

電子後方散乱回折 (EBSD) による結晶方位差分布の測定

Measurement of Crystal Misorientation Distribution by Electron Backscatter Diffraction

釜谷 昌幸 (Masayuki Kamaya)*

要約 ステンレス鋼やニッケル合金では、塑性ひずみによって応力腐食割れの感受性が大きくなることが知られているが、その原因については明らかでない。応力腐食割れは、微小なき裂の発生・成長に端を発する局所破壊現象であることから、その発生に及ぼす塑性ひずみ影響を考察するには、不均一に分布する局所的な塑性ひずみを把握することが重要である。電子後方散乱回折 (EBSD) を用いることで、試料表面付近の結晶方位をナノメートルオーダーの分解能で測定できる。そして、測定データから局所的な結晶方位の変化 (局所方位差) を算出することで、局所的なひずみ量を推定することができる。本研究では、EBSD を用いて局所方位差の不均一な分布を精度よく測定することを試みた。まず、純銅の試験片に引張試験によって塑性ひずみを導入した。変形中の試験片表面のデジタル画像から塑性ひずみの分布をイメージ相関法によって求め、EBSD 測定によって得られた局所方位差との対応関係を調べた。その結果、局所方位差は、塑性ひずみよりも、変形によって材料内部に蓄積される転位の密度との相関が大きかったことが明らかになった。次に、局所方位差の同定精度を向上させるための領域平均法を開発し、EBSD 測定における方位測定誤差の影響を低減することに成功した。そして、局所方位差が結晶粒界で大きくなる様子を観察した。さらに、領域平均法の適用にあたっての設定条件について考察するとともに、局所方位差の不均一分布をより詳細に観察するための方法について検討した。最後に、以上の結果を反映した局所方位差分布の測定手順を示した。

キーワード 電子後方散乱回折, 塑性ひずみ, 結晶方位差, イメージ相関法, 局所分布, 冷間加工, 銅, 多結晶

Abstract It is well known stress corrosion cracking in stainless steel and nickel based alloy is enhanced by plastic strain induced in the material, although the reason why has not been fully understood. Since stress corrosion cracking begins from small crack initiation and its growth, it is important to know the inhomogeneous distribution of plastic strain. Electron backscatter diffraction (EBSD) enables us to measure crystal orientations on specimen surface with a spatial resolution of nano-meter order. The magnitude of local plastic strain can be estimated from change in crystal orientation (misorientation) obtained. In this study, distributions of the misorientation were evaluated by using EBSD. A tensile specimen made of pure copper was subjected to tensile test to introduce plastic strain. From changes in surface images of the specimen during the test, distribution of plastic strain was identified by using the image correlation technique and was compared with distribution of misorientation obtained by EBSD measurement. It was revealed that the misorientation correlates well with dislocation density introduced by deformation rather than with local plastic strain. A data processing technique for improving accuracy of measured data of crystal orientation was developed and was successfully applied to obtain distributions of misorientation. The improved misorientation map showed that the misorientation tended to concentrate at grain boundaries. Influence of setting parameters in the new processing technique was investigated. Also, other techniques for improving a quality of distribution map were discussed. Finally, a procedure was shown for getting qualified misorientation distribution.

Keywords electron backscatter diffraction, EBSD, plastic strain, misorientation, image correlation technique, local distribution, cold work, copper, polycrystalline material

1. 緒言

塑性ひずみは、金属材料内部に転位などの欠陥の発生を伴い、硬さや降伏応力などの強度特性の変化

を引き起こす。そして、塑性ひずみによりステンレス鋼やニッケル基合金の応力腐食割れ (stress corrosion cracking, 以後 SCC) が加速されることが指摘されている^{(1)~(10)}。とくに、原子力発電プラント構

* (株)原子力安全システム研究所 技術システム研究所

造物では溶接、成形加工やプラント建設時の表面グラインダー加工などによって、塑性ひずみが加えられることがあり、SCC 顕在化の要因となっている⁽¹¹⁾。しかし、塑性ひずみが SCC を加速する機構については、塑性ひずみによるき裂先端ひずみ速度の増加⁽¹²⁾⁽¹³⁾や粒界すべりの促進⁽¹⁴⁾が寄与しているなどの考えが示されているものの、まだ明らかになったとは言えない。

多結晶体では材料の変形特性の異方性や結晶粒界の存在により、巨視的には均一に変形した場合でも、微視組織レベルでの塑性ひずみの分布は不均一となることが指摘されている⁽¹⁵⁾。一方、SCC は微小なき裂の発生・成長に端を発する局所破壊現象であることから⁽¹⁶⁾、その発生機構を考察するには、材料の平均的な特性より局所的な特性に着目することが重要となる。したがって、塑性ひずみの SCC に及ぼす影響について機構論的検討を進めるためには、SCC の加速要因となっている塑性ひずみの局所的な分布を同定することが必要となる。

電子後方散乱回折 (electron backscatter diffraction, 以後 EBSD) は、走査型電子顕微鏡における電子線回折の一種で、回折パターンから試料表面付近の結晶方位や結晶構造を同定することができる⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾。塑性ひずみにより導入された材料内部の転位は結晶方位の変化をもたらすことから⁽¹⁹⁾、EBSD により局所的な結晶方位の変化 (方位差) を測定することで、その部分における変形の程度を知ることができる。EBSD による方位測定の間隔分解能は、50nm 程度と言われている⁽¹⁸⁾。そして、商用の EBSD 装置を用いれば、材料表面のミリメートルオーダーの領域の方位分布を自動的に取得することが可能である。つまり、微視組織レベルの領域に対して、ナノメートルオーダーの情報を取得できるという特徴を有しており、微視組織レベルの SCC 挙動の機構論的検討を行う上で有用な手段となり得る。

EBSD を用いて材料に導入された巨視的な塑性ひずみを測定する方法については、筆者らのものを含めいくつかの方法が提案されている^{(20)~(26)}。しかし、局所的な塑性ひずみ分布については確立された測定方法はない。EBSD を用いることによって得られる方位差の局所分布 (以後、局所方位差) は、材料内の局所的な変形を評価する有用なパラメータであることが指摘されているが⁽²⁷⁾、定量的な評価にはいくつかの問題が存在する。例えば、塑性ひずみの局所分布と局所方位差の対応関係が明確でないこと

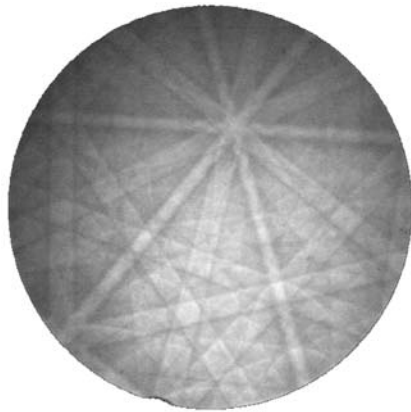
が挙げられる。単位長さあたりの変形量である塑性ひずみと、転位によって生じる局所方位差が一致する必然性はない。測定された局所方位差を定量評価に用いるためには、まずその物理的意味を明らかにしておく必要がある。また、EBSD 測定における結晶方位同定誤差も定量的な評価を困難にしている。一般に、EBSD で同定される方位差の誤差は $0.5 \sim 1^\circ$ 程度といわれており⁽²⁷⁾、微小な方位差を測定する場合は誤差の影響が無視できなくなる。とくに、局所方位差は、結晶方位測定点間の距離 (以後、ステップサイズ) に依存することから、測定の間隔分解能を上げるほど誤差の影響が大きくなる。

本研究では、局所方位差の定量測定のために、以下のアプローチによりこれらの問題の解決を試みた。まず、局所方位差と塑性ひずみとの対応については、引張試験中の試験片の表面状態の変化から、画像解析により局所的な変形量、つまりひずみ量を同定し、EBSD 測定によって得られた局所方位差との対応を調べた。そのため、ひずみの不均一分布の観察が容易な結晶粒を粗大化した純銅を用いて引張試験を実施した。局所方位差の算出には、精度を向上させるための新たに開発したデータ処理方法を適用した。そして、最適な処理条件を検討するとともに、局所方位差に含まれる誤差の影響や、ステップサイズによる局所方位差の変化について考察した。そして、適切な局所方位差を得るための手順を示した。

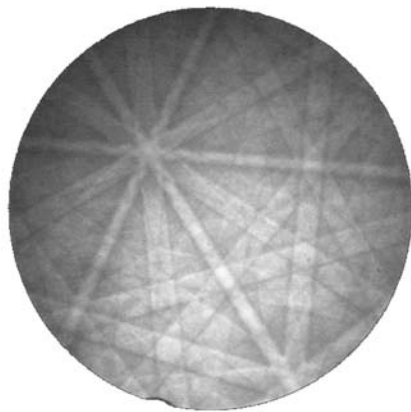
本章では、まず EBSD に関する基本事項と、塑性ひずみ測定のための基本的な考え方を説明する。そして、局所方位差測定のための具体的な実験方法、データ処理方法、結果、および考察について述べる。

2. EBSD によるマクロな塑性ひずみの測定

ステンレス鋼から得られる EBSD パターンの例を図 1 に示す。このような回折パターンは結晶構造と結晶方位に依存する。図 1 (a) と (b) で見られるパターンの変化は、その位置での結晶方位が異なることを意味する。結晶方位によってパターンの見え方は一意に決まるので、結晶構造が既知ならば得られたパターンから結晶方位を同定することができる。先にも述べたように、商用の EBSD 装置を用いれば設定領域内を一定間隔で結晶方位を自動的に同定することができ、図 2 に示すような結晶方位分布図を得ることができる。図 2 は溶体化ステンレス鋼の受け



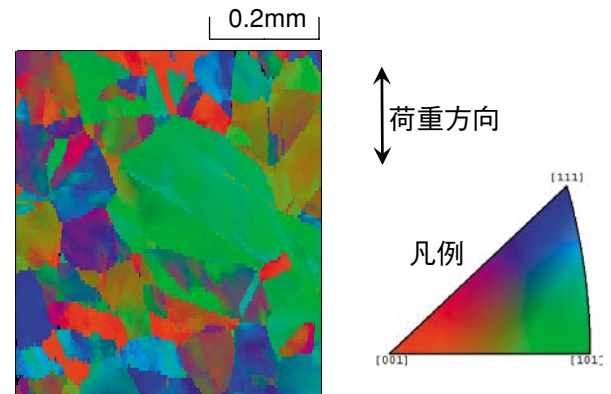
(a)



(b)

図1 EBSD パターンの例 (ステンレス鋼)

入れままの状態 (図 2(b)) と 14.4% の塑性ひずみを加えた後 (図 2(a)) の結晶方位分布を示している⁽²⁸⁾。同一結晶粒は同じ結晶方位を有することから、結晶方位を示す色の不連続な変化によって結晶粒界を認識することができる。塑性ひずみを加えることで、各結晶内部には変形に対応した幾何学的に必要な転位 (geometrically necessary dislocations, 以後 GN 転位) が発生する⁽²⁹⁾。そして、GN 転位により結晶粒が局所的に回転し、図 2(a) に示すような色の変化をもたらす。結晶の回転量は、結晶粒毎、および結晶粒内ではらついている。筆者らはこの結晶方位の局所的な変化から、スカラー量 *MCD* (modified crystal deformation) を定義した⁽²¹⁾。*MCD* は各測定点における結晶粒毎に求められた中心方位からの方位差の対数平均として算出され、結晶方位分布図毎に求まる。図 3 に示すように *MCD* と巨視的な塑性ひずみ量はよい相関を示し、材料の影響も小



(a) ひずみ 14.4% (データ数: 25344)



(b) ひずみ 0% (データ数: 23808)

図2 EBSD 装置により得られたステンレス鋼の結晶方位分布図 (試料面垂直方向からの方位)⁽²⁷⁾

さい^(21,30)。このように、塑性ひずみによって生じる結晶方位の変化を EBSD 測定により定量化することで、巨視的な塑性ひずみ量を評価することができる。局所的な塑性ひずみについても、局所方位差を定量化することで評価できると考えられる。

3. 実験方法

3.1 引張試験

供試材は、加工と熱処理により結晶粒を粗大化した純銅で、平均的な結晶粒径はおおよそ 300 μm であった。これをゲージ長さ 10mm、断面 1.5 × 3 mm の平板試験片に加工した (図 4)。試験片表面は、コロイダルシリカによる仕上げ研磨を行った後、50% 硝酸メタノール溶液で腐食させた。そして、CCD カメラの装備された光学顕微鏡上の小型試験装置により引張試験を実施した。毎分 0.1 mm のクロ

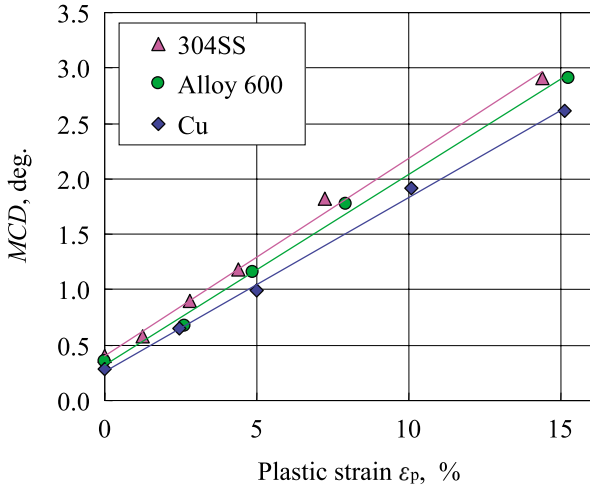


図3 結晶変形量 (MCD) と塑性ひずみの関係^{(21) (28)}

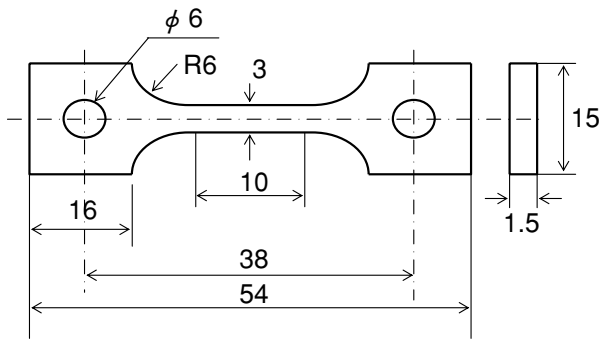
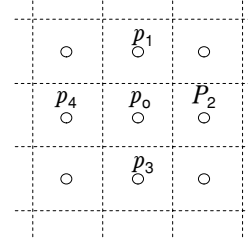


図4 試験片形状

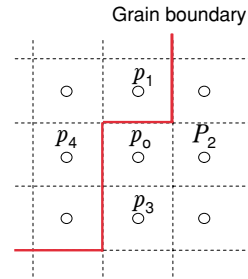
スヘッド移動速度で変形を加えた。変形中の表面の様子はデジタル画像として保存し、次に説明するイメージ相関法による塑性ひずみ分布の同定に用いた。材料表面に導入したビッカース圧痕間距離の変化から算出した公称塑性ひずみは3.2%であった。

3.2 ひずみ分布の同定

CCDカメラで取得された1280×1024ピクセルの試験片表面デジタル画像から、LaVision社製の画像処理ソフトウェアを用いてイメージ相関法⁽³¹⁾によりひずみ分布を同定した。このソフトウェアでは変形前後の画像で認識される輝度値分布の変化から、任意の位置の変形量と方向を同定する。具体的には画像中のある領域を設定し、その変形後の画像からもっとも良い相関を示す領域を探すことで、その領域の変位を求める。試行錯誤の結果、24ピクセル角の領域を設定することで、良好なひずみ分布を得ることができた。



$$M_L(p_0) = \frac{1}{4} \{ \beta(p_0, p_1) + \beta(p_0, p_2) + \beta(p_0, p_3) + \beta(p_0, p_4) \}$$



$$M_L(p_0) = \frac{1}{2} \{ \beta(p_0, p_1) + \beta(p_0, p_2) \}$$

図5 局所方位差 (M_L) の算出方法 ($\beta(i, j)$ は点 i と点 j の間の方位差を示す)

3.3 結晶方位測定

結晶方位の測定には電界放射型電子銃を装備した走査型電子顕微鏡 (ELIONIX ERA-8900FE) に設置されたEBSD装置 (TSL社製) を用いた。加速電圧25 kVの条件で、試料表面をステップサイズ1.5 mmで測定した。測定試料は引張試験後の状態、試験片表面のすべり線等を研磨で除去した状態、および塑性ひずみを付与していない試料の3種類を準備した。以後、それぞれの試料を”ひずみ材”, ”ひずみ研磨材”, および”無ひずみ材”と称する。

4. 結晶方位測定データの処理手順

測定された結晶方位データは、筆者らが開発した処理ソフトウェア⁽²⁸⁾を用いて処理し、結晶方位分布図や局所方位差分布図を作成した。本研究では、局所方位差 (M_L) を次式で定義する。

$$M_L(p_0) = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^4 \beta(p_0, p_i) \tag{1}$$

ここで、 $\beta(i, k)$ は、点 i と k の方位差を表す。点 p_i は図 5 に示すように、点 p_o を中心に隣接する 4 つのデータ点を示す。ただし、 $\beta(p_o, p_i) \geq 5^\circ$ の場合は p_o と p_i の間に粒界が存在すると定義し、局所方位差の計算から除外した。

緒言でも述べたように、方位差は $0.5 \sim 1^\circ$ 程度の誤差を含むことから、詳細な方位差分布を得るには誤差の影響を排除する必要がある。そこで、結晶方位の同定精度を向上させるため、以下に示すデータ処理方法を開発・適用した。方位差は絶対値として算出されることから、誤差に対して実際の方位差が小さい場合、方位差の平均は必ずしも誤差の減少に寄与しない。方位差の誤差は、その算出に用いる結晶方位測定値の誤差に起因し、その誤差は EBSD 測定や結晶方位同定時に生じる。そこで、結晶方位測定値を平均化処理することで、方位差同定精度の向上を試みた。図 6 に手法の概念図を示す。まず、測定範囲全体を $RA \times RA$ 個のピクセルで構成されるサブ領域に分割する。ここで、 RA は平均化の範囲 (range of averaging) を示す (図では $RA = 5$ としている)。そして、サブ領域毎に、結晶方位測定値の平均値を算出する。結晶方位の自由度は 3 で、さらに立方晶の場合には等価な 24 通りの角度変数の組み合わせが存在することから、結晶方位の平均値算出には工夫を要する。本研究では、4 元数による平均値計算⁽³²⁾と、最小ノルム法による等価角度変数の同定を行うことで方位平均を算出した。詳細は文献 (21) を参照されたい。サブ領域内に結晶粒界が存在する場合は、数の多い側の結晶粒の平均方位を算出する。このように複数の結晶方位測定結果の平均を

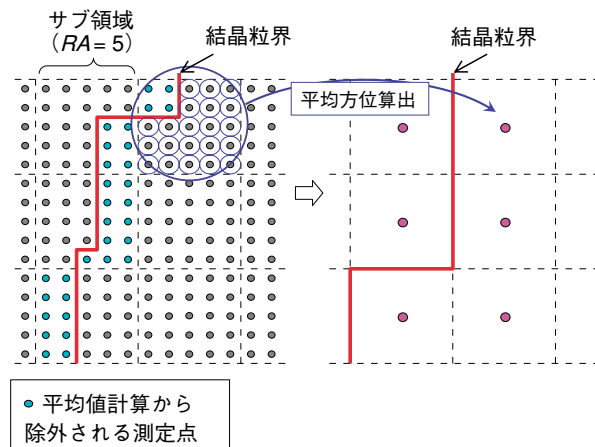


図 6 領域平均法の説明図

用いることで、結晶方位測定時に発生する誤差を平均化し、方位差同定の精度を向上させることができる。以後、本手法を領域平均法と称する。領域平均法を適用することによって、方位差分布のステップサイズは RA 倍される。

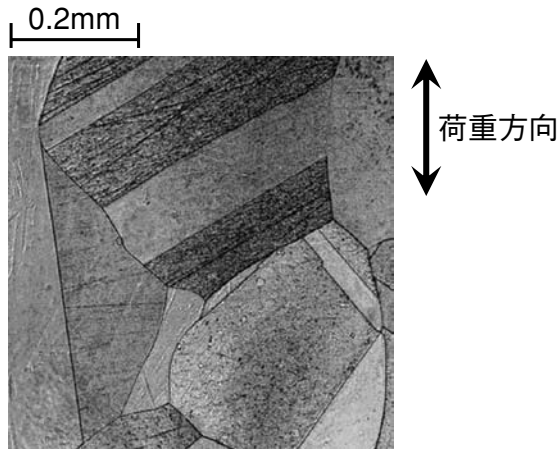
5. 結果

5.1 引張試験

引張試験前後の試験片表面の光学顕微鏡写真を図 7 に示す。表面の結晶粒組織を明瞭に認識することができる。引張試験により塑性ひずみを付与することによって、表面にすべり線が発生している。すべり線の間隔、角度等は結晶粒によって異なり、また同一結晶粒内においても場所によって現れ方が異なる場合がある。とくに、結晶粒界近傍においてすべり線が消滅している部分が多く見られる。図 8 は、イメージ相関法によって同定された試験片表面の荷重方向のひずみ分布を示す。試験片の巨視的な塑性ひずみは 3.2% であることから、図におけるひずみは塑性ひずみとほぼ等しい。ひずみは、局所的には 9% を超える部分が見られるなど不均一な分布をしている。ひずみの相対的に小さい図中の破線部は、図 7(b) ではすべり線が不明瞭な部分となっている。逆に、ひずみの大きい部分では明瞭なすべり線が観察できる。

5.2 結晶方位測定

図 9 はそれぞれの試料の結晶方位分布図を示す。結晶方位は測定面に垂直な方向から観察したものを示している。また、方位差 5° 以上の結晶粒界を実線で示している。測定データの中には、試料状態などにより EBSD パターンが不鮮明で、同定された方位の信頼性の低いデータも含まれる。そのような測定方位は、周囲の方位と大きく異なることになる。そこで、本研究では結晶粒を構成する測定点が 10 個以下の場合、そこに含まれる測定点のデータは、ブランク点と定義し、以後実施する計算には使用しないこととした。ひずみ材では、すべり線などによって表面状態が変化しているため、ブランク点となった小さい結晶粒が多く見られる。また、ひずみ研磨材においては、研磨作業中に発生したキズによると思われる箇所で、ブランク点が多くなった。研磨に



(a) 試験前



(b) 試験後

図7 引張試験による表面の変化（光学顕微鏡観察）

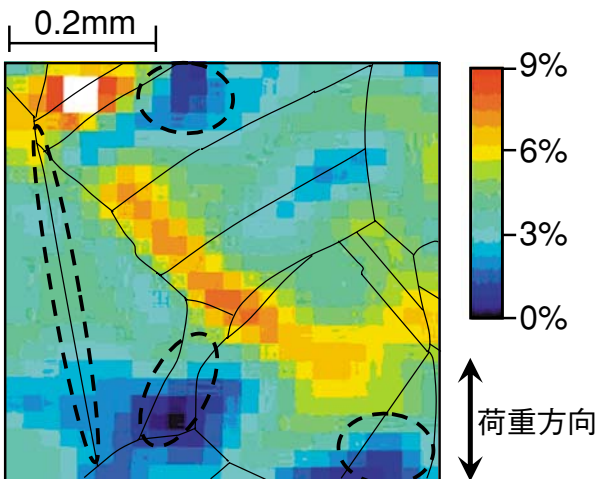
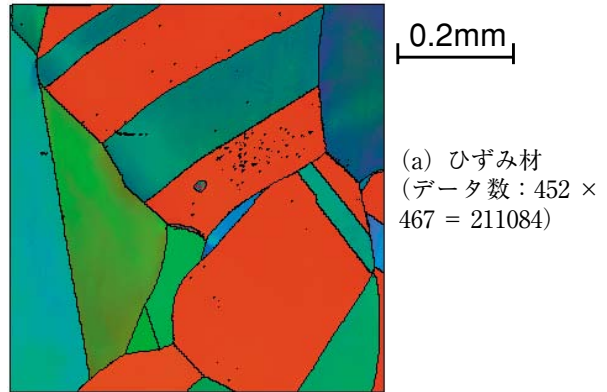
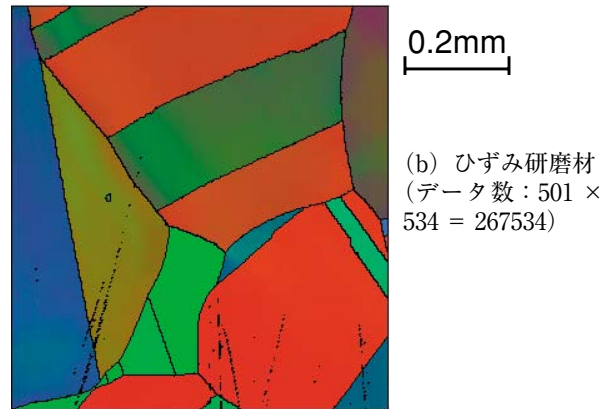


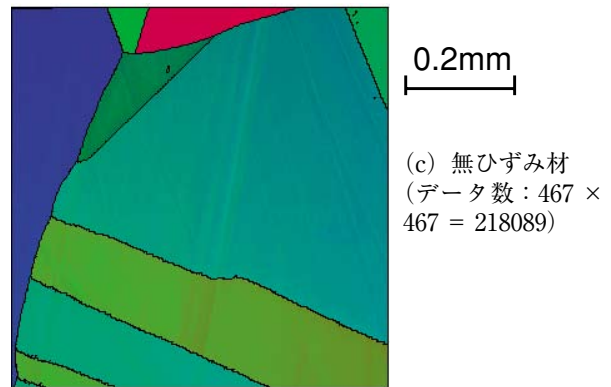
図8 イメージ相関法によって同定された試験片表面のひずみ分布（荷重方向成分）



(a) ひずみ材
(データ数：452 × 467 = 211084)



(b) ひずみ研磨材
(データ数：501 × 534 = 267534)

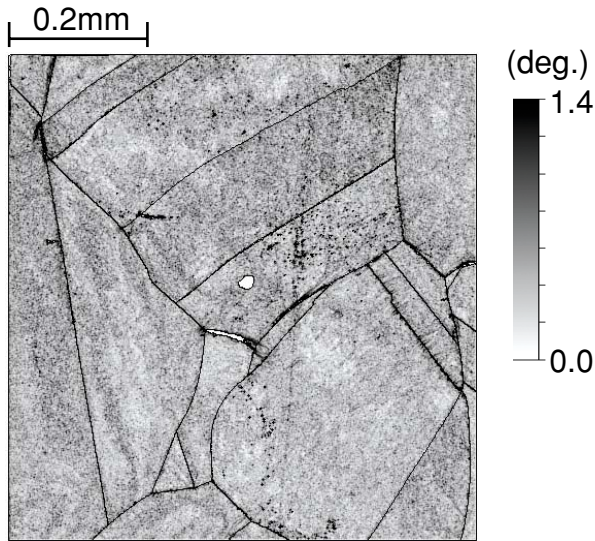
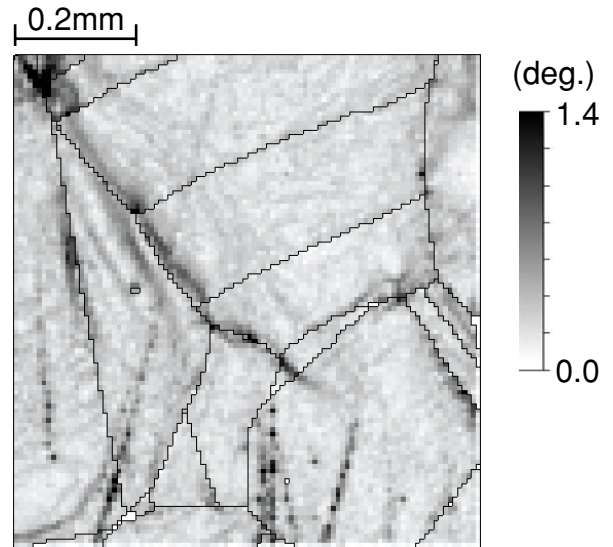


(c) 無ひずみ材
(データ数：467 × 467 = 218089)

図9 結晶方位分布図（試料面垂直方向からの方位，方位を示す色表示は図2と同じ）

よって結晶粒の形状が若干変化しているが、ひずみ材とひずみ研磨材はほぼ同じ領域を観察している。

塑性ひずみを加えた材料では、結晶方位が局所的に変化していることが分かる。また、無ひずみ材の場合にも、研磨キズによると思われる方位差が帯状に発生している。ひずみ材における局所方位差の分布を図10に示す。図に示す $RA = 1$ は領域平均法を適用しない場合を示し、 $RA = 5$ は 5×5 個のサブ領域分割による領域平均法を適用した場合を示す。測定データから直接局所方位差を算出した場合、方位差が大きい色の濃い部分が無数に点在しており、分

(a) $RA = 1$ (領域平均法適用なし)

(a) ひずみ研磨材

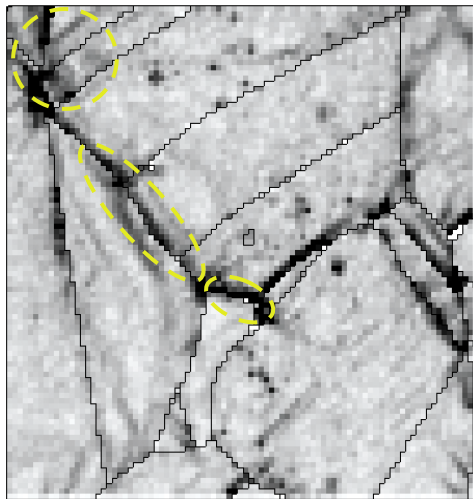
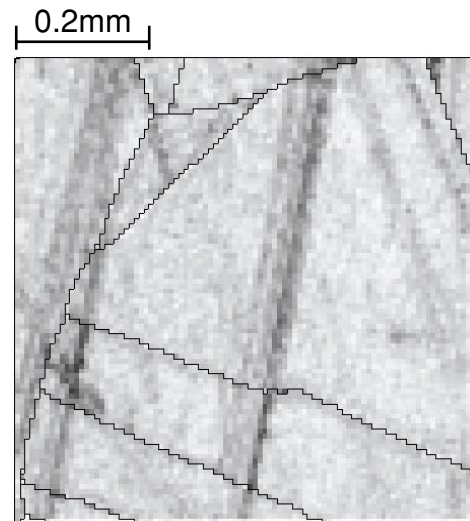
(b) $RA = 5$ (領域平均法適用)

図10 局所方位差分布 (ひずみ材)



(b) 無ひずみ材

図11 局所方位差分布 (領域平均法: $RA = 5$)

布の特徴を見出すことは難しい。それに対し、領域平均法を適用することで、局所方位差が不均一に分布している様子を明瞭に観察することができる。ひずみ研磨材および無ひずみ材の局所方位差の分布を図11に示す。表面を研磨することで、全体的に方位差が減少し、粒界近傍での不均一な分布がより鮮明になるが、研磨キズの影響も無視できない。無ひずみ材でも、図9で観察された研磨キズによると思われる方位差が観察される。本研究では、測定対象となる局所方位差が相対的に小さいため、わずかな研磨キズでもその影響が大きく現れた。

図12に試験片表面の荷重方向に垂直な線に沿った

局所方位差を示す。図10に示したように、 $RA = 1$ の場合は方位差がランダムに変化している。このランダムな方位差は、実際に発生している方位差ではなく、結晶方位測定誤差によって生じていると考えられる。一方、領域平均法の適用により、誤差による方位差の変化を減少させることができる。しかし、無ひずみ材であっても 0.2° 程度の方位差が存在する。

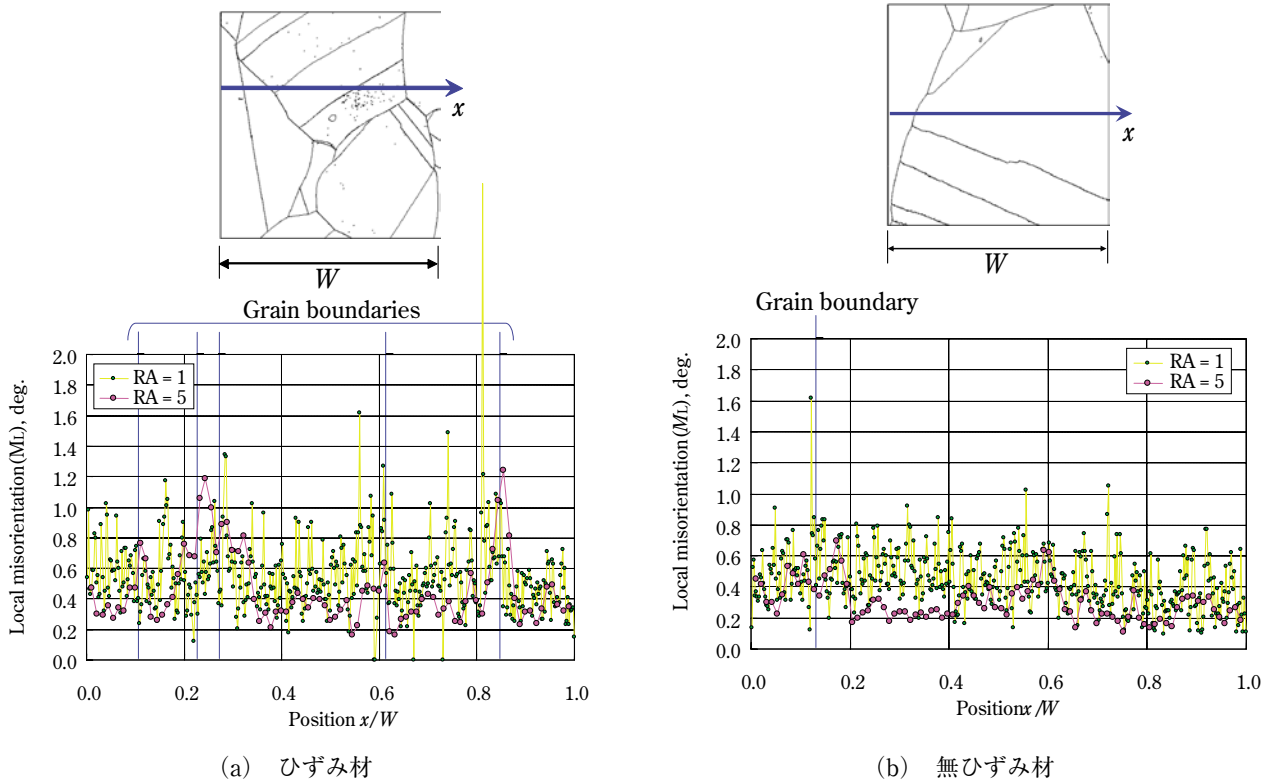


図12 局所方位差分布（直線に沿った分布）

6. 考察

6.1 塑性ひずみと局所方位差の関係

図10(b)の破線で囲んだ局所方位差の大きい部分と、図8に示した塑性ひずみの相対的に大きい部分は概ね一致している。しかし、詳細に見ると局所方位差は粒界部分で最大値を示しているのに対し、ひずみは粒界ではなくその近傍で大きくなっている。図10(b)の破線部分と図7(b)のすべり線を比較すると、当該部分ではすべり線が粒界近傍で消滅していることが分かる。

局所方位差と塑性ひずみ（すべり線）の関係は、図13のように模式的に示すことができる。結晶粒がすべり方向にせん断力を受けると結晶粒は転位の移動を伴い変形する。転位が完全に結晶粒を抜けた場合は、結晶粒は変形するが局所方位差は発生しない。また、表面にはすべり線が出現する。それに対し、結晶粒界などで転位の動きが止まり、転位が蓄積する場合は方位差が発生する。多結晶体の変形では、それぞれの結晶粒が不均一に変形し、さらに粒界での幾何学的な連続性を保つために結晶粒内部におい

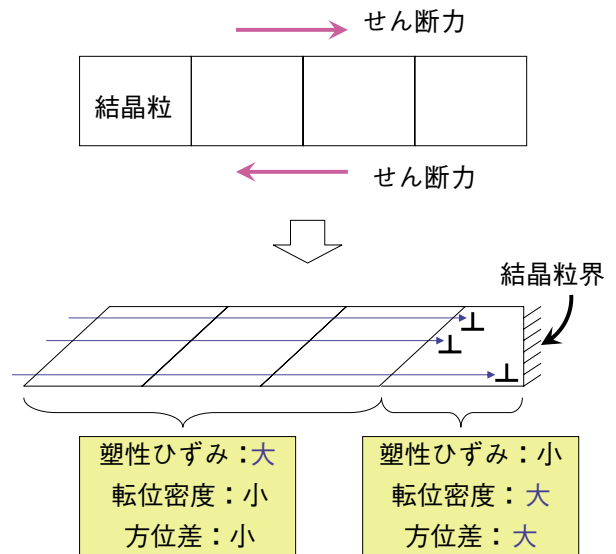


図13 結晶の変形に伴う局所方位差と塑性ひずみ関係

ても局所的に変形する。そして、局所的な変形を実現するために図13に示すような転位（GN転位）が発生することになる。転位の蓄積されやすい粒界近傍では見かけ上の変形は少ないのですべり線も少ない。以上のことから、EBSDで測定される局所方位差は見かけ上の変形量よりむしろ転位の蓄積との相

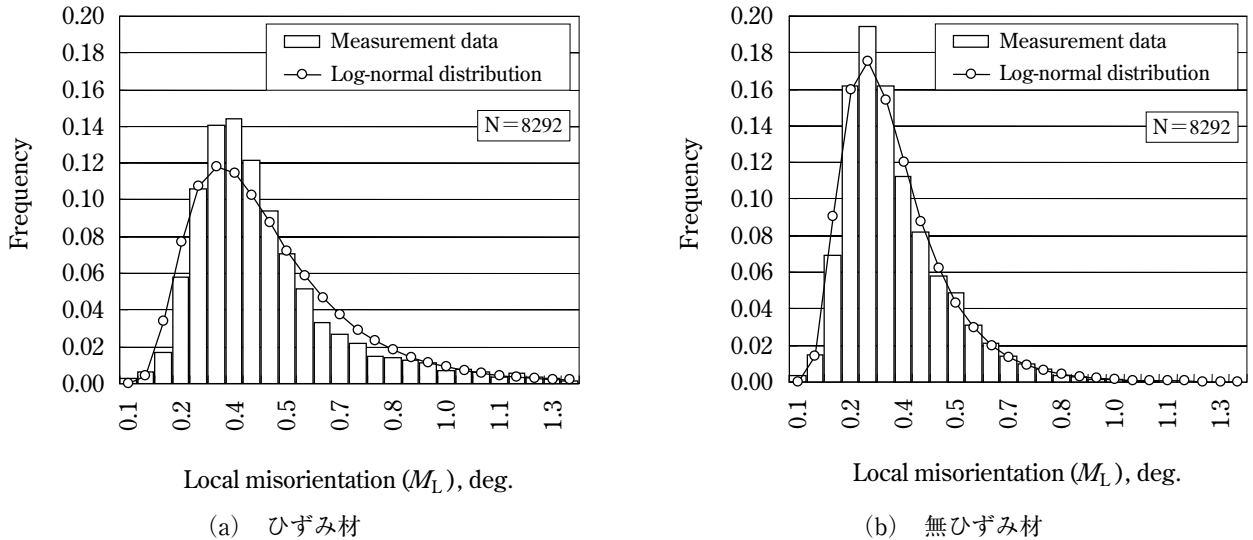


図14 局所方位の度数分布 (領域平均法: $RA = 5$)

関が大きい。変形の大きな箇所では発生する転位も多くなることから、大局的には、局所方位差は塑性ひずみの大きい箇所（の近傍）で大きくなる。

塑性ひずみの SCC に及ぼす影響としては、見かけ上の変形量よりも転位発生などの材料内部の変化が本質的である。したがって、転位密度と相関のある局所方位差は、SCC の機構を考察する上で有効なパラメータとなると考えられる。

6.2 領域平均法による誤差低減効果

図14 にひずみ材および無ひずみ材の局所方位差の度数分布を示す。いずれの分布も対数正規分布で近似できることから、測定領域全体の局所方位差の対数平均を局所方位差平均 (M_{ave}) として以下のように定義した。

$$M_{ave} = \exp \left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \ln \{ M_L(p_i) \} \right] \quad (2)$$

ここで、 N はデータ数を示す。この M_{ave} と領域平均法における平均化範囲 RA との関係を図15に示す。無ひずみ材では、 RA の増加に伴い M_{ave} が減少している。これは、図12(b)に示したように、領域平均法による方位測定誤差の低減により方位差の誤差が減少したことに対応している。しかし、その減少はおおよそ $RA = 5$ で飽和している。たとえ無ひずみ材であっても、結晶方位は全く同一であるわけではない。また、方位差算出精度向上にも限界があるこ

とから、 RA を大きくしても方位差が零とはならない。本研究では、 RA を大きくしても残る方位差をバックグラウンド誤差と呼ぶ。無ひずみ材のバックグラウンド誤差は M_{ave} ではおおよそ 0.27° であるが、図12(b)からは局所的には 0.2° 程度と推測される。

一方、ひずみ材、ひずみ研磨材については $RA < 4$ では、無ひずみ材同様 RA の増加に伴い M_{ave} は減少するが、 $RA \geq 4$ では M_{ave} が増加する傾向を示した。これは、 RA の増加に伴いステップサイズも大きくなることから、転位によって発生した方位差が大きくなったためと考えられる。これは、単位長さ当たりの方位差の変化が一定であった場合、理想的には局所方位差はステップサイズに比例して増加することに対応している。

ひずみ材の M_{ave} は試料状態の問題により、ひずみ研磨材の値より大きくなっている。そして、2つの試料の偏差は、領域平均法によっても解消されないバックグラウンド誤差となっている。これは、領域平均法が方位測定誤差を低減するのに対して、ひずみ材の表面状態は測定される方位そのものに影響を及ぼしているためと考えられる。

転位によって発生した方位差、方位測定誤差、バックグラウンド誤差と RA の関係を図16に模式的に示す。方位測定誤差は、 RA により小さくできるが、バックグラウンド誤差は領域平均法によって解決できないため、 RA に依存せず存在することになる。図15の M_{ave} の変化は、これらの因子が重畳した結果である。

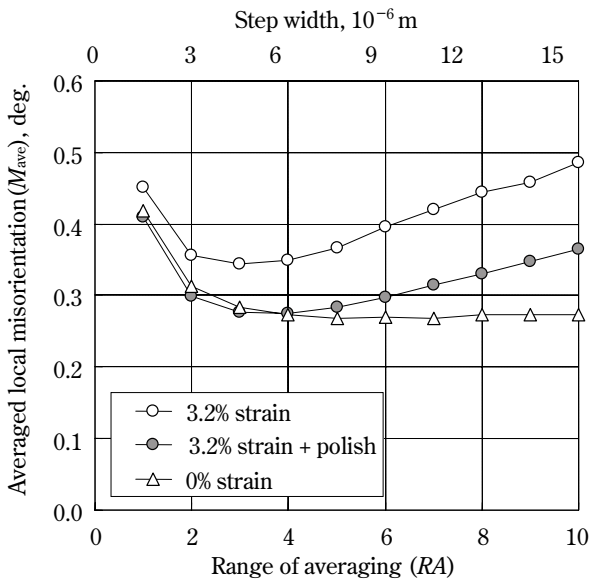


図 15 局所方位差平均 (M_{ave}) と平均化範囲 (RA) の関係

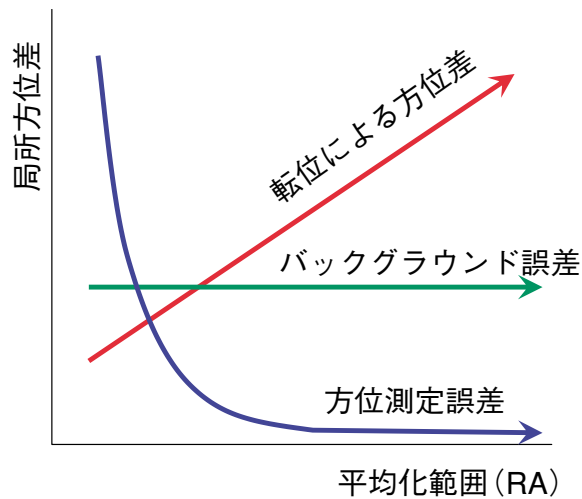


図 16 局所方位差の影響因子と領域平均法における平均化範囲の関係

6.3 ステップサイズの影響

図 17 は、ひずみ研磨材での RA による局所方位差分布の変化を示す。図 11(a) に示すように、ひずみ研磨材の当該部分での局所方位差は $x = 0.25W$ 付近で大きくなっている。そして、その部分の局所方位差は RA の増加に伴って大きくなっていることが分かる。 $RA = 5$ に対して $RA = 10$ では局所方位差がほぼ 2 倍となっており、局所方位差が RA に比例する傾向が見られる。ここで、 RA を大きくすることは、ステップサイズを大きくすることに対応している。一方、局所方位差が 0.2° 付近で変化している

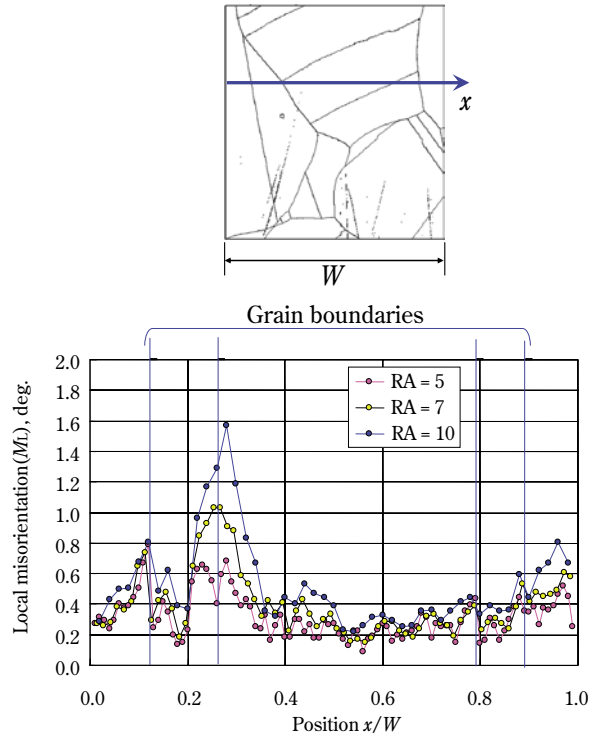


図 17 局所方位差分布 (ひずみ研磨材)

ような、バックグラウンド誤差が支配的と考えられる部分では RA の依存性が小さい。図 18 は $RA = 10$ とした場合の局所方位差分布を示すが、図 11(a) と比較して、局所方位差が粒界近傍に集中している様子がより明確となり、図 11(a) で見られた研磨キズの影響が相対的に小さくなっている。このように、ステップサイズを大きくすることで、バックグラウンド誤差を相対的に小さくでき、転位に起因する局所方位差の分布のコントラストを大きくすることができる。

6.4 局所方位差測定手順

以上の結果から局所方位差の分布を測定するための手順と注意点を以下のように要約した。測定対象となる局所方位差が小さくなるほど、そして要求精度が高くなるほど、以下の要求は厳しくなる。

- (1) バックグラウンド誤差を小さくするため、観察試料は研磨キズなどのないよう注意深く準備する。
- (2) EBSD 測定におけるステップサイズは小さくし、領域平均法を適用しても分布図の空間分解能を確保できるようにする。
- (3) EBSD 測定における方位測定精度を向上させる

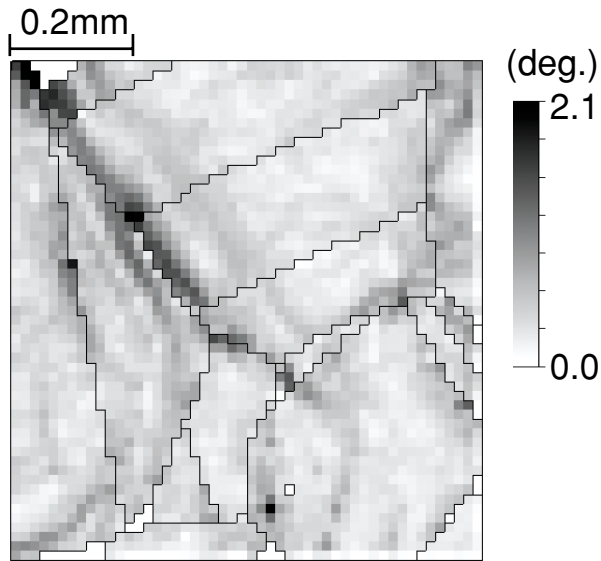


図 18 局所方位差分布 (ひずみ研磨材, 領域平均法: $RA = 10$)

ことで, バックグラウンド誤差を小さくする.

- (4) $RA = 5$ 以上の条件で領域平均法を適用する.
- (5) バックグラウンド誤差に対して転位による局所方位差が小さい場合は, RA またはステップサイズを大きくすることで, 分布のコントラストを大きくする.

7. 結言

本研究では, EBSD を用いて局所方位差の不均一な分布を精度よく測定することを試みた. まず, 局所方位差と局所的な塑性ひずみ分布との対応を調べるために, 引張試験中における試験片表面画像の変化を元に, イメージ相関法を用いてひずみの分布を同定した. そして, 局所方位差の同定精度を向上させるために領域平均法を開発し, その適用条件について検討した. さらに, 局所方位差分布を測定するための手順と注意点について考察した. その結果, 以下の結論を得ることができた.

- (1) 領域平均法を適用することによって局所方位差の分布を明瞭に観察できる.
- (2) 局所方位差は, 材料表面での変位量 (塑性ひずみ) より, 変形により発生した転位の密度との相関が大きい.
- (3) 局所方位差は, 塑性ひずみの大きい箇所の近傍の結晶粒界で大きくなる傾向を示す.
- (4) 領域平均法における平均化範囲 (RA) を $RA \geq 5$ とすることで, 方位測定誤差を十分小さく

できる.

- (5) 領域平均法を適用した場合でも, 0.2° 程度のバックグラウンド誤差が存在する. ステップサイズを大きくすることで, バックグラウンド誤差の影響は小さくできる.

謝辞

本研究の中で適用したイメージ相関法によるひずみ測定にはマンチェスター大学の Quinta da Fonseca 講師の協力を得た. また, EBSD 測定には特別教育研究経費 (連携融合事業, 事業名: 地域研究機関との連携による原子力・エネルギー安全教育研究) により福井大学において導入された設備を使用させて頂いた. ここに記し, 謝意を表する.

文献

- (1) 寺地巧, 山田卓陽, 千葉吾郎, 有岡孝司, “脱気高温水中におけるステンレス鋼の応力腐食割れ (冷間加工度および加工方法の影響)”, INSS JOURNAL, Vol.13, p.179 (2006).
- (2) 金島慶在, 戸塚信夫, 有岡孝司, “塑性加工を受けたオーステナイト系ステンレス鋼の SCC 感受性評価”, INSS JOURNAL, Vol.9, p.109 (2002).
- (3) M.L. Castano Marin, M.S. Garcia Redondo, G. de Diego Velasco and D. Gomez Briceno, “Crack Growth Rate of Hardened Austenitic Stainless Steels in BWR and PWR Enviroments”, Proc. 11th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System — Water Reactors, Stevenson, p.845 (2003).
- (4) T. Shoji, G. Li, J. Kwon, S. Matsushima and Z. Lu, “Quantification of Yield Strength Effects on IGSCC of Austenitic Stainless Steels in High Temperature Water”, Proc. 11th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System — Water Reactors, Stevenson, p.834 (2003).
- (5) T.B. Cassagne, “Crack Growth Rate Measurements on Alloy 600 Steam Generator Tubes in Steam and Primary Water”, Proc. 5th Int. Symposium on Environmental Degradation of

- Materials in Nuclear Power System — Water Reactors, TMS, Monterey, p.518 (1991).
- (6) R. Magdowski, F. Vaillant, C. Amzallag and M.O. Speidel, “Stress Corrosion Crack Growth Rates of Alloy 600 in Simulated PWR Coolant”, Proc. 8th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System — Water Reactors, TMS, Amelia Island, p.333 (1997).
- (7) F. Vaillant, C. Amzallag and J. Champredonde, “Crack Growth Rate Measurements of Alloy 600 Vessel Head Penetrations”, Proc. 8th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System — Water Reactors, TMS, Amelia Island, p.357 (1997).
- (8) T. Cassagne and A. Gelpi, “Crack Growth Rate Measurements on Alloy 600 Steam Generator Tubing in Primary and Hydrogenated AVT Water”, Proc. 6th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System — Water Reactors, TMS, San Diego, p.679 (1993).
- (9) M.O. Speidel and R. Magdowski, “Stress Corrosion Cracking of Nickel Base Alloys in High Temperature Water”, Proc. 6th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System — Water Reactors, TMS, San Diego, p.361 (1993).
- (10) M.O. Speidel and R. Magdowski, “Stress Corrosion Crack Growth in Alloy 600 Exposed to PWR and BWR Environments”, Proc. CORROSION/2000, NACE, Orlando, Paper no. 222, (2000).
- (11) Y. Okamura, A. Sakashita, T. Fukuda, H. Yamashita and T. Futami, “Latest SCC Issues of Core Shroud and Recirculation Piping in Japanese BWRs”, Trans. of 17th Int. Conf. On Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT 17), Prague, WG01-1 (2003)
- (12) T. Shoji, “Progress in the Mechanistic Understanding of BWR SCC and Its Implication to the Prediction of SCC Growth Behavior in Plants”, Proc. 11th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System — Water Reactors, Stevenson, p.588 (2003).
- (13) L.M. Young, P.L. Andressen and T.M. Angeliu, “Crack Tip Strain Rate: Estimates Based on Continuum Theory and Experimental”, Proc. CORROSION/2001, NACE, Houston, Paper no. 131, (2001).
- (14) 鈴木俊一, “低炭素ステンレス鋼の SCC 発生・進展挙動とメカニズム”, 原子力発電設備構造材料の経年変化に関するシンポジウム, 日本溶接協会, 東京, p.75, (2006).
- (15) M. Kamaya, Y. Kawamura and T. Kitamura, “Three-Dimensional Local Stress Analysis on Grain Boundaries in Polycrystalline Material”, International Journal of Solids and Structures, 44, p.3267 (2007).
- (16) M. Kamaya and T. Haruna, “Crack Initiation Model for Sensitized 304 Stainless Steel in High Temperature Water”, Corrosion Science, 48, p.2442 (2006).
- (17) (Edited by) A.J. Schwartz, M. Kumar and B.L. Adams, “Electron Backscatter Diffraction in Materials Science”, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, (2000).
- (18) F.J. Humphreys, “Grain and Subgrain Characterization by Electron Backscatter Diffraction”, J. of Material Science, 36, p.2833 (2001).
- (19) W.F. Hosford, “The Mechanics of Crystals and Textured Polycrystals”, Oxford University Press, New York, p.36 (1993).
- (20) M. Kamaya, A.J. Wilkinson, J.M. Titchmarsh, “Measurement of Plastic Strain of Polycrystalline Material by Electron Backscatter Diffraction”, Nuclear Engineering and Design, 235, p.713 (2005).
- (21) M. Kamaya, A.J. Wilkinson, J.M. Titchmarsh, “Quantification of Plastic Strain of Stainless Steel and Nickel Alloy by Electron Backscatter Diffraction”, Mcta Materialia, 54, p.539 (2006).
- (22) A.J. Wilkinson, “Quantitative Deformation Studies Using Electron Back Scatter Patterns”, Acta Metal. Mater., 39, p.3047 (1991).
- (23) E.M. Lehigh, Y. Lin and O.E. Lepik, “Mapping Residual Plastic Strain in Materials Using Electron Backscatter Diffraction”, in A.J.

- Schwartz et al. (ed.), *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Kluwer Academic /Plenum Publishers, p.247 (2000).
- (24) K. Mino, R. Imamura, H. Koiwai and C. Fukuoka, "Residual Life Prediction of Turbine Blades of Aeroderivative Gas Turbine", *Advanced Engineering Materials*, 3, p.922 (2001).
- (25) 木村英彦, 王昀, 秋庭義明, 田中啓介, "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", *日本機械学会論文集*, A71, pp. 1722 (2005).
- (26) 美野和明, 福岡千枝, 吉澤廣喜, "塑性変形に伴う結晶粒内の方位差の発達", *日本金属学会誌*, 64, p.50 (2000).
- (27) A.J. Wilkinson, "A New Method for Determining Small Misorientations from Electron Back Scatter Diffraction Patterns", *Scripta Mater.*, 44, p.2379 (2001).
- (28) 釜谷昌幸, A.J. Wilkinson, J.M. Titchmarsh, "電子後方散乱回折を用いた多結晶材料の塑性ひずみの測定", *INSS JOURNAL*, Vol.11, p.161 (2004).
- (29) F. Delaire, J.L. Raphanel and C. Rey, "Plastic heterogeneities of a copper multicrystal deformed in uniaxial tension: experimental study and finite element simulations", *Acta Materialia*, 48, p.1075 (2000).
- (30) 釜谷昌幸, "EBSDによる塑性ひずみの定量化", *日本材料学会第55期学術講演会予稿集*, p.253, (2006).
- (31) 西川出, "デジタル画像相関法による全視野微小変位分布計測", *非破壊検査*, 54, p. 132 (2005).
- (32) A.P. Sutton, "Statistical Representation and Analysis of Orientational Data", *Philosophical Magazine Letters*, 74, p.389 (1996).