

## 走査型ラウエ顕微鏡を用いた電磁鋼板表面の in-situ 結晶方位分布解析 In-situ Crystalline Orientation Distributions Analysis in the Surface of an Electrical Steel Studied by using a Scanning Laue Microscopy Technique

米山 祐輔<sup>a</sup>, 笹田 星児<sup>a</sup>, 北岸 浩一<sup>a</sup>, 加藤 千景<sup>a</sup>, 石上 啓介<sup>b</sup>, 中村 哲也<sup>b</sup>  
Yusuke Yoneyama<sup>a</sup>, Seiji Sasada<sup>a</sup>, Koichi Kitagishi<sup>a</sup>, Chikage Kato<sup>a</sup>,  
Keisuke Ishigami<sup>b</sup>, Tetsuya Nakamura<sup>b</sup>

<sup>a</sup>(株)デンソー, <sup>b</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>DENSO CORPORATION, <sup>b</sup>JASRI

近年、自動車部品の電動化が拡大しており、内燃機関の代替としてモータの高出力化が求められている。モータコア材料の損失要因として、加工ひずみの蓄積による鉄損の増加があり、加工中のひずみ蓄積およびひずみを生み出す結晶回転過程を結晶粒単位で可視化することはモータ低損失化のための切り口となり得る。そこで本課題では、走査型ラウエ顕微鏡を用いて加工中ひずみに伴う結晶回転を可視化することを目的とした。結果、結晶粒サイズ等によって、加工による結晶回転挙動が異なることが示唆された。

**キーワード：** 走査型ラウエ顕微鏡、電磁鋼板、結晶回転可視化、結晶方位解析

### 背景と研究目的：

近年、自動車を取り巻く環境において、燃費規制/環境意識の高まりから自動車部品の電動化が急速に拡大しており、これまでの内燃機関や油圧装置の代替としてモータの小型化、高出力化が求められている。モータに用いられる鉄心材料には主に電磁鋼板が利用されているが、この電磁鋼板における損失の要因として、打ち抜き・かしめといった加工工程におけるひずみの蓄積が鉄損を増加させることがわかっており[1]、この加工による結晶粒単位のひずみ蓄積およびひずみを生み出す結晶回転過程を可視化することはモータの損失を低減するための切り口となり得る。

結晶粒単位でのひずみ、結晶方位を可視化する手法に電子線後方散乱回折法 (EBSD 法) がある。本手法は 20 nm の分解能で材料表面の結晶方位、ひずみと相関がある KAM 値を定量的に測定することが可能であり、加工前後の観察を行うことで加工による結晶粒単位のひずみ蓄積、結晶回転を評価することができる。しかし本手法は観察対象の表面状態が平滑面に限定され、加工時に生じる試料表面の凹凸により正確な方位、KAM 値の観察が困難になるという課題がある[2]。そこで、加工中のひずみの蓄積、結晶回転を可視化する手法として、走査型 X 線後方散乱ラウエ顕微鏡に着目した。本手法はプローブに放射光 X 線を用いることで侵入深さが電子線に比べ深く、材料の表面状態にロバストな測定手法である[3] [4]。本課題では走査型 X 線後方散乱ラウエ顕微鏡にて、試料台に設置した状態でサンプルに加工を加えながら測定することで、ひずみに伴う各結晶粒の方位と形状の変化を可視化することを目的とした。

### 実験：

本実験は BL39XU の第 2 ハッチにて実施した。図 1 に走査型ラウエ顕微鏡の実験体系を示す。上流に設置した KB ミラーを用いて集光された (水平方向 103 nm、垂直方向 222 nm) 単色 X 線をサンプルに照射し、照射位置の結晶から回折するラウエ斑点を X 線検出器にて検出し解析した。2 軸ピエゾステージにてサンプルを走査することで結晶粒、結晶方位の二次元情報を取得した。用いた X 線のエネルギーは 9.826 keV~12.425 keV の範囲で走査し、取得できるラウエ斑点の数を増やすことで結晶方位

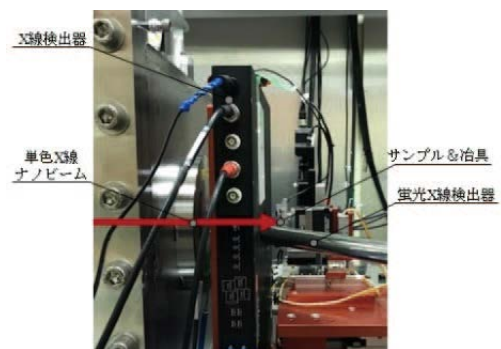


図 1. 走査型ラウエ顕微鏡 実験体系.

の解析精度を向上させた。X線検出器として ADVACAM 社製の ADVAPIX ピクセルアレイ検出器を使用した。本検出器は厚さ 300  $\mu\text{m}$  の Si 素子を用いており、検出エリア 14 mm $\times$ 14 mm の素子 4 枚をオフセット配置することで、約 30 mm $\times$ 30 mm の検出エリアと入射 X 線を試料に導入するための通過穴 (2 mm $\times$ 2 mm) を設けている。測定領域 400  $\mu\text{m}$  $\times$ 180  $\mu\text{m}$ 、空間分解能 2  $\mu\text{m}$  で測定を実施した。

試料は板厚 0.35 mm の無方向性電磁鋼板 (35H440) をワイヤーカットにて 31 mm $\times$ 4 mm に加工したものを、事前に測定領域の結晶粒、結晶方位を既存の測定手法である SEM、EBSD にて測定した。サンプルへのひずみ付与方法として変形箇所が明確であり、引張と圧縮の両方の変形が観察でき、さらに観察位置が動かない 3 点曲げを採用することとした。図 2 に作製した 3 点曲げ治具を示す。ピエゾステージに設置可能な小型の治具とし、変位を走査することでひずみ量を制御した。表 1 に実測した治具の変位量水準と解析により算出した引張側、圧縮側の平均ひずみ量 (%) を示す。

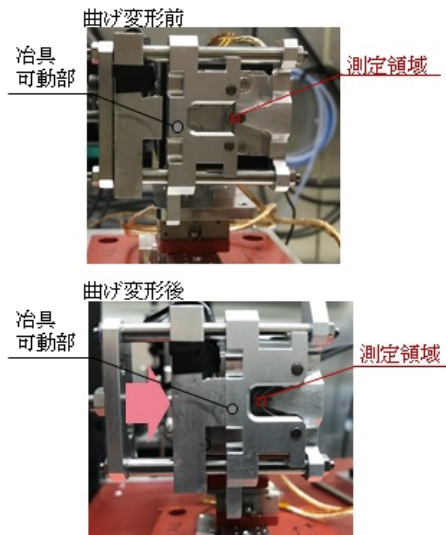


図 2. 3 点曲げ治具.

表 1. 治具変位量と平均ひずみ量の関係.

治具変位量(mm)	0.1	1.0	2.0	4.2	10
引張側平均ひずみ量(%)	0.049	1.6	3.0	5.3	7.0
圧縮側平均ひずみ量(%)	0.052	0.97	2.0	4.0	7.2

### 結果および考察：

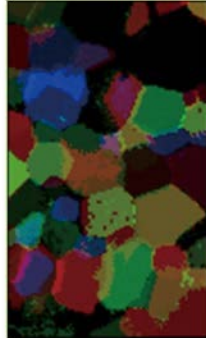
図 3 に治具変位量 0.1 mm (無ひずみ状態) で取得した回折画像の一例を示す。各結晶粒、各エネルギーにて同様の回折画像を得ることができた。取得した回折画像に対して画像処理を行い、ラウエ斑点の最大輝度値の位置で色分けすることで作成した結晶粒二次元 MAP を図 4(a)に、また同位置の SEM 像、EBSD 像を図 4(b)、図 4(c)に示す。本実験で取得した結晶粒 MAP と SEM 像を比べると、結晶粒形状はおおむね一致しており、本手法による結晶粒二次元 MAP の妥当性を確認することができた。

12.425keV

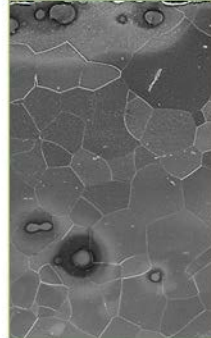


図 3. 回折画像一例(変位量 0.1 mm).

(a) ラウエ結晶粒 MAP



(b) SEM像



(c) EBSD像



図 4. (a) ラウエ結晶粒 MAP. (b) SEM 像. (c) EBSD 像.

結晶方位の決定とは、試料の結晶構造パラメータから得られる逆格子ベクトルと実験から得られた散乱ベクトルとを対応付け、両者が一致する回転行列 (方位行列) を決定することである。しかしながら、逆格子ベクトルと散乱ベクトルとの対応付けに相当する指数付けの候補数は、散乱ベクトルとその分散から許容される指数の組み合わせの数だけ存在する。このため、無数の指数付け候補から得られた行列群の中から結晶方位として最も確からしい行列を選択する評価関数が必要である。今回は、行列を回転行列とひずみ行列に分解し、ひずみ行列が単位行列に最も近いものを選択した。この評価

関数は、実試料の格子定数が文献値と大きく変わらない無ひずみ状態の結晶方位決定には妥当と考えられる。また、無方向性電磁鋼板の結晶構造パラメータは  $a=b=c=2.866 \text{ \AA}$ 、 $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ 、空間群は  $Im\bar{3}m$  とした[5]。図 5 (a,b,c) はそれぞれ 11.181 keV, 10.754 keV, 12.029 keV のエネルギーで測定した回折像であり、回折像中に赤丸で示したスポットの強度マップが図 5 (d,e,f) である。強度マップに見える結晶粒形状の類似性から、これら 3 つのスポットは同じ結晶粒からの回折といえ、これらのスポットを用いて結晶方位を決定し、以下の方位行列が得られた。

$$\begin{pmatrix} 0.8369 & -0.2766 & 0.4722 \\ -0.5212 & -0.1397 & 0.8418 \\ 0.1669 & 0.9507 & 0.2612 \end{pmatrix}$$

さらに走査型ラウエ顕微鏡から得られた方位行列の妥当性を評価する目的で、同じ結晶粒に対して EBSD 測定を行ったところ、方位行列は以下であった。

$$\begin{pmatrix} 0.286 & -0.827 & -0.484 \\ -0.101 & -0.528 & 0.843 \\ -0.953 & -0.192 & -0.235 \end{pmatrix}$$

両測定手法から得た方位行列を比較すると、両者は 1 列目と 2 列目の入れ替えと 1 行目と 3 行目の符号反転により、方位行列はおおむね一致した。ここで列の入れ替えと行の符号反転による方位行列の違いに本質的な差はない。なぜなら、空間群  $Im\bar{3}m$  の結晶系では一般に 1 つの反射指数に対して 48 の等価な反射指数があり、これらは指数の入れ替えと符号反転の組み合わせで表現されるため、方位行列は列の入れ替えと行の符号反転に対して等価だからである。これらの議論から、走査型ラウエ顕微鏡と EBSD 法とで同じ結晶粒に対しておおむね同じ結晶方位が得られたといえる。

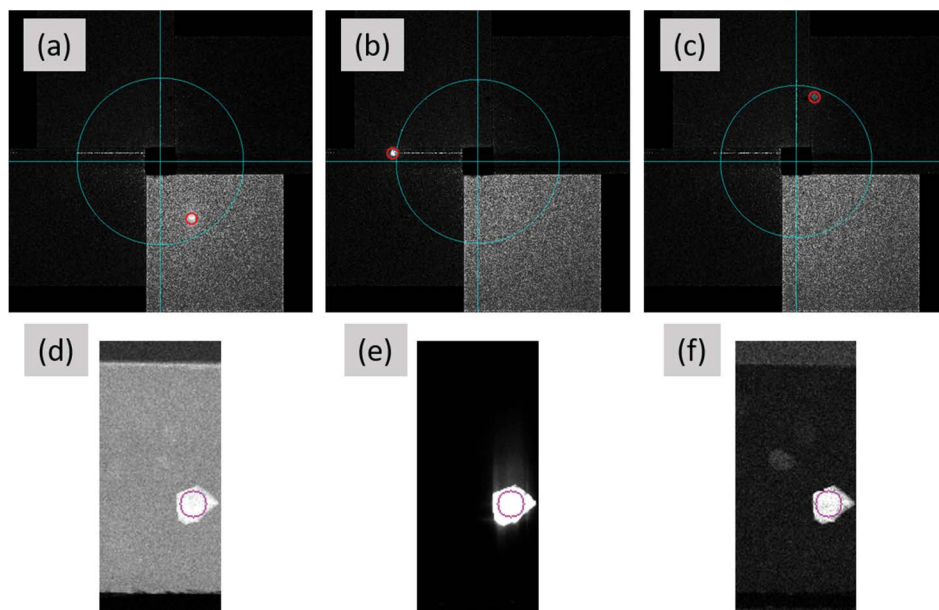


図 5. 結晶方位決定した結晶粒の回折像のエネルギー (a) 11.181 keV、(b) 10.754 keV、(c) 12.029 keV 依存性。(d),(e),(f) はそれぞれの回折像の赤丸で示したスポットの強度マップ。

図 6 にひずみを付与した状態で測定した各結晶粒の二次元 MAP を示す。各結晶粒の色はラウエ斑点位置を表している。つまりひずみに伴う結晶粒の色の変化が結晶回転の様子を示している。初期方位、結晶粒サイズ、ひずみ量によって、結晶回転挙動が異なることが示唆される。今後、結晶方位解析の技術確立を推進することで、定量的な評価が可能になると考えている。一方で 5.0% 以上の高ひずみ状態での測定では結晶粒 MAP のノイズが大きくなる。これはひずみによる同一結晶粒内でのラウエ斑点の広がり、移動が原因と考えており粒 MAP の解析アルゴリズム改良が必要である。同時にこのラウエ斑点の変化は結晶粒内の局所的ひずみに起因すると考えており、本手法にて結晶粒内のひずみ分布評価が実現する可能性が示唆される。今後、ひずみ解析手法についても検討を進める。

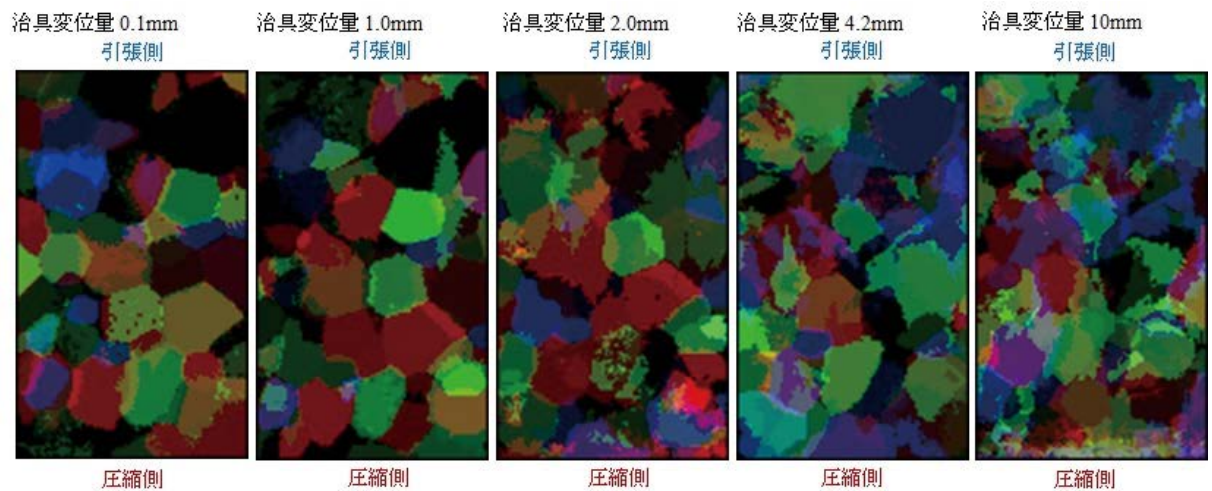


図 6. 変形によるラウエ結晶粒 MAP の変化.

**今後の課題：**

今後の課題として、高ひずみ側の結果を解析する際の結晶粒 MAP 作成アルゴリズムの確立と結晶方位解析手法の確立があげられる。

**参考文献：**

- [1] S. Doi, T. Aoki, K. Okazaki, Y. Takahashi, and K. Fujiwara, *IEEE Transactions on Magnetics*, Volume:52, Issue:3, Article#:2000504 (2016).
- [2] 鈴木清一、顕微鏡 Vol. 45, No. 3, page166-172 (2010).
- [3] Henry J.Kirkwood et al., *Acta Materialia*, Volume 144, page1-10 (2018).
- [4] Henry J Kirkwood et al., *Powder Diffraction*, Volume 32, pp.S16-S21 (2017).
- [5] E. P. Yelsukov et al., *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Volume 155, pages 271-280 (1992).