、1つの擬菊池線に着目しても、そのコントラストが SEM 像の位置(入射電子ビームの走

* 1988年11月日本金属学会秋期大会に発表

** 新日本製鉄(株)第三技術研究所電磁鋼研究センター (Electrical Steel Lab., R & D Laboratories III, Nippon Steel Corporation, Kitakyushu)

*** 新日本製鉄(株)エレクトロニクス研究所半導体材料研究センター (Semiconductor Materials Research Lab., Electronics R & D Laboratories, Nippon Steel Corporation, Hikari)

**** 新日本製鉄(株)第三技術研究所 (R & D Laboratories III, Nippon Steel Corporation, Kitakyushu)

査角度)で異なるため、コントラスト測定が容易でない⁽¹³⁾。

そこで、すべての結晶方位に対して歪を測定するため、ECP 中の鮮明な領域の面積率をパラメーターとして、歪量を測定する試みがなされた⁽¹⁴⁾。本報では、画像解析によって、ECP 中の鮮明な擬菊池線の割合(ECP の鮮明度)を評価し、これによって、結晶歪を測定する方法を開発し⁽¹⁵⁾、加工、再結晶での歪変化を測定し、硬度、X 線の回折線の幅広がりとの結果と比較検討した。

II. ECP 画像解析による結晶歪測定方法

Fig. 1 に解析のフローを示す。解析は①画像入力、②濃淡画像処理、③二値化、④二値画像処理、⑤測定からなる。

Fig. 1 Flow chart of ECP image analysis.

1. 画像入力

ECP 像を SEM から画像解析機に平均加算入力する。この入力方法により ECP 像の白色雑音が軽減される。

2. 濃淡画像処理

(1)→(6)の順で濃淡画像処理を行い、擬菊池線が強調された画像を得る。

(1) 平滑化

中間値フィルターで入力画像をスムージングする。これにより、擬菊池線の鮮明さを保ちつつ、入力画像の雑音が減少される。

(2) 濃淡レベルの規格化

対象画像の濃淡レベルの最小値、最大値が各々画像解析機の濃淡レベルの下限値、上限値になるように線形変換する。これにより、SEM の作動状態の変動等による画像の濃淡レベルの変動が軽減される。

(3) 選択的局所平均化

対象画像に選択的局所平均化を行う。これにより、濃淡レベルの規格化で強調された雑音が減少される。

(4) 微分

対象画像に Sobel フィルター⁽¹⁶⁾で 2 次元微分を行う。これにより、擬菊池線の部分が高い濃淡レベルを有する画像(微分画像)が得られる。

(5) 微分画像の強調

微分画像に対して、ガンマー変換→ログ変換→ガンマー変換を行う。これにより、擬菊池線が強調される。

(6) 平滑化

中間値フィルターで対象画像をスムージングする。これにより、微分により強調された雑音が減少される。

3. 二値化

固定しきい値法により二値化を行う。これにより、鮮明な擬菊池線を含む領域が抽出される。

4. 二値画像処理

(1)→(3)の順で二値画像処理を行い、鮮明な擬菊池線が抽出された画像を得る。

(1) 孤立点除去、図形の膨張、収縮

孤立点除去を行う。これにより、鮮明な擬菊池線を含まない面積の小さい領域が除去される。次に、図形の膨張→収縮を行う。これにより、Bragg 反射条件を満たす入射角度の前後で形成される鮮明な擬菊池線を挟む 2 つの領域(2 次元微分が高い領域)が合体し、鮮明な擬菊池線を内部に含む領域が形成される。

(2) 図形の平滑化、穴埋め

濃淡レベルの平滑化→二値化により図形の平滑化を行う。これにより、鮮明な擬菊池線を含む領域が線状領域に近づく。次に、図形の穴埋めを行う。これにより、鮮明な擬菊池線を含む領域の中にある欠落部が埋められる。

(3) 細線化、図形の膨張

田村の方法⁽¹⁷⁾により細線化を行い、次に、図形の膨張を行う。これにより、一定幅の線で構成された画像(鮮明な ECP)が得られる。そして、これらの各線を鮮明な擬菊池線と判定する。

5. 測定

以下の式で定義される ECP の鮮明度(S)を測定する。

$$S = \Sigma L_1 \times W / A (\%)$$

ここで、 L_1 : ECP 画面内の鮮明な擬菊池線の長さ、 W : ECP 画面内の鮮明な擬菊池線の幅(定数)、 A : ECP 画面の面積(定数)である。 W と A は定数なので、ECP の鮮明度(S)は ECP 画面内の鮮明な擬菊池線の総長の定数倍となる。鮮明な擬菊池線は、画面上では、実際には断続的な曲線なので、各曲線の総長を測定する。各曲線(鮮明な擬菊池線)の総長×各曲線の幅/ECP 画面の面積は上記一連の画像処理で形成された画像(鮮明な ECP)の曲線の面積率である。この ECP の鮮明度は、ECP 中の鮮明な擬菊池線の割合を示す量である。

III. 適 用 例

1. 供試材

加工歪解析の目的で、Fe-3.25%Si合金の単結晶焼鈍板、多結晶焼鈍板(粒径10~50 μm)にロール径120 mmの圧延機で圧下率0~17%(1パス)の冷間圧延を施し、歪の異なる種々のサンプルを作成した。サンプルの元厚は0.36 mmであり、ロールにはバーム油を施し圧延した。また、上記多結晶焼鈍板に引張試験機で伸び率0~20%の歪を加えたサンプルも合わせて作成した。冷間圧延の圧延方向と引張方向は同一にした。加工前の単結晶焼鈍板、多結晶焼鈍板の{100}極点図を各々Fig. 2, Fig. 3に示す。単結晶の方位としては、蓄積歪が大きく異なることが予想される(110)[001]と(100)[011]を選んだ。また、多結晶焼鈍板はランダムに対して{100}に近い方位がやや多い集合組織を有している。

また、再結晶での歪解放過程の解析の目的で、Fe-3.25%Si-0.01%C合金の2.3 mm厚の熱延板を1273 K-300 sの焼鈍後、約88%の圧下率で0.285 mm厚まで冷間圧延し、次いで、20 K/sで1173 Kまで昇温する過程で、773 Kから1173 Kまでの各温度で、サンプルを炉から引き出し空冷して、歪の異なる種々のサンプルを作成した。

2. 測定方法

歪の異なる種々のサンプルをフッ酸と過酸化水素水の水溶液で板厚中心まで片面から化学研磨して、ECPの鮮明度測定に供した。化学研磨後の試料の表面は、鏡面状態にあった。化学研磨後の試料を、デシケーターに入れて保存し、ECPの鮮明度測定時でも、試料の表面は、鏡面状態にあった。単結晶サンプル、多結晶サンプルについて、

各々10点(圧延方向から $\pi/12$ rad. 方向2点×その方向と $\pi/2$ rad. 方向5点, 各100 μm 間隔), 50点(圧延方向から $\pi/12$ rad. 方向5点×その方向と $\pi/2$ rad. 方向10点, 各1000 μm 間隔)でECPの鮮明度を測定した。

SEM-ECP(反射電子像)の測定は、加速電圧: 35 kV, 試料電流: 9×10^{-9} A, 作動距離(W.D.): 8 mm, ロギング角: $\pm 8 \times (\pi/180)$ rad. の条件で行った。ECPの鮮明度の測定は、前記の方法で行った。また、従来の歪測定法との比較のために、冷間圧延を施した多結晶サンプルについては、X線((200)回折線)の半価幅を測定し、冷間圧延を施した後昇温した多結晶サンプルについては、X線((200)回折線)の半価幅、ビッカース硬度、再結晶率を測

Fig. 3 {100} pole figure for Fe-3.25%Si alloy polycrystal specimen.

Fig. 2 {100} pole figures for Fe-3.25%Si alloy single crystal specimens.

Fig. 4 Influence of analysing condition on the sharpness of ECP from Fe-3.25%Si alloy (110)[001] single crystal.

定した。ここで、X線の半価幅の測定は、Mo管球を用い、加速電圧：40 kV、フィラメント電流：20 mAの条件で行った。ピッカース硬度は、加重1 kgで測定した5点の間値3点の平均から求めた。再結晶率は、SEMで得られるElectron Channelling Contrast (ECC)像の写真に対するポイントカウント法(100点)による目視判定から求めた。また、ECPの鮮明度の物理的意味を明らかにするため、引張変形を施した多結晶サンプルについては、変形応力とECPの鮮明度の関係を調査した。

ECPの鮮明度は、ECPの中の鮮明な擬菊池線の割合を示す量であるが、擬菊池線が鮮明かどうかの判定基準は、二値化のしきい値である。Fig. 4に示すように、二値化のしきい値が高い程、ECPの鮮明度の値は低くなる。そこで、基準となるサンプルのECPの鮮明度で割ったECPの鮮明度の相対値を歪の指標として用いた。本研究では、この二値化のしきい値として、特にことわらない限り50を用い、一部のサンプルについては、50以外の二値化のしきい値を用いた測定も合わせて行った。

なお、ECPの鮮明度の測定には、SEM：JSM-840、画像解析機：TOSPIX-IIを用いた。

3. 測定結果

(1) 加工歪

単結晶サンプルを用い、本法の画像解析により抽出したECPの中の鮮明な擬菊池線に対する歪量の影響をFig. 5

に示す。また、単結晶に冷間圧延で加えた歪量とECPの鮮明度の関係をFig. 6に示す。Fig. 5に例示した鮮明な擬菊池線の総長の定数倍が各サンプルのECPの鮮明度である。冷間圧延の圧下率17%以下の加工歪において、歪を加えることにより、ECPの鮮明度は単調減少したが、その程度は結晶方位に依存した。(110)[001]方位単結晶の場合には、ECPの鮮明度は、圧下率1.5%の歪を加えただけで急激に減少し、その後は緩やかに減少した。他方、(100)[011]方位単結晶の場合には、歪を加えることによるECPの鮮明度の減少は緩慢であった。また、30~70の範囲の二値化のしきい値を用いた場合、Fig. 6の関係と大差のない結果が得られた。

次に、多結晶における測定結果を示す。以下で示すECPの鮮明度は、種々の方位の結晶粒各50個の測定値の平均値である。

多結晶におけるECPの鮮明度、X線((200)回折線)の半価幅に対する冷間圧延で加えた歪量の影響をFig. 7に示す。ECPの鮮明度は、圧下率1.5%の歪を加えただけで急激に減少し、その後は圧下率15%の歪に到るまで緩やかに減少したが、X線((200)回折線)の半価幅は、圧下率15%以下の歪の全範囲で、歪を加えることにより緩やかに増加した。

多結晶に引張で加えた歪量とECPの鮮明度の関係をFig. 8に示す。ECPの鮮明度は、微小な歪を加えただけで急激に減少し、その後は伸び率20%の歪に到るまで緩やかに減少した。

上記の加工歪に対する測定結果は、SEM-ECPの条件が加速電圧：35 kVの場合であり、加速電圧が35 kVより低い場合には測定しうる歪の上限が上記の値より低まり、加速電圧が35 kVより高い場合には、測定しうる歪の上限が上記の値より高まると考えられる。

(2) 変形応力とECPの鮮明度の関係

Fig. 9に示すように、引張変形時の変形応力の増加に伴いECPの鮮明度は減少した。

本法においては、現出したECP画面のすべての擬菊池線のコントラストの平均的な値(ECPの鮮明度)を、画像解析で求めている。特定の擬菊池線のコントラストをパラメーターとして、歪を測定する方法において、試料の転位密度の増加に伴いこのコントラストは減少する⁽³⁾。また、弾性変形においては、このコントラストはほとんど変化しない⁽¹⁸⁾。また、転位密度の1/2乗と変形応力とは比例関係にあること⁽¹⁹⁾を考慮すると、本法で定義したECPの鮮明度は転位密度の増加に伴い単調減少する量と考えられる。

加工による蓄積歪(転位密度)は結晶の方位により異なる⁽²⁰⁾⁽²¹⁾。Fig. 6に示すように、(110)[001]方位単結晶の場合には、歪を加えるとECPの鮮明度は急激に減少したが、(100)[011]方位単結晶の場合には、歪を加えることによるECPの鮮明度の減少は緩慢であった。これは、(110)[001]方位の方が(100)[011]方位よりも加工による

Fig. 5 Influence of strain on observed ECP and modified ECP by image analysis. Specimens: Fe-3.25%Si alloy single crystals at the midplane. A, B, C, D, E, F: (110) [001]. G, H, I, J, K, L: (100) [011]. A, B, C, G, H, I: ECP. D, E, F, J, K, L: modified ECP by image analysis. A, D, G, J: without cold rolling. B, E, H, K: 1.5% cold rolling. C, F, I, L: 17% cold rolling.

蓄積歪(転位密度)が大きいことによると考えられる。

(3) 再結晶での歪解放

約88%の圧下率で冷間圧延した多結晶板を、加熱した場合の昇温過程での再結晶、ECPの鮮明度、硬度、X線((200)回折線)の半価幅の挙動を Fig. 10 に示す。再結晶の進行に伴い ECP の鮮明度は急激に増加したが、硬度、

X線((200)回折線)の半価幅の減少は、ECPの鮮明度の増加よりも緩慢であった。上記のECPの鮮明度の挙動は、再結晶に伴う転位密度の減少によるものと考えられる。なお、回復の進行に伴い、硬度、X線((200)回折線)の半価幅は緩やかに減少したが、ECPの鮮明度は、測定場所により多少の変動があるものの、本測定条件ではほぼ0に

Fig. 6 Influence of strain on the sharpness of ECP for Fe-3.25%Si alloy single crystal at the midplane. S : sharpness of ECP. S_0 : value of S without deformation.

Fig. 8 Influence of tensile strain on the sharpness of ECP at the midplane. Specimen: Fe-3.25%Si alloy polycrystal. S : sharpness of ECP. S_0 : value of S without deformation.

Fig. 7 Influence of strain by cold rolling on the sharpness of ECP and FWHV (200) by X-rays at the midplane. Specimen: Fe-3.25%Si alloy polycrystal. S : sharpness of ECP. S_0 : value of S without deformation.

Fig. 9 Relation between tensile stress and the sharpness of ECP (S) at the midplane. Specimen: Fe-3.25%Si alloy polycrystal. S_0 : value of S without deformation.

近い値であった。回復段階での歪解放過程を ECP の鮮明度で正確に評価するには、加速電圧、W.D. 等の SEM 作動条件、ECP 入力時の画像の平均加算の回数、二値化のしきい値等の画像解析条件を検討する必要がある。

IV. 結 論

画像解析によって、ECP 中の鮮明な擬菊池線の総長 (ECP の鮮明度) を計測し、これによって、結晶歪を測定

Fig. 10 Changes in the sharpness of ECP, the fraction of recrystallized area, Vickers hardness and FWHV (200) by X-rays at the midplane during heating at a rate of 20 K/s after 88% cold rolling. Specimen: Fe-3.25%Si alloy polycrystal. S: sharpness of ECP.

する方法を開発した。Fe-3.25%Si合金の単結晶、多結晶を供試材とし、加工、再結晶での歪変化を本法を用いて測定し、硬度、X線の回折線の幅広がりとの結果と比較検討した。得られた知見を以下に示す。

(1) 歪を加えるとECPの鮮明度は単調減少した。本法は、冷間圧延の圧下率で15%以下、引張の伸び率で20%以下の歪の測定に有効であり、圧下率で1.5%程度の微小歪に対する感度は、X線の幅広がりより高い。上記の測定しうる歪の上限値は、SEM-ECPの条件が加速電圧：35 kVの場合であり、加速電圧が35 kVより低い場合には測定しうる歪の上限が上記の値より低まり、加速電圧が35 kVより高い場合には、測定しうる歪の上限が上記の値より高まると考えられる。

(2) ECPの鮮明度は初期方位の影響を受けた。この影響は加工歪が小さい場合に顕著であった。この現象は主に蓄積歪が初期方位の影響を受けることによるためと考えられる。

(3) 再結晶の進行に伴いECPの鮮明度は急激に増加した。そして、再結晶の進行に伴う硬度、X線の幅広がり

の変化よりもECPの鮮明度の変化の方が顕著であった。

(4) ECPの鮮明度は転位密度の増加に伴い単調減少する量と考えられる。

(5) 本法は、蓄積歪の結晶方位依存性、回復、再結晶での歪解放、結晶の粒内、粒界近傍での歪の不均一性等の解析に有効と考えられる。

本研究のご指導を頂きました長嶋晋一博士に感謝致します。ECPに関するご指導を頂きました原勢二郎博士、清水 亮博士に感謝致します。ECPの測定にご協力を頂きました有吉富雄氏に感謝致します。

文 献

- (1) 例えば、武智 弘：鉄と鋼，**70**(1984)，5.
- (2) D. C. Joy and D. E. Newbury: in *SEM/1971, Proceedings of the 4th Annual SEM Symposium*, ed. O. Johari, IITRI, Chicago, Illinois, (1971), 113.
- (3) R. Stickler, C. W. Hughes and G. R. Booker: in *SEM/1971, Proceedings of the 4th Annual SEM Symposium*, ed. O. Johari, IITRI, Chicago, Illinois (1971), 473.
- (4) E. M. Schulson: *Phys. Status Solidi (b)*, **46**(1971), 95.
- (5) D. L. Davidson: in *SEM/1974, Proceedings of the 7th Annual SEM Symposium*, ed. O. Johari, IITRI, Chicago, Illinois, (1974), 927.
- (6) A. W. Ruff: *Wear*, **40**(1976), 59.
- (7) D. L. Davidson, J. Lankford, T. Yokobori and K. Sato: *Int. J. Fracture*, **12**(1976), 579.
- (8) D. L. Davidson: in *SEM/1977, Proceedings of the 10th Annual SEM Symposium*, ed. O. Johari and I. Corvin, IITRI, Chicago, Illinois (1977), 431.
- (9) D. L. Davidson: *Scan. Electron Microsc.*, (1981), 373.
- (10) R. C. Farrow and D. C. Joy: *Scan. Electron Microsc.*, (1981), 397.
- (11) D. G. Coates: *Phil. Mag.*, **16**(1967), 1179.
- (12) S. Nakagawa: *JEOL NEWS* 24E-1, **7**(1986), 7.
- (13) D. L. Davidson: *Int. Metals Reviews*, **29**(1984), 75.
- (14) 舟木秀一，谷野 満：日本電子顕微鏡学会関東支部学術講演会，(1988)，22.
- (15) 吉富康成，太田国照，舟木秀一：日本特許出願公開 1-182726.
- (16) 松山隆司：コンピューター画像処理入門，(田村秀行監修)，総研出版，(1985)，120.
- (17) 田村秀行，森 健一：信全大，**1539**(1974)，1390.
- (18) D. L. Davidson: *J. Mater. Sci. Lett.*, **1**(1982)，236.
- (19) 例えば，Z. S. Basinski and S. J. Basinski: *Phil. Mag.*, **9**(1964)，51.
- (20) I. L. Dillamore, C. J. E. Smith and T. W. Watson: *J. Mater. Sci.*, **1**(1967)，49.
- (21) H. Takechi, H. Katoh and S. Nagashima: *Trans. Met. Soc. AIME*, **242**(1968)，56.