

電子放出形走査型電子顕微鏡装置を使用した研究成果

酒井 孝^{*1}, 菊田 進作^{*2}, 組沢 至^{*3}, 下村 勇理^{*4}, 吉川 さおり^{*5}

Result of Microscopic Observations and Texture Analyses by Using FE-SEM-EDS/EBSD Apparatus

Takashi SAKAI^{*1}, Shinsaku KIKUTA^{*2}, Itaru KUMISAWA^{*3}, Yuri SHIMOMURA^{*4} and Saori YOSHIKAWA^{*5}

(Received September 14, 2012)

1. はじめに

「電界放出形走査型電子顕微鏡装置」は、高分解能のFEショットキー型走査型電子顕微鏡(以下SEMと略)に、電子線後方散乱回折法による結晶方位解析装置(以下EBSDと略)、およびエネルギー分散型X線分析装置(以下EDSと略)を組み込んだ装置である。図1に本装置の外観写真を示す。電界放出形走査型電子顕微鏡装置は、高分解能のFEショットキー型走査型電子顕微鏡(日本電子(株):JSM-7001F)に、電子線後方散乱回折法による結晶方位解析装置(株TSLソリューションズ:EBSD装置)とそのソフトウェア(株TSLソリューションズ:OIM6.0)、およびエネルギー分散型X線分析装置(日本電子(株):JED-2300F)から構成されている。

本報ではこの装置を用いた組織観察と、集合組織観察の最新の結果について簡単に紹介する。



図1 電界放出形走査型電子顕微鏡装置の外観

2. アルミニウム合金板のスプリングバック特性 に及ぼすレーザ切断の熱的影響^{*2}

板金加工分野において、レーザ切断は高精度かつ高品質な加工を実現し、多品種少量生産に大きな成果を上げている。近年では、地球環境保全に対する社会的要請により、アルミニウムなどの軽金属材料への適用が拡大し、要求される加工精度も一層高まっている。しかしながら、レーザ切断は溶融を伴う加工であるため、その切断面近傍では熱影響層が形成し、その他の部位と比べて組織や粒界構造、結晶方位などの微視的な材料特性に相違が生じる。このことから、レーザ切断された被加工材のスプリングバック特性は一般的な納入材とは異なり、曲げ加工の精度安定性を阻害している。

スプリングバック特性はプレス条件や金型形状とは別に材料の引張強さやヤング率、塑性歪み、加工硬化などに大きく左右される。そこで本テーマはアルミニウム合金板に及ぼすレーザ切断の熱的影響を調査し、スプリングバック特性に及ぼす阻害要因について検討した。

供試材は工業用純アルミニウムA1050とAl-Mg-Si系合金A6022を用いた。いずれも圧延率90%の冷間圧延を施した厚さ1.2mmのH18材である。試験片の寸法は長さ100mm×幅50mmとし、(株)アマダ社製のCO₂レーザ加工機で切断を施した。レーザ加工条件は、切削速度 $S = 6.0 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$ 、レーザ出力 $F = 2.0 \sim 4.0 \text{ kW}$ である。

組織観察と結晶方位解析の測定箇所はレーザ切断面の板厚中心部とし、約 $120 \mu\text{m} \times 80 \mu\text{m}$ の領域を $0.2 \mu\text{m}$ 間隔で走査した。集合組織の面積率は理想方位から 15° 以内を同一方位成分として算出した。

図2は各レーザ出力条件で切断を施した各種アルミニウム合金板の結晶粒界マップである。ここでは方位差 15° 以上の大角粒界を黒色線、方位差 15° 未満の小角粒界

*1: システムデザイン学科准教授 (sakai@st.seikei.ac.jp)

*2~*4: 大学院理工学研究科理工学専攻修士学生

*5: エレクトロメカニクス学科学部学生

を灰色線で示している。A1050-H18において、納入材は圧延によって伸長した繊維組織を呈し、結晶粒内部では数多くの小角粒界が形成した。しかし、 $F=2.0\text{kW}$ では等軸状の再結晶粒を呈し、内部の小角粒界は減少している。 $F=3.0\sim 4.0\text{kW}$ では大部分で等軸状の再結晶粒を呈し、小角粒界が総じて消滅した。このことから、レーザ切断の熱的影響は回復・再結晶を誘起させ、切断面近傍に強度低下や延性回復などの軟化現象を招くと推察される。

A6022-H18において、納入材では同様に伸長した繊維組織を呈し、その内部組織は小角粒界で構成されている。 $F=2.0\sim 4.0\text{kW}$ では小角粒界を有する繊維組織が残存し、粒界に沿って微細な再結晶粒が生成・成長していることから、一次再結晶の初期段階であるものと思われる。これはA6022-H18に添加された合金元素の固溶や析出によって、回復・再結晶挙動が抑制されたことを示唆するものである。以上のことから、レーザ切断された被加工材の切断面近傍では、回復・再結晶にともなう強度や塑性歪み、加工硬化の減少などが考えられる。

	A1050-H18	A6022-H18
As-received		
$F=2.0\text{ kW}$		
$F=3.0\text{ kW}$		
$F=4.0\text{ kW}$		

図2 レーザ切断したアルミニウム合金板の粒界マップ

3. ダイレス引抜により創製したマイクロチューブの集合組織評価*3

マイクロ加工技術は、小型化・軽量化・高機能化・高性能化など、既存の製品に対し付加価値をもたらすことから、多岐にわたる発展に貢献できるものとして、注目が集まっている。その中でもマイクロチューブは医療、化学、電気・電子分野など、多くの分野での需要が高い。

マイクロチューブ創製に関し、首都大学東京の古島らは局所加熱および引張の作用を用いる、ダイレス引抜きによるチューブ創製の実験を行い径の減少に成功した。しかしさらなる細管化の追求の際には、割れ・破断などの問題が生じているのが現状である。マイクロ化により結晶粒径の割合が素材寸法に対して大きくなることから、材料特性と結晶特性はより密な関係を持つ。つまり高精度なチューブの創製には、材料の集合組織・結晶方位といった微視的特性の加工による変化の調査が重要である。

そこで本テーマでは、ダイレス引抜き加工にともない生じる局所加熱・引張および供給速度の変化が及ぼす集合組織への影響を、微視的な材料特性である結晶方位特性から解明することを目的とした。今回の結晶方位の調査では、本装置を用いて局所的な結晶方位測定を行った。またそのデータより、OIM ver.6.0を用いて各種結晶方位の解析を行った。

供試材として(株)日本特殊管製作所製のオーステナイト系ステンレス鋼SUS304チューブを用いた。初期寸法は、外径 $500\mu\text{m}$ 、内径 $240\mu\text{m}$ である。ダイレス引抜きは金型等の引抜き機器を使わず、チューブの一部に局所加熱と引張変形を与えることで、断面減少をもたらす加工法である。

図3にEBSD結果のIPFマップを示す。図で示した結果は、断面減少率20%で一定とし加熱温度を② 850°C ・⑥ 1100°C ・⑦ 1200°C に変化させた3点、加熱温度 1000°C で一定とし断面減少率を⑤20%・⑩30%・⑮40%に変化させた3点、引抜き速度を⑭ 0.025mm/s ・⑰ 0.25mm/s ・⑱ 2.5mm/s に変化させた3点のそれぞれである。

(i) 温度の変化による違い ② 850°C と⑥ 1100°C での引抜きでは、再結晶しており $5\mu\text{m}$ 程度の微細結晶粒を形成した。また 1200°C においては粒成長による粗大化が確認できた。これより断面減少率20%では⑦ 1200°C 付近より粒成長が起こることがわかった。

(ii) 断面減少率の変化による違い 断面減少率 R が高くなるにつれて、わずかながら結晶が粗大化している。これは高断面減少率の方が試料に付加されるひずみ量が多くなるため、同加熱温度での引抜きでも、再結晶および粒成長温度が低くなったためと考えられる。

(iii) 供給速度変化による違い 供給速度⑭ 0.025mm/s において再結晶が起こった。引抜き速度が遅いことで加熱時間が長くなるため再結晶が発生した。その他の供給速度の結果において再結晶はみられず、引抜き方向に伸長した結晶を形成したままである。

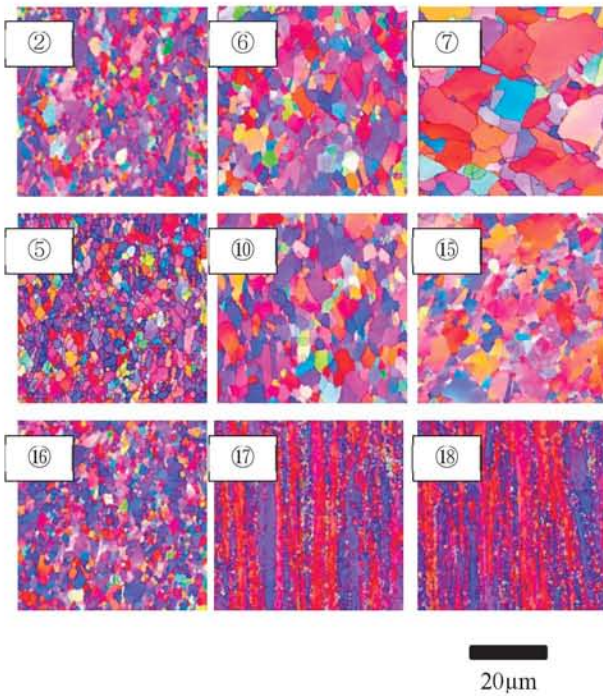


図3 様々な条件で引き抜いたマイクロチューブの結晶方位マップ

4. 純銅の荷重負荷様式の違いによる集合組織の変化^{*4}

近年、金属材料の材料特性を調査する上で結晶方位の研究が盛んに行われている。この結晶方位は微視的な材料特性に影響を与える要因である。多結晶体においてはこの結晶方位が異方性を決定するため、材料の機械的性質と密接な関係にある。この結晶方位はさまざまな外的要因によって変化する。その要因として塑性加工があげられる。

金属の曲げ加工もこれに含まれ、金属を曲げるとスプリングバック現象が起こる。また、一度塑性変形を与えた金属材料に予変形とは逆方向に応力を加えた場合に、より小さな応力で塑性変形が生じるパウシンガー効果が起こる。これまでに、これらの問題において微視的な要因から発生の原因を調査した報告はない。

そこで、本テーマではこの研究の最初の段階として、純銅の曲げ試験を行いスプリングバックの発生した試料と、単軸の引張・圧縮試験を行いパウシンガー効果の発生した試料の両方に対して、本装置を用いて、局所的な結晶方位の解析を行った。これにより、結晶方位の変化、集合組織の形成、微視的な組織変化について実験的に調査した。

曲げ試験用の試験片の供試材として、(株)ニラコ社製の純度 99.96%の純銅板材を使用し、縦 10mm、横 5mm、高

さ 1mmに切削し試料として試験に使用した。また引張試験、圧縮試験用の試験片供試材として、(株)ニラコ社製の純度 99.9%の純銅丸棒を使用し、標点距離 50mm、径 14mm、平行部の長さ 60mm、肩部の半径 15mmの試験片を製作し引張試験、圧縮試験用の試験片として使用した。EBSD測定用の試料として、曲げ試験を行った後の試験片をファインカッターを用いて切断し、その後、エメリペーパーと Al₂O₃ 粒子を使用し機械研磨を行った後、H₃PO₄ 4300ml+H₂O 100mlの溶液を用い、電圧 5V、電流 0.2A、腐食時間 5sで電解研磨を行った。

次に純銅多結晶材のスプリングバック量の測定と曲げ部試験片製作を目的とした曲げ試験を行った。曲げ試験機には(株)前川試験機社製 500kN万能試験機を用い、(株)アマダ社製の 88° V曲げ治具のパンチとダイを用いて曲げ試験を行った。スプリングバック量の測定は、(株)アマダ社製の高精度角度センサBI-Jを用いて測定をした。曲げ試験はクロスヘッド下降速度 1mm/minの条件で行った。

本テーマでは、結晶方位解析の測定のステップ サイズは 1µmで行った。曲げ後の圧縮側表層部に関して、RD方向に7点の測定を行った。

曲げ後の圧縮側RD方向のIPFマップを図4に示す。微細な結晶粒がRD方向にかけて約 0.6mmまでで分布していることが分かった。これによって、曲げ加工において、圧縮側での組織への影響は、曲げ線を中心として1.2mmの範囲内で起きていることが分かった。

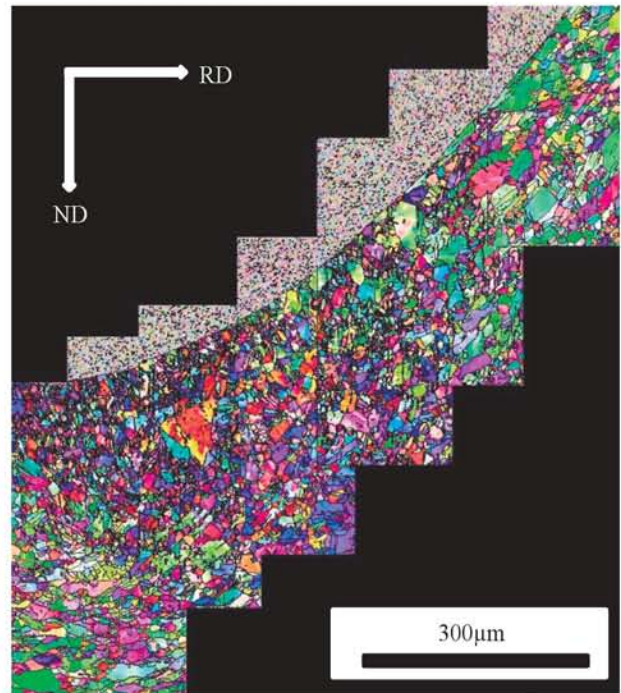


図4 純銅材曲げ部圧縮側表層部の結晶方位マップ

5. 純銅単結晶材に対する曲げ変形のSEM-EBSDその場観察*5

コネクタや半導体部品として広く利用されている銅製品は、製品の小型化やプレス加工の高速化に伴い、高精度な曲げ加工性が求められている。そこで近年は結晶集合組織に着目した微視的な材料特性の研究が盛んに行われている。結晶集合組織は金属材料の機械的性質と密接に関係することが知られており、例えば結晶粒の微細化が曲げクラックの原因となるせん断帯を分散させることや、代表的な集合組織であるCube方位を強く示す集合組織は曲げ加工性に優れていることが、今までの研究で明らかにされてきた。

しかし、曲げ加工前後におけるこのような結晶方位・集合組織変化に関する諸研究はなされて来たものの、曲げ加工最中に結晶がどのように変化するかは未解明であった。加工中の変化挙動は、加工後の変化を正確に予測する重要な要素である。

そこで本テーマでは、純銅単結晶材を用いて本装置の鏡筒内で曲げ試験とその場観察を行い、曲げ角度の変化に伴う集合組織挙動を後方電子回折法解析により明らかにすることを目的とした。単結晶材とは材料中の結晶軸の方向が全て同一のものであり、一般的に存在する多結晶材に対して、単結晶材は特殊な製法を用いて人工的に製造される。材料のどの点を観察しても全て同じ方位を示す単結晶材は、結晶粒界や結晶方位の影響を受けることがなく、シンプルな変形挙動を観察することができる。本研究ではその特性を利用し、曲げ変形の圧縮部、引張部における変形最中の集合組織変化の過程を明らかにするとともに、同条件で観察した純銅多結晶材と結果を比較した。今回SEM-EBSDその場観察に使用した供試材として、単結晶純銅と(株)ニラコ社製の板厚 $t=1.0\text{mm}$ 純度99.996%の多結晶純銅(C1020)を使用した。

いずれも曲げ試験片として板厚 $t=1.0\text{mm}$ 板幅 $d=5.0\text{mm}$ 板長 $l=30\text{mm}$ に切削を施したものを使用した。単結晶材は軸方向 $\{111\}$ の円柱材料から、ND// $\{000\}$ 、TD// $\{101\}$ 、RD// $\{111\}$ となるように試験片を採取した。治具を用いて試料を固定し、観察面に対してエメリペーパーを用いた湿式研磨と、 Al_2O_3 粒子とコロイダルシリカを用いたバフ研磨による機械研磨を施し、実験に使用した。

本テーマでは、JSM-7001Fに(株)TSLソリューションズ製の曲げ試験機を試料台として装着し、SEM鏡筒内において曲げ試験を行いながらその場観察をする。この曲げ試験機は3点自由曲げであり、曲げ荷重は両端の支点が上昇することで負荷される。制御はソフトウェア上で行き、

支点部の上昇量を $1\mu\text{m}$ 単位で制御して最大曲げ角度 90° まで 15° 間隔の曲げ加工最中を観察した。

結晶方位解析はOIM ver. 6.0を用いて行った。測定箇所はTD面において4点を測定し、板厚方向 1.0mm 、板長さ方向 0.5mm の範囲における曲げ部結晶方位データを得た。また、結晶方位測定とともに試料台を 70° 傾斜させた状態の試料のSEM顕微鏡写真を撮影した。結晶方位データの解析は、板厚方向を3等分した(a)上部、(b)中部、(c)下部をそれぞれ圧縮部、中立軸部、引張部と定義し、角度ごとの結晶方位と結晶粒変化を調べた。

今回測定をしたIPFマップを図5に示す。単結晶材では、曲げ変形が進むにつれ下部引張側にすべり線が形成されているのが確認された。このすべり線上は、変形前に一緒に配向していた $\{101\}$ 方位とは異なる方位を示した。

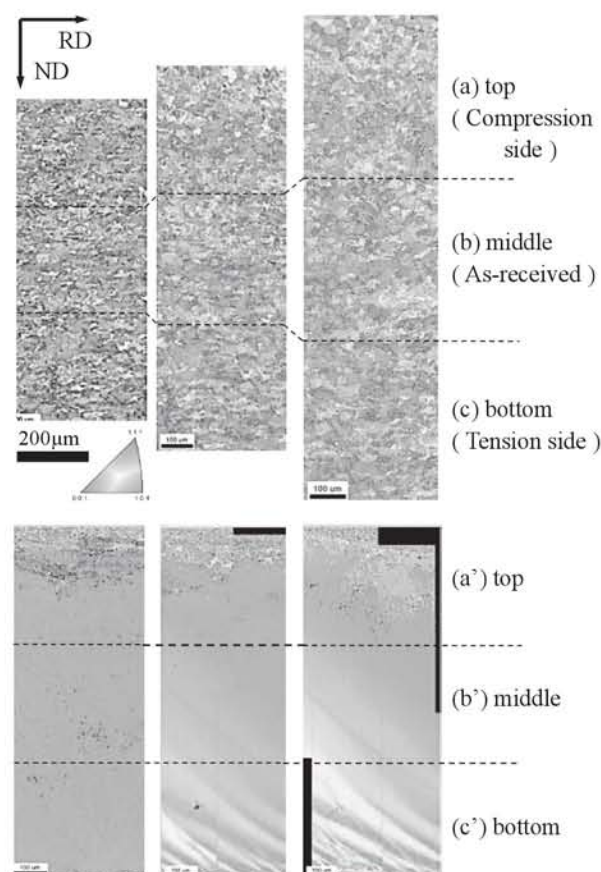


図5 0°、45°、90°曲げに対する結晶方位マップ (上段：多結晶材、下段：単結晶材)

6. おわりに

本装置の導入以来、土日祝日を含めて毎日稼働しており、すでに様々な試料に対して有用なデータが得られている。本装置によって得られたデータやそれを使った考察は、材料工学分野において画期的な研究の進歩をもた

らす。ここで紹介した結果を含めて、今後の様々な学会
や論文集で発表していく計画である。