

後方散乱電子回折(EBSD)付属の 走査電子顕微鏡を用いた間歇的観察

山本 厚之*

透過電子顕微鏡(TEM)内その場変形実験が精力的に行われた時期があった。著者も疲労変形の動的観察を行っていた⁽¹⁾のでその長所と短所は理解している。最大の欠点は非常に高価な1000 kV級のTEMが必要なことであり、一般的な手法として普及するに至らなかった。これに比較すると安価な走査電子顕微鏡(SEM)を用いた動的観察も行われたが、結晶学的なデータが得られないという欠点があった。現在では、後方散乱電子回折(EBSD)測定装置をSEMに付属させた、SEM-EBSDシステムが多く用いられるようになり、方位解析に関してはTEMよりも格段に優れたものとなった。TEMよりも広い視野について観察可能なSEMの利点を生かし、結晶学的情報を盛り込んだその場実験が行えるようになったのである。

しかし、SEM-EBSDによるその場実験においては、試料とEBSD検出器の蛍光板が近接していることにより、二つの理由で実験条件が制約される。一つは加熱実験に関するものであり、蛍光板に熱的損傷を与えないような温度以下に限られる。試料から放出される熱電子によるノイズも問題となる。二つ目は変形実験に関するものであり、大がかりな装置はスペース的に組み込めない。上記TEMによるその場変形実験では、透過観察可能な薄膜試料であったから十分な応力負荷ができたのである。これら2点を回避して行うのが「間歇的観察」である。

6061Al合金の再結晶過程について間歇的観察を行った結果を図1に示す⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。圧下率30%の圧延を室温で行い、その後673 Kで焼鈍した。約500×800 μmの視野について、圧延前から同一箇所を観察を行った。その一部であるEBSD像を1枚得るには少なくとも10分間程度の時間を要する。その間に組織は変化してしまうので再結晶挙動の観察は元来EBSDその場観察には不向きである。そこで焼鈍はSEM外で塩浴を用いて行った。Arイオンポリッシングで表面を研磨してSEM内に戻し、同一視野を探してEBSDを測定する、という手順を繰り返した。

図1(a)中に矢印で示した部分に、旧結晶粒Cの歪誘起粒界移動(SIBM)の初期状態が見られる。この部分は(b)、(c)に見られるように、旧結晶粒Kを侵食して成長し、別のSIBMにより母結晶粒Cとのつながりを断たれて再結晶粒No. 31となる(d)。母結晶粒Cはやがていくつかの再結晶粒

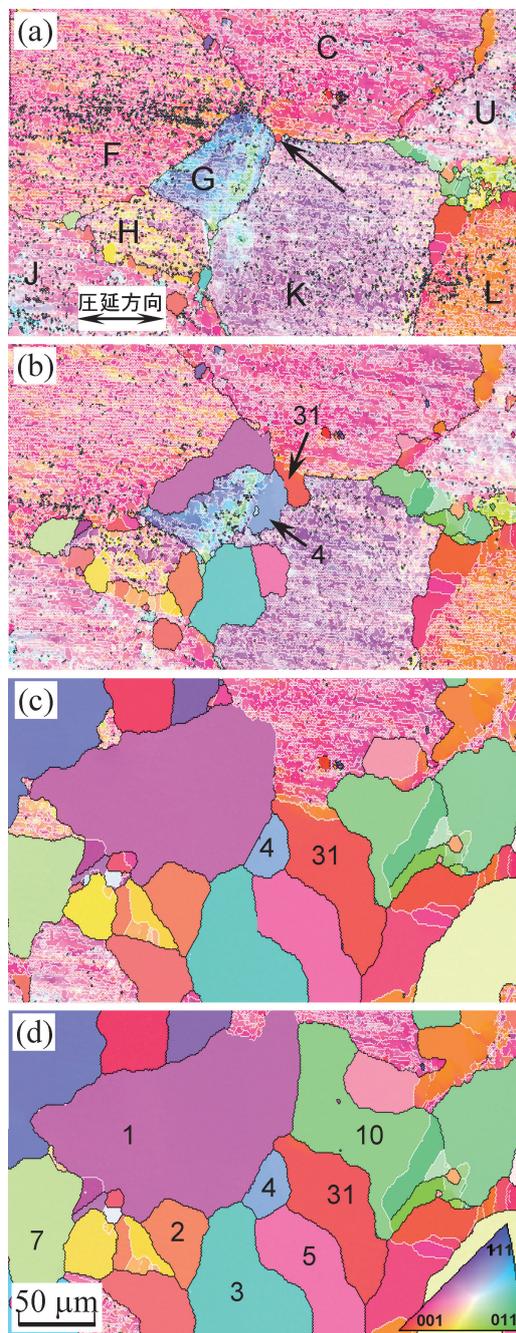


図1 室温で30%圧延を施した6061AL合金の673 Kでの再結晶挙動の間歇的観察⁽³⁾。(a) 120 s, (b) 240 s, (c) 1.2 ks, (d) 2.4 ks。

* 兵庫県立大学教授；大学院工学研究科物質系工学専攻(〒671-2201 姫路市書写2167)
Intermittent Observations Using an SEM Attached with EBSD; Atsushi Yamamoto (Graduate School of Engineering, University of Hyogo, Himeji)
Keywords: Electron BackScatter Diffraction; EBSD, Scanning Electron Microscope; SEM, recrystallization, deformation twin, aluminum alloy, magnesium alloy
2010年5月6日受理

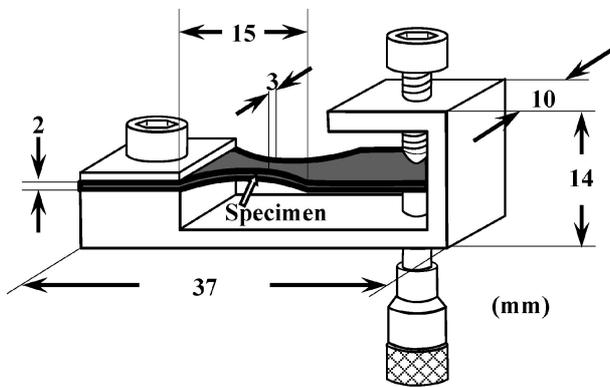


図2 SEM-EBSD用小型曲げ変形ジグおよび試料の模式図⁽⁵⁾。

に侵食されて消滅するが、分身であるNo. 31はK中に残る。同様に母結晶粒Gは消滅するが、Gから生じた再結晶粒No. 4はK中に存続する。C、GともK中に「移住」したことになる。圧延前も観察しているのだからわかることであるが、再結晶粒は、圧延により生じた結晶回転後の方位を継承しており、圧延前の方位とは数 10° 異なる方位となっている。

30%程度の低圧下後の再結晶過程は、「粒界移動」と「粒移住」であることを示した初めての結果と思われる。

試料台とスクリーンとの狭いスペースに納まる小型曲げ変形ジグの模式図を図2⁽⁵⁾に示す。およそ $50^{\text{H}} \times 40^{\text{L}} \times 10^{\text{W}}$ (mm)の大きさである。試料の形状とサイズも示した。マイクロメータヘッドあるいはボルトを回すことで試料表面に圧縮および引張り応力を負荷する。

厚さ1 mmのAZ31Bマグネシウム合金板材の圧縮-引張り交番曲げ変形を行った結果を図3⁽⁵⁾に示す。観察部近傍に貼った歪ゲージによる測定では、歪振幅はおよそ $\pm 4\%$ であった。応力負荷あるいは除荷はジグをSEM外に取り出して行い、その後SEM内に戻してEBSD測定を行う、という手順を繰り返した。

(a)は変形前である。底面方位の結晶粒が多い。(b)は圧縮側に曲げた状態のままで測定した結果である。図中に矢印で2例示したように変形双晶が発生した。その後除荷した状態が(c)であり、一部形状が変化した双晶もみられるが、ほとんどの双晶は残存した。(d)は引張り側に曲げた状態での測定結果であり、(e)はその後除荷した状態である。(d)では暗い部分が増加して双晶を含む結晶粒がいくつか見えなくなっているが、(b)中に矢印で示した双晶をはじめ、すべて消滅している。(e)では画質が回復し、双晶がないことが明瞭に示されている。これら双晶はいずれも $\{10\bar{1}2\}$ 型であった。

Mg合金の変形双晶が応力の反転によって生成-消滅を繰り返すことを、その場中性子回折測定で間接的に示した例⁽⁶⁾はあるが、直接の組織変化として示した初めての結果であろう。

上記2例で用いたのは、普及型のSEM(W-フィラメント)とEBSDである。得られた結果はそれぞれ新しい知見を含むものである。その場観察よりも間歇的観察の方がSEM-EBSD測定に適している。

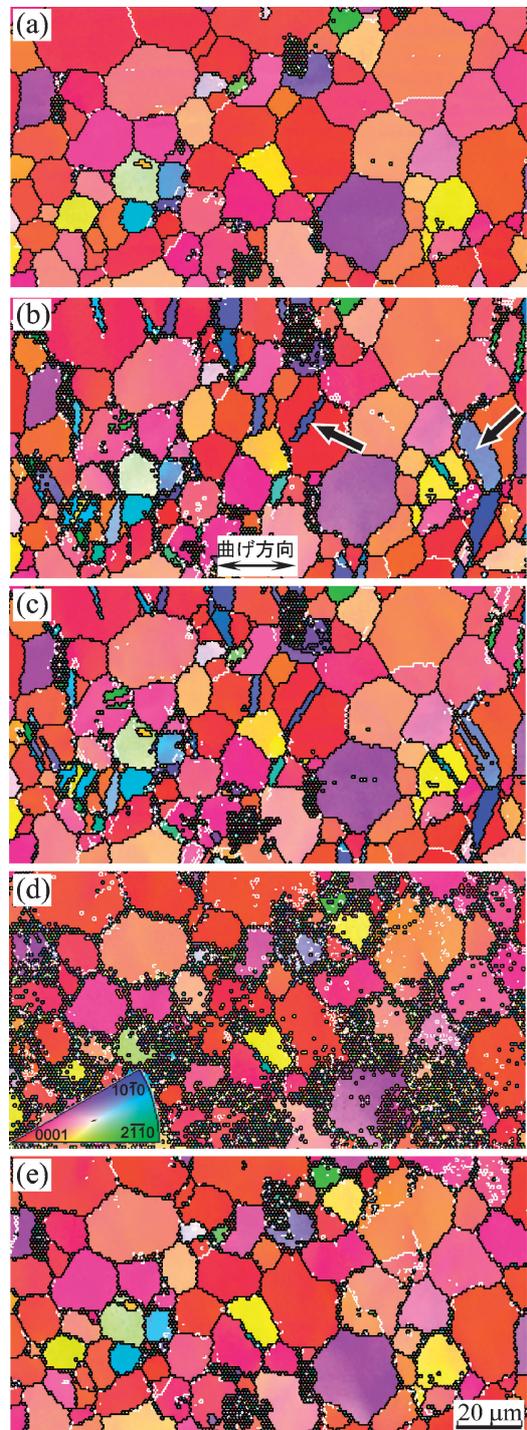


図3 圧縮-引張り交番曲げ変形を施したAZ31Bマグネシウム合金⁽⁵⁾。(a)変形前、(b)圧縮応力下、(c)除荷、(d)引張り応力下、(e)除荷。

文 献

- (1) A. Yamamoto and T. Imura: Proc. Electron Microscopy 1980, 4(1980), 368-371.
- (2) 山本厚之, 福本信次: 軽金属, **59**(2009), 479-485.
- (3) 山本厚之: 軽金属, **60**(2010), 68-74.
- (4) 山本厚之: 軽金属, **60**(2010), 124-128.
- (5) T. Uota, T. Suzu, S. Fukumoto and A. Yamamoto: Mater. Trans., **50**(2009), 2118-2120.
- (6) L. Wu, A. Jain, D. W. Brown, G. M. Stoica, S. R. Agnew, B. Clausen, D. E. Fielden and P. K. Liaw: Acta Mater., **56**(2008), 688-695.