

アルミ材の電子線後方散乱回折試料作製方法の検討

Examination of a Sample Preparation Method for the Electron Backscatter Diffraction of Aluminum Materials

田中 俊行

Toshiyuki Tanaka

機械素材研究所 無機材料担当

マイクロ組織の結晶方位情報が取得可能な電子線後方散乱回折 (EBSD) は金属材料の評価において重要な測定手法の一つである。本技術レポートでは、アルミ材について EBSD を測定するための試料前処理として、手研磨と自動研磨による研磨方法の違いを検討した。アルミニウムは他の金属と比べ延性が大きく粘質であるため、研磨によって質の高い平滑面を得るのは手間のかかる作業である。自動研磨によって目視のレベルでは平滑面が簡易に得られ、さらに EBSD 測定も可能であるが、カーネル平均方位差マップで解析すると、自動研磨では加工変質層が十分に除去できていない可能性が示唆された。

1. はじめに

金属材料の内部断面を顕微鏡で観察すると、各材料で全く異なる模様を呈しており、一般に「組織」と呼ばれている。人間の目には見えないナノ～マイクロメートルサイズの微小な組織が「マイクロ組織」である。マイクロ組織は、単独の純金属もしくは化合物の領域である「相」と、相と相とを隔てる「界面」から構成されており、相の種類と組織の構造が材料の強さ、硬さ、靱性、耐食性、耐熱性、耐摩耗性、被削性等といった各種物性の起源となっている。このため、材料の評価としてのマイクロ組織観察が一般に行われている。一方、電子顕微鏡にて平面状の試料に対し斜めに電子線を照射すると電子線後方散乱回折 (Electron BackScatter Diffraction: EBSD) という現象が起き、試料の結晶構造に応じた電子線回折パターンが得られる^{1),2)}。EBSDにより試料表面の一定面積を連続的に測定・解析する事で観察対象の表面に露出している結晶方位を可視化できる。各結晶方位の領域をマイクロ組織の相の領域と考えると、結晶方位を基準としたマイクロ組織像を取得できる。

EBSDによる像を取得するためには、観察したい面を平滑に磨き、目的とする結晶粒断面を表面に露

出させる研磨の前処理が必須となる。試料研磨においては砥粒のサイズを大きいものから小さいものへと段階的に細かくしていく事が一般的である³⁾。この時、試料表面には砥粒直径の3分の1程度の深さまで歪みが残留した加工変質層が形成されたと考えられている⁴⁾。とりわけ EBSD 測定においては加工変質層を除去するための研磨に繊細な制御を要する。

金属材料の中でもアルミニウムは延性が大きく粘質で、負荷のかけ方によって容易に平滑面が乱される事から、熟練者が手研磨にて時間をかけて慎重に研磨していた。本技術レポートでは、EBSD 試料作製時の省力化のため、アルミ材に対し自動研磨装置を適用した事例と手研磨との比較を検討した結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 テストピースの作製

本検討で用いるテストピースは鋳造にて自作した。鋳造のための石膏型はロストワックス法により作製した。電気炉に黒鉛ルツボを挿入し、ルツボの中に金属アルミニウムの粒 (純度 99.0%以上) を加え、850°Cにて熔解した。作製した石膏型に溶湯を流し

込み、冷却凝固させ文鎮形状のテストピースを作製した（図1）。



図1 文鎮形状のテストピース

2.2 観察試料作製

テストピースの铸込み時の底部を旋盤にて厚さ約5mm、直径約25mmの円盤状に整えた。

手研磨の手順を次に示す。铸込み時の底面を耐水サンドペーパー（＃180～＃2000）にて手で磨いた後、試料研磨機（リファインテック製リファインポリッシャーHV）によるバフ研磨を、テストピースを手で支えながら行った。研磨剤には砥粒径5 μ m、0.3 μ mのアルミナ懸濁液、及びコロイダルシリカ（BUEHLER製MasterMet2）を順に用い、それぞれの研磨剤毎に20分ずつ磨いた。最終仕上げとして、イオンミリング装置（日立ハイテク製ArBlade5000）による平面ミリングを行った（条件を表1に示す）。

自動研磨の手順を次に示す。手研磨による手順で表面調整を行った試料について2.3で示すEBSD測定を行った後、自動研磨装置（丸本ストルアス製RoToPol-15）を用い粗い砥粒から改めて研磨を行った（研磨条件を表2に示す）。自動研磨装置による研

表1 イオンミリング（平面ミリング）の条件

イオン種	アルゴン
加速電圧	6.0kV
放電電圧	1.5kV
ガス流量	0.15cm ³ /min
ミリング時間	7分
イオンビーム照射角度	80°
イオンビーム偏心量	0mm
ステージ回転運動	25rpm
放電電流	450 μ A
ビーム電流	187 μ A

磨は、面出し研磨、精研磨、ダイヤモンド琢磨、酸化物琢磨の順に行った。自動研磨装置の場合も、手研磨と同様に平面ミリングを行った。

2.3 EBSD 測定方法

2.2の平面ミリング後に電界放出型走査電子顕微鏡（日立ハイテク製SU5000）の試料室へ試料を挿入した。EBSD測定は同顕微鏡に付属のOIM結晶方位測定装置（TSLソリューションズ製DVC5）を用いて行った。

3. 結果と考察

EBSD測定によって得られたカーネル平均方位差（Kernel Average Misorientation: KAM）マップを図2に示す。結晶粒界の定義は、測定点と測定点の間の方位差が5°以上である場合とし、該当する測定点間

表2 自動研磨装置による研磨の条件

工程 ^a	作業面 ^a	研磨剤 ^a	砥粒径 [μ m]	潤滑剤 ^a	回転数 [rpm]	荷重 [N]	時間 [分]
面出し研磨	MD Primo 220	SiC	—	水	300	50	5
精研磨	MD-Largo	DP-懸濁液	9	青	150	50	5
ダイヤモンド琢磨	MD-Mol	DP-懸濁液	3	赤	150	50	4
酸化物琢磨	MD-Chem	OP-S	—	—	150	50	2

^a 丸本ストルアス製品の呼称

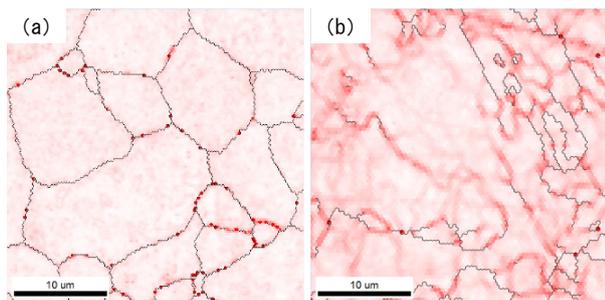


図2 KAM マップの比較、(a) 手研磨、(b) 自動研磨

に黒線を引いた。測定点間に5°未満の方位差がある場合、方位差の大きさ（KAM 値）に比例して赤色のコントラストが強調されるように描画した。手研磨と自動研磨による方法ともに、数～十数マイクロメートルの結晶粒径をもつマイクロ組織が可視化されていた。手研磨と自動研磨を比較すると、手研磨では結晶粒内に赤色のコントラストがある程度薄く均一に広がっているのに対し、自動研磨では濃い網目模様が目立っていた。

このマップ内の KAM 値の出現頻度分布を図3に示す。手研磨と比べ、自動研磨では分布が高角度側に広がっていた。また、KAM 値の平均が手研磨では0.41°であったのに対し自動研磨では1.08°であった。KAM 値は隣接する測定点間の微小な方位変化、すなわち残留歪みに関係した値と考えられている⁴⁾。このことから、自動研磨のマップに見られた網目模様

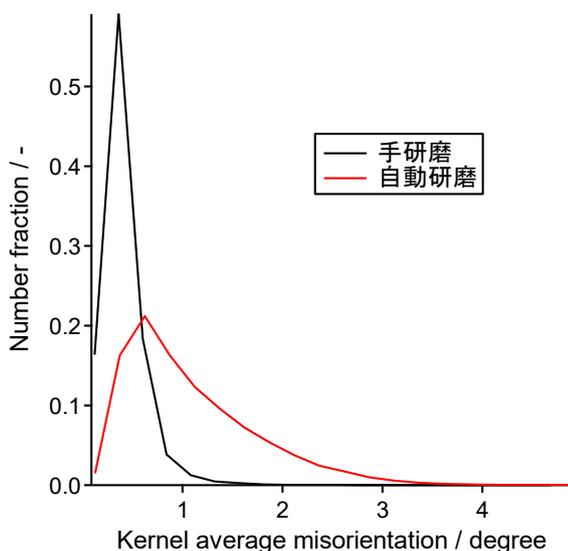


図3 KAM 値の出現頻度分布の比較

は、研磨によって生じた加工変質層の微細な歪みを反映しているものと考えている。

以上より、今回の研磨条件においては、手研磨と比べて自動研磨では加工変質層を十分に除去しきれていない可能性が示唆された。

4. おわりに

アルミ材について、EBSD 測定により、結晶方位を基準としたマイクロ組織像を取得した。この観察試料を作製する際の前処理（研磨）に自動研磨装置を用いたが、今回の条件では加工変質層が十分に除去しきれていないと推察された。自動研磨装置による研磨でも手研磨と同程度に加工変質層が除去できる条件（荷重、時間等）を見出す事が今後の検討課題である。

謝 辞

本検討は、公益財団法人JKAからの補助を受けた設備を利用して行いました。

文 献

- 1) Schwartz, A. J., Kumar, M., Adams, B. L., Field, D. P.; *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, 2nd, Springer, p.1-20(2009).
- 2) Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Scott, J. H. J., Joy, D. C.; *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, 4th, Springer, p.496-514(2018).
- 3) 材料技術教育研究会; *組織検査用試料のつくり方 - 組織の現出 -*, 大河出版, p.14-22(2008).
- 4) 株式会社 TSL ソリューションズ; *EBSD 読本 - OIM を使用するにあたって -*, 第3版, p.84-106(2009).