EBSD 法および X 線回折法によるステンレス鋼の
塑性変形におけるミスオリエンテーションの解析*木村 英彦^{*1}, 王 昀^{*2}
秋庭 義明^{*1}, 田中 啓介^{*1}Misorientation Analysis of Plastic Deformation of Austenitic
Stainless Steel by EBSD and X-Ray Diffraction MethodsHidehiko KIMURA^{*3}, Yun WANG,
Yoshiaki AKINIWA and Keisuke TANAKA^{*3} Department of Mechanical Science and Engineering, Nagoya University,
Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya-shi, Aichi, 464-8603 Japan

The misorientation introduced into an austenitic stainless steel (SUS 316) by plastic deformation was measured with the electron back scattering diffraction (EBSD) and the X-ray diffraction (XRD) techniques. Three parameters related to misorientation distribution, i.e. grain orientation spread (GOS), grain average misorientation (GAM) and kernel average misorientation (KAM), were calculated from the orientation measurements by EBSD. The misorientation between neighboring measured points, KAM, was larger close to the grain boundary where the slip propagation was difficult. The average of misorientation between neighboring points within one grain is GAM. The GAM value averaged over the measured region increased proportionally with the plastic strain to about 20%, and leveled off at higher strains. The average of the misorientation spread within one grain, GOS, also showed similar increase like GAM. The total misorientation of a grain measured by XRD also showed a proportional increase with the plastic strain to about 10%, and it was difficult to measure the total misorientation above that strain because Debye ring became continuous ring. Both EBSD and XRD can be used as a tool to measure the plastic strain in the local area, and the limit of strain to be measured was 30% for the former and 10% for the latter.

Key Words: EBSD, X-ray Diffraction, Plastic Deformation, Stainless Steel, Misorientation, Grain Orientation Spread, Grain Average Misorientation, Kernel Average Misorientation

1. 緒言

機械構造材料は大部分が多結晶であり、塑性変形、疲労やクリープの微視機構を検討するためには、多結晶中の個々の結晶の挙動とともに多結晶全体の変形挙動の関係を明らかにする必要がある。多結晶中の個々の結晶中のすべりは結晶の回転を引起すとともに、隣接結晶によってすべりが拘束されるため、一結晶粒内においてもミスオリエンテーションを生ずる。このミスオリエンテーションの測定には X 線回折法が利用され、回折はん点のデバイ環状の接線方向の広がりから全方位差が求められ、塑性ひずみとともに比例的に増大することが明らかにされている^{(1),(2)}。しかし、X 線法ではひずみが約 10%以上になると連続環

となるため測定が困難となるほか、数 100 μm 程度の X 線照射域中のどの結晶の測定値であるか判別することが困難で空間分解能が良くない。

一方、走査型電子顕微鏡を利用した電子線後方散乱回折像 (EBSD) 法に基づく結晶方位解析は、サブミクロンオーダーの空間分解能を有しており、個々の結晶粒内の方位を測定できるのみでなく、測定領域のデータを統計処理することによりマクロな領域に対する評価も可能であるため、多結晶材料の塑性変形挙動評価に有用であると考えられる。しかしながら、従来、EBSD 法は結晶の方位の測定に利用されており、ミスオリエンテーションは余り利用されていない⁽³⁾。美野ら⁽⁴⁾は、ステンレス鋼などのクリープ変形で、ミスオリエンテーションが 6%程度のひずみまでは比例して増大することを報告しているが、大きな変形では測定されておらず、また X 線法との対応も明確ではない。

本研究では、オーステナイトステンレス鋼(SUS316)

* 原稿受付 2005 年 4 月 4 日。

^{*1} 正員, 名古屋大学工学研究科(☎ 464-8603 名古屋千種区不老町)。^{*2} 名古屋大学大学院工学研究科。

E-mail: h_kimura@mech.nagoya-u.ac.jp

の引張り試験を行い、EBSD 法によりミスオリエンテーションの解析を行った。また、EBSD 法で得られた塑性変形パラメータと塑性ひずみとの関係を明らかにするとともに、X 線回折法で得られた全方位差との相関を検討した。

2. 実験方法

2.1 材料および試験片 試験材料として原子力用熱間圧延オーステナイト系ステンレス鋼 (SUS316NG) の完全焼鈍し材を使用した。化学組成 (mass %) は、C 0.016, Si 0.43, Mn 1.54, P 0.028, Cu 0.26, Ni 11.94, Cr 17.13, Mo 2.15, N 0.1 である。引張り強さは 581 MPa, 0.2% 耐力は 253 MPa, ヤング率は 197 GPa である。図 1 に示す平滑材を長手方向が圧延方向となるように放電加工で作製した。試料表面はエメリー紙およびアルミナによる研磨後、コロイダル研磨で仕上げた。線分法により求めた平均結晶粒径は $d = 152 \mu\text{m}$ である。

2.2 引張り試験 塑性ひずみは引張り試験機 (島津製作所製 AG-10TE) により導入した。引張りひずみを全ひずみで 1, 2, 4, 6, 8, 10, 18, 28 および 38% 与えた後に除荷した。これらは塑性ひずみでは、それぞれ 0.9, 1.9, 3.9, 5.8, 7.7, 9.7, 17.6, 27.4 および 37.3% に対応する。クロスヘッド速度は 0.1 mm/min とし、ひずみは標点距離 25 mm の伸び計で測定した。

2.3 EBSD 法による解析 EBSD 測定は、走査型電子顕微鏡 (日本電子 JSM-6500F) に取り付けられた結晶方位測定装置 (TSL 社 OIM) により、図 2 に示す試料表面 (S 面)、垂直横断面 (V 面) および内部平行面 (P 面) に対して行った。測定領域内に 50 個以上の結晶粒が含まれるよう $1000 \mu\text{m} \times 1000 \mu\text{m}$ の範

囲で行った。また、最も粒径が小さい $25 \mu\text{m}$ 程度の結晶粒内において $5 \times 5 = 25$ 点以上の測定点数を確保するため、走査間隔は $5 \mu\text{m}$ とした。結晶粒は方位差が 10° 以上、等価粒径が $15 \mu\text{m}$ 以上と定義し、六角形格子で測定を行った。

塑性変形を定量的に評価するパラメータとして、Image Quality (IQ), Grain Orientation Spread (GOS), Grain Average Misorientation (GAM) および Kernel Average Misorientation (KAM) ^{(5),(6)} の 4 種を検討した。

GOS は画像処理 (Hough 変換) 後の Kikuchi パターン強度に関連する値であり、試料表面の転位密度や残留ひずみ等に関連する。

GOS は同一結晶粒内において、ある測定点と残り全ての測定点間のミスオリエンテーションの平均値である。概念図を図 3 に示す。測定点 i と j のミスオリエンテーションを α_{ij} とし、結晶粒内に n 個の測定点がある場合、この結晶粒の **GOS** 値は次式となる。

Fig. 3. Definition of grain orientation spread (GOS).

Fig. 4. Definition of grain average misorientation (GAM).

Fig. 1. Shape of specimen.

Fig. 2. Sections for EBSD analysis.

$$GOS = \frac{\sum_{i,j=1}^n \alpha_{ij(i \neq j)}}{n(n-1)} \quad (1)$$

GOS は結晶粒内の広い範囲に渡るミスオリエンテーションを表す。

一方, GAM は同一結晶粒内における隣接測定点間のミスオリエンテーションの平均値であり, 結晶粒内の狭い範囲のミスオリエンテーションを表す。図 4 に示すように, 隣接測定点の境界 i におけるミスオリエンテーションを α_i^A とし, 結晶粒内に境界が m 個存在する場合, この結晶粒の GAM 値は式(2)で表される。

$$GAM = \frac{\sum_{i=1}^m \alpha_i^A}{m} \quad (2)$$

KAM は個々の測定点におけるミスオリエンテーションを表す。図 5 の場合, 図中央の測定点の近接 6 点の中で方位差が 10° 以上の 2 点は結晶粒外の点として除外するため, 中央点に与えられる KAM 値は次式となる。

$$KAM = \frac{\alpha_{2,4} + \alpha_{5,4} + \alpha_{6,4} + \alpha_{7,4}}{4} \quad (3)$$

個々の結晶粒におけるミクロな結果から, 測定領域全体におけるマクロな平均値を個数平均および面積平均として求めた。個々の結晶粒における GOS の値を $(GOS)_k$, 測定範囲内に M 個の結晶粒が存在する場合, 個数平均 $(GOS)_{ave}^N$ は次式となる。

$$(GOS)_{ave}^N = \frac{\sum_{k=1}^M (GOS)_k}{M} \quad (4)$$

各結晶粒の面積を S_k とすると, 面積平均 $(GOS)_{ave}^S$ は次式となる。

Fig. 5. Definition of kernel average misorientation (KAM)

$$(GOS)_{ave}^S = \frac{\sum_{k=1}^M S_k (GOS)_k}{\sum_{k=1}^M S_k} \quad (5)$$

GAM に関しても GOS と同様に個数平均 $(GAM)_{ave}^N$ および面積平均 $(GAM)_{ave}^S$ を求めた。KAM については, 測定領域全体における平均値を求めた。

2.4 X線回折法 EBSD測定と同一の試験片に対して X 線回折像を記録し, ミスオリエンテーションの測定を行った。X 線発生装置は封入管型 X 線装置 (TRY-XDU) を使用し, 管電圧 30 kV, 管電流 10 mA で CuK_α 線による回折像をイメージング・プレート (IP : FUJI FILM BAS-MS2325) に記録した。X 線は直径 0.5 mm のピンホールを通して試料に垂直に照射し (試料表面上照射域は直径 1.5 mm 程度), 照射時間は 5 min とした。試料と IP の距離は $L = 60$ mm とした。IP に記録した回折像はスキャナ (FUJI FILM BAS-1800II) により $50 \mu m$ の解像度で読み取り, コンピュータの画像処理によって計測を行った。

X 線回折像の模式図を図 6 に示す。デバイ環上の斑点の接線方向の広がり S_T は回折結晶のミスオリエンテーションを表し, 図中のミスオリエンテーション β とは次式で関係する。

$$S_T = \frac{L}{|\cos 2\theta|} 4 \sin \theta \sin \frac{\beta}{2} \quad (6)$$

ただし, θ は回折角であり, L は IP と試料間の距離である。この値は次式で求められる。

$$L = R \cdot \cot 2\theta \quad (7)$$

ここで, R はデバイ環の半径である。また, 図 6 において回折斑点が IP の中央に対して張る角 γ と β は次式で関係する。

Fig. 6. Measurement of X-ray diffraction pattern.

$$\sin \frac{\beta}{2} = \cos \theta \sin \frac{\gamma}{2} \quad (8)$$

一つの斑点は一つの結晶粒からの回折であり、式 (8) による β は全方位差に対応する。本実験では負荷ひずみを全ひずみで 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10 および 12% 加えた後に除荷した試験片表面の 3ヶ所において回折像を記録した。各回折像上で 3ヶ所の明瞭な回折斑点を選択し、画像処理によってデバイ環の半径 R および各斑点の広がり S_T を測定した。ミスオリエンテーションの値はこれら 9 個の平均値とした。

3. 実験結果および考察

3.1 EBSD 法によるミスオリエンテーションの分布 負荷前および塑性ひずみ 3.9% を与えた場合の

試料表面 (S 面) における同一領域の逆極点図を図 7 に示す。各測定点における試料表面に垂直方向の結晶方位を基準三角形のグレースケールで表した。負荷方向は水平方向である。塑性変形後の (b) では、粒径の大きい結晶粒ほど変形が大きく、これらの粒内では結晶方位に分布が観察された。これは、隣接結晶粒による拘束のため、負荷ひずみの増加と共に結晶粒内でサブ領域に分割して回転したためであると考えられる。

図 8 に負荷前および塑性ひずみ 27.4% における GOS の分布図を示す。(b) における真黒部分は表面の粗さ等により EBSD 測定でデータが得られなかった部分である。真黒部分を除くと、GOS は粒径が大きい結晶粒ほど大きく、小さい結晶粒ほど小さい傾向が見られた。これは、小さな結晶粒ではすべりが粒界に阻止されやすいのに対し、大きな結晶粒内では粒界の影響が

Fig. 7. Inverse pole figure map on surface S.

Fig. 8. Grain orientation spread map on surface S.

小さく、すべりの進展可能領域が大きいいため塑性変形量が大きくなり、より大きな粒内ミスオリエンテーションが発生したことが要因の一つと考えられる。

塑性ひずみ 3.9% おける KAM の分布図を図 9 に示す。白線は隣接測定点間の方位差が 10° 以上の境界である。白線近傍では KAM の値が大きくなる傾向が顕著であった。これは、粒内で発生したすべりが粒界等で阻止され、粒界近傍に転位が堆積し塑性変形が大きくなる現象が EBSD 法で精密に測定できている結果と言える。低炭素鋼においても同様の報告がなされている⁷⁾。

図 7 (a) に示した直線 A-B 上の測定点間のミスオリエンテーションの変化を図 10 に示す。ミスオリエンテーションは結晶粒内では約 0.5° であるが、 $x = 13 \mu\text{m}$ にある粒界に近付くにつれ 4° 近く上昇しており、粒界による転位の阻止・堆積効果が明確である。一方、図 9 では、図 11 (図 9 と同一領域の光学顕微鏡写真) における II および III の粒界では KAM が

Fig. 9. Kernel average misorientation map on surface S at $\epsilon_p = 3.9\%$.

Fig. 10. Change of misorientation between neighboring points on line A-B in Fig. 7 (a).

上昇しているが、I および II の境界では KAM の上昇が見られない。この要因を検討するため、EBSD 測定結果から Schmid 因子を計算し、I、II および III における活動すべり系を求めた。図中で観察されるすべり線は、白の実線で示した活動すべり系の計算結果 (Schmid 因子が最大の系) と良く一致しており、I および II では $(\bar{1}\bar{1}1)\langle 101 \rangle$ 、III では $(1\bar{1}1)\langle 011 \rangle$ のすべり系が活動したことがわかった。この結果、I および II の活動すべり系はほぼ平行であり、かつこれらのすべり線が境界ともほぼ平行であるため、すべり変形が阻止されることが少なく、境界でのひずみ蓄積が小さいと考えられる。一方、II および III における活動すべり系は大きな角度を有し、これらが粒界において不連続に接するため、粒界によるすべり阻止効果が大きく、ひずみが多く蓄積したと考えられる。この様に EBSD 法によるミスオリエンテーションの解析は微視的な解析に有力であり、今後、微小疲労き裂の進展挙動の解析に有力な手段となるであろう。

3.2 EBSD 法によるミスオリエンテーションの平均的挙動 測定領域全体の平均的な挙動を検討するために、全測定点における EBSD パラメータの平均値を計算した。

図 12 に示した IQ と塑性ひずみの関係では、他のパラメータほど明確ではないが、塑性ひずみと共に減少する傾向が見られた。 IQ は塑性ひずみのみでなく、表面性状や表面形状の影響も大きく受けるため傾向が明瞭でないと考えられる。

図 13 に示した GAM と塑性ひずみの関係では明確な相関が見られた。図中の (N) および (A) は、それぞれ全測定点の個数平均および面積平均値である。塑性ひずみ 3.9 ~ 27.4% については、試料表面である S 面に加え、試料内部で S 面に平行な P 面および垂直な V 面の測定も行った。面積平均の方が個数平均より

Fig. 11. Optical micrograph on surface S corresponding to Fig. 9.

15% 程度小さくなったが、両者の差は小さい。4% 未満ではやや下に凸の傾向があるが、約 20% までは塑性ひずみと共にほぼ直線的に増加する。20% 以上では上に凸になり、40% 程度で一定値に収束する傾向となった。V 面および P 面における結果は S 面よりも小さくなった。試料内部の平面ひずみ状態では、試料表面の平面応力状態よりも結晶粒の変形が拘束され、ミスオリエンテーションが小さくなる挙動が EBSD 法によって観察されたと考えられる。

図 14 には KAM と塑性ひずみの関係を示す。KAM は GAM と比較する若干小さい値となったが、塑性ひずみと共にほぼ直線的に増加する傾向、および試料内部においてミスオリエンテーションが小さくなる傾向は GAM と同様であった。

図 15 には GOS と塑性ひずみの関係を示す。どの結果においても、GOS はひずみが小さい領域では塑性ひずみと共に直線的に増加した。GAM と同様に 20% 以上では上に凸となり、その後は一定値に収束する傾向が見られる。これは、塑性ひずみが小さい範囲では結晶粒内で比較的均一に変形する傾向が強いが、塑性

ひずみが大きくなると結晶粒が複数のサブ領域に分割して回転するため GOS が増加しにくくなるためと考えられる。また、GOS においては個数平均より面積平均の方が 30% 程度大きくくなっている。これは面積平均の計算では大きい結晶粒の値がより支配的になるためであり、近接測定点のミスオリエンテーションを表す GAM では両者の差は小さい。試料内部においてミスオリエンテーションが小さくなる傾向は GAM と同様であった。

3.3 X 線回折法によるミスオリエンテーション

イメージングプレートに記録された X 線回折像の例を図 16 に示す。同一個所における回折像を塑性ひずみが 1.9% および 3.9% についてそれぞれ (a) および (b) に示した。塑性ひずみの増加と共に回折斑点が接線方向に広がっている。塑性ひずみが 12% を越える範囲については、斑点の広がりが大きくなり近接斑点同士が結合したため測定が不可能となった。画像処理により斑点の接線方向の広がり S_T およびデバイ環の半径 R を計測し、式 (6)、(7) および (8) からミスオリエンテーションの平均値を計算した。

Fig. 12. Change of IQ with plastic strain.

Fig. 14. Change of KAM with plastic strain.

Fig. 13. Change of GAM with plastic strain.

Fig. 15. Change of GOS with plastic strain.

EBSD による S 面の測定結果と併せて図 17 に示す。X 線回折法による結果は EBSD 法の場合と同様に、低ひずみ領域では塑性ひずみと共に直線的に増加する。また、X 線回折測定全域に渡って GOS と良い一致が見られる。従って、ミクロな EBSD 測定の結果をマクロな測定結果に関連付けるには、測定領域の広がりや考慮した GOS による評価が最適であると結論できる。ミクロな測定結果を GOS で統計処理してマクロな測定結果とすることにより、EBSD 法による塑性変形挙動の評価を従来法と比較できるばかりでなく、X 線回折像による測定では不可能であった高ひずみ範囲の測定も可能である。

4. 結 論

全ひずみで 1 ~ 40% まで引張り変形させたオーステナイトステンレス鋼 (SUS316) 試験片に対して、EBSD 法および X 線回折法を使用して、結晶のミスオリエンテーションの測定を行い、その分布および平均

(a) $\varepsilon_p = 1.9\%$ (b) $\varepsilon_p = 3.9\%$
Fig. 16. X-ray diffraction pattern on IP.

Fig. 17. Results of misorientation measurement.

的挙動と塑性変形量の関係を検討した。得られた主な結果は以下の通りである。

- (1) EBSD 法で測定した隣接測定点間のミスオリエンテーションである Kernel Average Misorientation (KAM) によって、一結晶粒内のミスオリエンテーションの分布を測定することが可能であり、すべりが伝ばしにくい粒界近傍には、すべりの阻止効果による KAM の増大が明確に測定された。
- (2) 一結晶粒内における隣接測定点間のミスオリエンテーションの平均値である Grain Average Misorientation (GAM) の測定領域内での平均値は、付与した塑性ひずみとともに比例的に大きくなり、ひずみが 20% 以上では飽和する傾向にあった。ひずみが 30% を超えるとはほぼ一定となる。
- (3) EBSD 法で求められる一結晶粒内のミスオリエンテーションの広がりに対応する Grain Orientation Spread (GOS) の測定領域での平均値も、付与した塑性ひずみとともに比例的に大きくなり、ひずみが 20% 以上では飽和する傾向にある。また、試験片の内部の GOS は、表面での測定よりやや小さくなるが、ひずみに対する変化挙動は同様であった。
- (4) X 線回折図形のはん点の広がりから求められる全方位差は、ひずみとともに 10% 程度まで比例的に増大する。それ以上のひずみでは連続環となり測定できない。また、同一ひずみでの全方位差の測定値の平均は、EBSD 法による GOS の平均値とほぼ一致した。
- (5) EBSD 法の GOS と GAM の測定領域全体の平均値から、その領域の塑性ひずみを評価することが可能であり、局所ひずみ測定法として 30% 程度まで利用可能である。一方、X 線回折法の全方位差も局所ひずみ測定法として利用できるが、10% 程度までである。

参考文献

- (1) 平修二, 田中啓介, 材料, 18 (1969), 18-23.
- (2) 平修二, 林健吉, 田中啓介, 材料, 16 (1967), 32-37.
- (3) 近藤了嗣, 阿部武治, 多田直哉, 清水一郎, 日本機械学会論文集 (A 編), 69 (2003), 924-931.
- (4) 美野和明, 福岡千枝, 吉澤廣喜, 日本金属学会誌, 64 (2000), 50-55.
- (5) S. I. Wright, Proc. 12th Int. Conf. on Textures of Materials, 1 (1999), 104-109.
- (6) A. J. Schwartz, M. Kumar and B. L. Adams, Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, (2000), 247-264, Kluwer Academic Publishers.
- (7) H. Kimura, Y. Akiniwa, K. Tanaka, Y. Tahara and T. Ishikawa, JSME Int. J. Series A, 47-3 (2004), 331-340.