Journal of the Institute of Nuclear Safety System 2011, Vol.18, 181-197

# 電子後方散乱回折(EBSD)による構造材料の損傷評価 (測定手順標準化のための測定品質の定量評価)

Damage Measurement of Structural Material by Electron Backscatter Diffraction (Quantification of measurement quality toward standardization of measurement procedure)

釜谷 昌幸 (Masayuki Kamaya)



nss 株式会社原子力安全システム研究所

Institute of Nuclear Safety System, Incorporated 〒919-1205 福井県三方郡美浜町佐田64号 Tel 0770-37-9100 Fax 0770-37-2008 URL http://www.inss.co.jp

# 電子後方散乱回折(EBSD)による構造材料の損傷評価 (測定手順標準化のための測定品質の定量評価)

Damage Measurement of Structural Material by Electron Backscatter Diffraction (Quantification of measurement quality toward standardization of measurement procedure)

釜谷 昌幸 (Masayuki Kamaya)\*1

要約 電子後方散乱回折(EBSD)で得られた結晶方位分布から、材料の損傷を評価する試みが 数多くなされている.とくに、隣接する測定点間の結晶方位の差である局所方位差は、塑性ひず みや疲労またはクリープなど、材料に導入された損傷の大きさと相関を有することが示されてい る.しかし、局所方位差による損傷評価は定性的なものにとどまり、定量的に検討した例は限ら れている. 方位差は転位密度との物理的な関連付けが可能な定量的にも意味のあるパラメータで あるが、比較的大きな測定誤差が、その定量評価を困難にしている、また、方位測定における測 定点の間隔(ステップサイズ)によっても値が変化する.局所方位差を定量的に評価するためには, 測定精度を向上させ、誤差の影響を十分小さくするか、誤差の程度を定量的に示すことが必要と なる. そして、測定・評価方法を標準化することが望まれる. 本報では、まず、引張負荷または 疲労負荷によって損傷を導入したステンレス鋼に対して、異なる条件で測定を行い、局所方位差 と測定品質(測定精度)の関係、さらにはステップサイズの影響について調べた、そして、測定 品質が著者によって提案されている誤差指標によって代表できることを示した. さらに, 誤差低 減のための平滑化フィルター処理を適用し、その有効性について検討した. その結果、異なる測 定条件で得られた局所方位差を比較する場合、誤差指標とステップサイズが同じかまたは近い場 合に定量的、また定性的な比較が可能なことを示した、さらに、平滑化フィルターを適用するこ とで、測定誤差が低減し、ステップサイズ依存性も小さくなることを示した. 最後に、EBSD に よる局所方位差の定量評価の標準化に向けて、測定における知見と留意点を整理した.

キーワード 電子後方散乱回折,測定誤差,結晶方位差,損傷評価,塑性ひずみ,疲労,ステンレス鋼

Abstract Several attempts have been made to assess the damage induced in materials by crystal orientation distributions identified using electron backscatter diffraction (EBSD). In particular, the local misorientation, which is the misorientation between neighboring measurement points, was shown to correlate well with the degree of material damage such as plastic strain, fatigue and creep. However, the damage assessments conducted using the local misorientations were qualitative rather than quantitative. The local misorientation can be correlated theoretically with physical parameters such as dislocation density. However, the error in crystal orientation measurements makes quantitative evaluation of the local misorientation difficult. Furthermore, the local misorientation depends on distance between the measurement points (step size). For a quantitative assessment of the local misorientation, the error in the crystal orientation measurements must be reduced or the degree of error must be shown quantitatively. In this study, first, the influence of the quality of measurements (accuracy of measurements) and step size on the local misorientation was investigated using stainless steel specimens damaged by tensile deformation or fatigue. By performing the crystal orientation measurements with different conditions, it was shown that the quality of measurement could be represented by the error index, which was previously proposed by the author. Secondly, a filtering process was applied in order to improve the accuracy of crystal orientation measurements and its effect was investigated using the error index. It was revealed that the local misorientations obtained under different measurement conditions could be compared quantitatively only when the error index and the step size were almost or exactly the same. It was also shown that the filtering process could successfully reduce the measurement error and step size dependency of the local misorientations. By applying

<sup>\*1 (</sup>株)原子力安全システム研究所 技術システム研究所

the filtering process, almost identical local misorientations distributions were obtained under different measurement conditions. Finally, for standardization of the measurement procedure of the local misorientation, present knowledge and points to note about measurements were summarized.

Keywords electron backscatter diffraction, EBSD, measurement error, misorientation, damage assessment, plastic strain, fatigue, stainless steel

# 1. 緒言

電子後方散乱回折 (electron backscatter diffraction, 以後 EBSD)は、走査型電子顕微鏡 (SEM) 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<sup>(1),(2)</sup>. 市販の測定装置を用いれば、試料表面を一定の間隔 で走査しながら自動測定することも可能で、その測 定速度は1秒間に 600 点を超えるまでになっている. そして、得られたデータをマッピング表示すること で、結晶方位の分布図を得ることができる.

EBSD による結晶方位測定(以後,単にEBSD 測定と呼ぶ)で得られた結晶方位分布から,材料の 損傷を評価する試みがなされている.とくに,隣 接する測定点間の結晶方位の差である局所方位差 (市販の装置では Kernel Averaged Misorientation, KAM とも呼ばれている)は、塑性ひずみ<sup>(3)~(12)</sup>や 疲労<sup>(13)~(15)</sup>またはクリープ<sup>(16)~(19)</sup>といった材料に 導入された損傷の大きさと相関を有することが示さ れている.また、局所方位差は巨視的な損傷量のみ でなく、微視レベルでの局所的な変形や転位密度と も相関があり、結晶粒界近傍への損傷の集中や、粒 界毎の不均一な分布など、微視組織レベルでの局所 的な損傷を代表するパラメータとしても用いられて きた<sup>(20)~(24)</sup>.

一方,局所方位差による考察は定性的なものにと どまり,定量的に検討した例は限られている.方位 差は転位密度との物理的な関連付けが可能であるな ど定量的にも意味のあるパラメータであるが<sup>(25)~(30)</sup>, 比較的大きな測定誤差が,その定量評価を困難にし ている.測定条件に依存するものの<sup>(31)</sup>,EBSDで 同定される方位差の誤差は0.1~1°程度ともいわれ ており<sup>(32)</sup>,方位差が比較的小さくなる局所方位差 を対象とする場合は誤差の影響が無視できなくな る.さらに,局所方位差は,測定点間の距離(以後, ステップサイズ)に依存し,ステップサイズを小さ くするほど小さくなる<sup>(21)</sup>.したがって,測定の空 間分解能を高くするほど,誤差の影響が大きくなる 傾向にある.回折パターンから結晶方位を同定する 過程においては、CCDカメラで取得した回折パター ンのデジタル画像を処理するため、誤差の発生は避 けられない.一方で、定量測定のためには、測定精 度を向上させ、誤差の影響をできるだけ小さく抑え ることが望まれる.一般的に、方位差測定の精度に 及ぼす因子として以下が考えられる.

(1)材料(結晶構造,転位密度などの結晶組織の乱れ)
(2)試料準備(表面仕上げ方法,表面状態)
(3) SEM 条件(装置,ビーム条件,ワーキングディスタンス,焦点の良否,観察倍率)
(4) EBSD 装置条件(製造者,CCDカメラの種類)
(5) EBSD 測定条件(CCDカメラの解像度,バックグラウンド補正の有無など)
(6)データ処理条件(EBSDパターンの画像処理に関わるパラメータ)

これ以外にも、測定する結晶方位そのものによって も測定精度が異なる.また,装置のキャリブレーショ ンなどの設定条件による差異が発生することも想定 される.さらに、方位差の同定に関しては以下を考 慮しておく必要がある

(7)ステップサイズ

(8)測定点の走査方法(四角格子,六角格子)

また、方位差が小さくなるほど方位差同定における 誤差が相対的に大きくなることも指摘されている<sup>(32)</sup>.

局所方位差を定量的に評価するためには,以上の 測定条件をすべて一致させる(誤差の程度を一致さ せる)ことが考えられるが現実的ではない.筆者は これまで,結晶方位同定の精度を向上させ,誤差の 影響を小さくするための平滑化フィルター<sup>(33)</sup>や, 誤差の大きさを定量的に表す誤差指標<sup>(34)</sup>を提案し てきた.とくに後者は,誤差の程度(測定品質)を 示すことで,異なる条件による測定結果が定量的に 比較できるかどうかを判断する指標として用いるこ

# 2.1 測定試料

2.

測定方法

とができると期待される.また,平滑化フィルター

などの測定精度向上のための方策の効果を定量的に 表すことも、定量評価に向けた重要なステップとな

る.しかし, 誤差指標が実際の損傷材料に対して一 般性を有するかどうかの確認はされていない.また.

平滑化フィルターについてもその効果は定量的に示

されておらず、現状は単なる手法の提案にとどまっ

ている.本報では、損傷を導入した種々の試料に対

して異なる条件で測定を行い、その測定品質(測定

精度),ステップサイズ依存性,そして誤差低減方

法(平滑化フィルター)の効果について考察を行っ

た. まず,検討の基本となる測定品質につて,誤差

指標が測定品質を代表する指標となっていることを 確認した.そして,局所方位差の分布の鮮明度を示

すための新たな指標(正味方位差比)を提案すると

ともに、その指標を用いて局所方位差分布のステッ

プサイズ依存性を定量的に示した. さらに、誤差低

減のための平滑化フィルターを適用し、その有効性

について検討した.最後に、局所方位差の測定手順

の標準化に向けて、測定における知見と留意点を整

理した.

供試材は、溶体化処理した 316 ステンレス鋼で、 この材料から作成した試験片に異なる大きさの引張 負荷.または疲労負荷を付与した.引張負荷は.ゲー ジ長さ 20mm, 断面2×4 mm<sup>2</sup>の平板試験片に対し, 室温大気中で引張試験機により付与した.3本の試 験片に導入したビッカース圧痕の変位から同定した 塑性ひずみ ε<sub>p</sub>は, 公称ひずみで 2.2%, 6.4%, そし て 7.8% であった. 以後, これらの試料を引張材と 称する. それに対して. 疲労負荷を付与した疲労材 は、ゲージ長さ 20mm、直径 10mm の 3本の丸棒 試験片を用いて作成した. 室温大気中で完全両振り のひずみ制御にて、試験片が破断するまで疲労試験 を行った.ひずみ振幅 ε は, 0.6%, 0.8%, そして 1.0% とし、破断までの繰り返し数は、それぞれ7806回、 3873回、そして 1937回であった、破断部から離れ た位置の試験片の中心部の観察を行えるように試料 を切り出した.両材とも、試料表面を最終3µmの

Number of maps for each quality of measurement Step size Number of Strain amplitude in d Tensile strain (%) Undamaged points per map fatigue testing (%)  $(\mu m)$ sample 2.2 6.4 7.8 1.0 0.8 0.6 0.3 500×500 2 2 2 2 2 2 2 0.5 500×500 2 2 2 2 2 2 2 0.6\*250×250 2 2 2 2 2 2 2 1.0\* 250×250 2 2 2 2 2 2 2

表1 Summary of conditions for EBSD measurement.



Quality of Measurement	Symbol	Number of pixels of CCD camera	Parameter settings for Hough transform	
High	QH	$640 \times 480$	Fine	
Medium	QM	$160 \times 120$	Medium	
Low	QL	$106 \times 80$	Coarse	

表2 Conditions for orientation identification in pattern processing of EBSD.

ダイヤモンドペーストで仕上げた後, コロイダルシ リカによる仕上げ研磨を行った.

# 2.2 結晶方位測定

電界放射型走査型電子顕微鏡(Carl Zeiss ULTRA55) に備え付けられた EBSD 測定システム(OIM Data Collection ver.5.2)を用いて,試料表面の結晶方位 分布を測定した.測定条件の一覧を表1に示す.引 張材と疲労材に未損傷材を加えた7種類の試料を用 いた. 測定点の間隔 d は,  $0.3 \mu$ m または  $0.5 \mu$ m で, 1 回あたり 501 × 501 個の測定点に対し方位測定を 行った. また,  $d = 0.3 \mu$ m および  $0.5 \mu$ m のデータ を1つおきに間引くことで  $d = 0.6 \mu$ m および  $1.0 \mu$ m のデータも作成した. この場合の測定点の数は 251 × 251 個となる.

測定品質の異なる3種類の条件(表2参照)において測定を実施した.測定精度は回折パターンを 取得する CCD カメラの画素数に大きく影響を受け ることが指摘されている<sup>(32)</sup>.そこで,測定条件を 精度の高い方から条件 QH(適用した CCD カメラ の画素数 640 × 480 ピクセル),QM(同160 × 120 ピクセル),QL(同106 × 80 ピクセル)と定義した. 図1にそれぞれの条件で得られた回折パターン(菊 池パターン)の画像を示す.EBSD 装置では,回折 画像からパターンの線やその交点を同定することで 結晶方位を算出する.QLの条件では画素数が少な く,回折パターンが不鮮明であることが分かる.画 素数の他,方位同定のための画像処理に関するパラ



(a) QH (b) QM (c) QL (Number of pixels:  $640 \times 480$ ) (Number of pixels:  $160 \times 120$ ) (Number of pixels:  $106 \times 80$ )



(d) Example of pattern indexing for orientation determination.

図1 EBSD pattern obtained by CCD camera of different number of pixels.



図 2 Definition of local misorientation.

				d	
5	4	3	4	5	∫d
4	2	1	2	4	
3	1	p <sub>o</sub>	1	3	
4	2	1	2	4	
5	4	3	4	5	

 $\boxtimes$  3 Definition of points for calculation of extended local misorientation for origin point  $p_o$ .

メータも条件に合わせて変更した.使用した装置に おける1秒あたりの測定点数はQHで36点,QM で170点,そしてQLで240点となり,精度を良く するほど測定速度は低下した.測定はそれぞれの条 件,試料に対し2回(合計84回)行った.

# 2.3 方位差パラメータの算出

## 2.3.1 局所方位差

得られた結晶方位データは筆者らの開発した結晶 方位差解析用ソフトウェア MADAM (Misorientation Analyzer for DAmage Measurement)<sup>(11)</sup> を用いて処 理した.本報では、局所方位差( $M_L$ )を次式で定 義した.

$$M_{\rm L}(\mathbf{p}_{\rm o}) = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^{4} \beta(\mathbf{p}_{\rm o}, \mathbf{p}_i)$$
(1)

ここで, $\beta(i, k)$ は, 点 $i \ge k$ の方位差を表す. 点  $p_i$ は図2に示すように, 点 $p_o$ を中心に隣接する4 つの測定点を示す.ただし,点 p<sub>o</sub>と点 p<sub>i</sub>の間に結 晶粒界が存在する場合は計算から除外した.方位差 がしきい値となる角度(本報では 5°とした)以上 となる測定点の境界が,閉じた領域を形成した場合 に,その境界を結晶粒界と定義した.

隣接する測定点でなく,離れた点との方位差を用 いて算出する拡張局所方位差も図3のように定義し た<sup>(34)</sup>.対象となる測定点 p<sub>o</sub> と,図に示した p<sub>o</sub>か らの距離が同一となる点との方位差を用いて局所方 位差を算出した.例えば,"3"の測定点に対する拡 張局所方位差 *M*L<sup>3rd</sup> は以下のように定義した.

$$M_{\rm L}^{\rm 3rd}({\rm p}_{\rm o}) = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^{4} \beta\left({\rm p}_{\rm o}, {\rm p}_{i}^{(3)}\right)$$
(2)

ここで、 $p_i$ <sup>(3)</sup> が点3の測定点を示す. 同様に、点2, 4、5 に対応した拡張局所方位差はそれぞれ  $M_L^{2nd}$ ,  $M_L^{4th}$ ,  $M_L^{5th}$  と定義した.  $M_L^{4th}$  では対象となる測 定点の数は4ではなく、8となる. 点1に対応した 局所方位差は ML であり、 $p_i^{(1)}$ は(1)式における  $p_i$  に 一致する. ステップサイズ dを基準にすると、点1 から5と  $p_o$  との距離 h は、それぞれ h = d、2<sup>05</sup>d、 2d、5<sup>0.5</sup>d、8<sup>0.5</sup>d となる.

#### 2.3.2 局所方位差平均

1回の測定において得られる結晶方位は 251,001 点であるが、それぞれの点で算出される局所方位差 の度数分布は対数正規分布で近似できることが示さ れている<sup>(21)</sup>.そこで、この分布の対数平均を局所 方位差平均 *M*<sub>ave</sub> として次式により算出した<sup>(21)</sup>.

$$M_{\text{ave}} = \exp\left[\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\ln\left\{M_{\text{L}}\left(\mathbf{p}_{i}\right)\right\}\right]$$
(3)

ここで, nはデータ数を示す. 方位測定の位置によっ ては, 転位や析出物などの影響で回折パターンが不 鮮明になり結晶方位の同定が困難であったり, 結晶 粒界近傍では, 2つ以上の結晶方位の回折パターン が重なり結晶方位が正しく同定されなかったりする 場合もある. このような点では周囲の測定点の方位 差が大きくなり, 独立した結晶粒として認識される. そこで, 9個以下の測定点で構成される結晶粒は, 正しく測定のできなかった測定点(以後, ブランク 点と呼ぶ)として, 局所方位差平均などの解析には 用いなかった. nはブランク点を除いた測定点数と なる. 測定にもよるが, 今回の測定ではブランク点 の割合は、大きくても全測定点の1%程度であった.

局所方位差平均は,拡張局所方位差に対しても同 様に定義した.たとえば *M*<sub>L</sub><sup>3rd</sup> に対する局所方位差 平均 *M*<sub>ave</sub><sup>3rd</sup> は次式で算出した<sup>(34)</sup>.

$$M_{\text{ave}}^{3\text{rd}} = \exp\left[\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\ln\left\{M_{\text{L}}^{3\text{rd}}\left(\mathbf{p}_{i}\right)\right\}\right] \qquad (4)$$

同様に,  $M_{\text{ave}}^{2\text{nd}}$ ,  $M_{\text{ave}}^{4\text{th}}$ ,  $M_{\text{ave}}^{5\text{th}}$ も算出した.

#### 2.3.3 結晶変形量(MCD)

結晶方位の変化を表す指標として、次式で定義さ れる*MCD*(Modified Crystal Deformation)も用い た<sup>(35)</sup>.

$$MCD = \exp\left[\frac{\sum_{k=1}^{n_g} \left\{\sum_{i=1}^{n_k} \ln\left\{\beta\left(\mathbf{m}_k, \mathbf{p}_i\right)\right\}\right\}}{\sum_{k=1}^{n_g} n_k}\right]$$
(5)

ここで、 $m_k$ は結晶粒kに含まれる全測定点の平 均方位を示し、 $n_k$ は結晶粒kに含まれる測定点の 数、 $n_g$ は結晶粒数を示す。 $\beta$  ( $m_k$ ,  $p_i$ )は結晶粒kの平均方位と、その結晶粒内測定点との方位差を示 すことから、MCDは個々の測定点ではなく、結晶 粒全体の変形量を反映したパラメータとなってい る(市販の EBSD 装置で算出される GOS パラメー タの対数平均に相当する).これまで、MCDは塑性 ひずみ量とよい相関が示されている、さらに、測定 間隔や測定条件の影響も受けにくいという特徴を有 し、塑性ひずみ量を測定する尺度となり得ることが 報告されている<sup>(35)(36)</sup>.

# 2.4 平滑化フィルター

緒言でも述べたように、方位差には 0.1 ~ 1° 程度 の誤差が含まれることから、詳細な方位差分布を得 るには誤差の影響を低減させる必要がある. 誤差の 影響を低減する一般的な方法として、ローパスフィ ルターや移動平均などの平滑化処理が考えられる. しかし,結晶方位差は絶対値として算出されるため、 単なる平滑化では誤差を低減できない. たとえば、 真の方位差が零の場合でも、誤差により増加した方 位差の平均は零にはならない<sup>(12)</sup>. そもそも、局所 方位差そのものが平均化処理を行っていると考える ことができるが、誤差の影響は小さくない.



図 4 A schematic drawing of the smoothing filter for crystal orientations.

方位差における誤差は、その算出に用いる結晶方 位測定値の誤差に起因し、結晶方位が正確であれ ば、そこから算出される方位差に新たな誤差が生じ る要因はない、本報で用いる平滑化フィルター<sup>(33)</sup> は、方位差の算出に用いる結晶方位に含まれる誤差 を低減することを意図したデータ処理方法となる。 図4の平滑化フィルターの概念図を示す、それぞれ の点は測定点を示し、測定点の周囲9個の集合(図 3で定義する点1と点2、および poの集合)を考え る、そして、この中心における結晶方位を、9個の 方位の平均値と置き換える、このとき、9個の集合 の中に結晶粒界が存在する場合は、中心の点と同じ 結晶粒に属する測定点のみを用いて平均方位を算出 する、平滑化フィルターでは、結晶方位の移動平均 を平面的に適用したものと考えることができる。

この手法では、より大きな平滑化効果を得るため に図3で定義する点5までの含めた25個、さらに は49個の方位の平均を用いることもできる.ただ し、平滑化することによって、本来測定されるはず の局所的な方位変化が鈍化し、得られる局所方位差 が小さくなる可能性のあることに注意する必要があ る.本報では、平滑化フィルターの効果は5章で考 察する.

## 3. 測定結果

#### 3.1 局所方位差

引張材の局所方位差の分布を図5に示す.以降の 図を含め、図中には結晶粒界と判断された境界を実 線で示した.本供試材の平均粒径がおおよそ50µm であることが分かる.局所方位差は、塑性ひずみと



 $\boxtimes$  5 Local misorientation distribution of tensile samples ( $d = 0.3 \mu m$ ).



 $\boxtimes 6$  Local misorientation distribution of fatigue samples ( $d = 0.3 \mu m$ ).

ともに大きくなり、その分布は結晶粒界近傍で相対 的に大きくなった.図5(c)は、図5(b)と同じ7.8% の引張材を観察しているが、測定条件が図5(b)の 高精度条件QHに対し、図5(c)では精度の低いQL となっている.測定条件が悪くなると、誤差の影響 で算出される方位差が大きくなる傾向にある(図5 (b)と図5(c)ではスケールが異なることに注意さ れたい).結果として、図の鮮明度が低下し、局所 方位差の分布が不明瞭になっていることが分かる. このように、測定条件によって観察される局所方位 差の様相は変化し,またその絶対値も同じでないこ とから,異なる測定者,測定装置,または測定条件 の結果を定量的,または定性的にも単純な比較はで きない.

図6は疲労材の局所方位差分布を示す.引張材と 同様に,疲労試験におけるひずみ振幅とともに,局 所方位差が大きくなっているが,その分布の様相は 引張材のそれとは異なっている.繰り返し負荷に よって発達したすべり線に起因すると思われる筋状 の分布や,ひずみ振幅1.0%の疲労材では結晶粒内



図7 Change in averaged local misorientation with applied strain and strain amplitude under various measurement conditions.

にセル構造が発達している様子も一部で観察される.引張材と疲労材の局所方位差の分布の特徴,およびそれらの比較については,文献(14)および(37)において詳しく考察されているので,そちらを参照されたい.

# 3.2 損傷量との対応

引張材での塑性ひずみ,疲労材でのひずみ振幅(以 後,これらのひずみ量を損傷量を称する)と局所 方位差平均 *M*<sub>ave</sub>の関係を図7に示す.図5および 図6で示したように,局所方位差は損傷量とともに



図 8 Change in modified crystal deformation (MCD) with applied strain and strain amplitude under various measurement conditions.

大きくなる傾向にある.とくに, 引張材は未損傷材 を含め, 損傷量と $M_{\text{ave}}$ が直線的な相関関係を示し た.ただし,  $M_{\text{ave}}$ は測定条件によって異なってお り, QL で得られる $M_{\text{ave}}$ はQH のそれの2倍以上と なった.また,ステップサイズdの影響についても,  $d = 0.5 \mu \text{m}$ の方が,  $d = 0.3 \mu \text{m}$ より大きかった.一 方,2回の測定におけるばらつきは少ないことから, 測定条件やステップサイズを特定することで, $M_{\text{ave}}$ が損傷量を定量的に推定するための指標となり得る ことが分かる.

図 8 は *MCD* と損傷量の関係を示す. *M*<sub>ave</sub> の場合 とは異なり,未損傷材や QL の測定において若干の 逸脱があるものの, MCD では測定条件の影響が小 さいことが分かる. MCD では隣接する測定点間の 方位差ではなく,同一結晶粒内にある測定点との方 位差を用いているために,算出に用いる方位差が相 対的に大きい.したがって,誤差の影響や誤差その ものが小さくなり,測定条件(測定精度)の影響が 小さかった.ただし,方位差が小さくなる未損傷 材では測定条件依存性が見られた.また,MCD は, その定義の物理的な意味からも,ステップサイズの 影響はない<sup>(35)</sup>. MCD では局所的な方位差の分布を 観察することはできないが,材料の巨視的な損傷を 推定する尺度となり得ることが分かる.

## 4. 誤差指標

# 4.1 誤差指標の定義

図9は拡張局所方位差から求めた拡張局所方位差 平均(以後、単に局所方位差平均と称す)と、方位 差を算出する測定点の po からの距離 hの関係を示 す. また, 図中の直線は, 最小自乗法による近似線 を表している.いずれの場合も局方位差平均はhに 対して線形の正の相関を示した. これは, 図7で示 した Mave のステップサイズ依存性と同じく, 方位 差を算出する測定点間の距離とともに、方位差が大 きくなることによる. 引張負荷によって材料に導入 される転位などの欠陥は,結晶粒の変形を引き起こ し、原子の配列に乱れを生じさせる。EBSD 測定で は, 各測定点において, 乱れた原子配列に対応した 結晶方位を同定することになる。原子の乱れによっ て結晶方位は連続的に変化するので、方位差は測定 点間の距離とともに大きくなり、M<sub>ave</sub>がhともに 増加した. 図9の局所方位差平均とhの直線的な相 関関係は疲労材を含めた他の材料においても同様に 見られた.

hが小さくなると方位差は減少し、h = 0におい ては方位差が零となる(結晶方位が一致する)は ずである.しかし、図9ではh = 0においても $M_{ave}$ は零とはならなかった.このh = 0における $M_{ave}$ は、 測定値に含まれる誤差に起因するものであり、測定 精度が悪くなるほどその値は大きくなっている.し たがって、h = 0における $M_{ave}$ は測定誤差を反映し たパラメータと考えることができ、この値を誤差指 標 $B_n$ と定義した<sup>(34)</sup>.この誤差指標は、10.3%の塑 性ひずみを付与したステンレス鋼において、測定誤



⊠ 9 Change in extended  $M_{\text{ave}}$  with distance from center for  $M_{\text{L}}$  calculation and definition of error index  $B_{\text{n}}$  ( $d = 0.5 \mu$ m).

差と相関を有することが確認されている.本報では、異なる損傷量、および疲労材や未損傷材について *B*n が誤差指標として一般性を有するかどうか確認する.

## 4.2 誤差指標と測定条件の関係

誤差指標  $B_n$  をそれぞれの測定に対して算出した 結果を図 10 に示す.引張材,疲労材とも  $B_n$  は測定 条件(QH,QM,QL)毎に異なっており, $B_n$ が測 定の品質(精度)を反映したパラメータであること が確認できる.ただし, $B_n$  が $M_{ave}$  とともに大きく





 $\mathbb{X}$ 10 Change in error index  $B_n$  with averaged local misorientation for various measurement conditions.

なる傾向を示している.この要因として,以下の3 点が考えられる.

第一の要因として,  $M_{ave}$  とhの相関関係の線形 性が挙げられる. 図 11 は,  $\varepsilon_p = 7.8\%$ の引張材に ついて QH の測定から得られた  $M_{ave}$  とhの関係示 す.  $d = 0.3 \mu m$  と  $0.6 \mu m$ , および $d = 0.5 \mu m$  と  $1.0 \mu m$ を同じデータとして取り扱うことで, 広範囲のhに 対する  $M_{ave}$  の変化を見ることができる.  $M_{ave}$  とhはほぼ直線的な相関を有するが, 最小と最大のhに おいて  $M_{ave}$  が回帰直線に対し, わずかに下側にプ ロットされる傾向にある. つまり, 厳密には  $M_{ave}$ 



⊠11 Change in extended  $M_{\rm ave}$  with distance from center for  $M_{\rm L}$  calculation (tensile, QH,  $\varepsilon_{\rm p}$  = 7.8%).



Ill Change in  $B_n$  with step size obtained under QH conditions (tensile).

とhは下に凸の関係になっている.したがって,た とえば $d = 0.3 \mu m$ のデータと $d = 0.6 \mu m$  それぞれ のデータに対して得られる回帰直線の傾きは, $d = 0.3 \mu m$ の方が大きくなる傾向になり,その外挿から 求まる $B_n$ は相対的に小さくなる.図12は、ステッ プサイズ $d \ge B_n$ の関係を示すが、 $B_n$ が $d \ge 2$ もに 大きくなる傾向にあることが確認できる. $M_{ave}$ はdに依存することから、 $B_n$ が $M_{ave}$ とともに大きくなっ たと考えられる.

損傷量の増加にともなう回折パターンの劣化が第 二の要因となり得る.損傷により材料内部の欠陥が



図 13 Local misorientation distribution of tensile samples.

多くなると、原子の配列の乱れから回折パターンが 不鮮明になり、測定精度が低下する<sup>(38)</sup>.図12にお いて、ひずみ量が大きいほど*B*<sup>n</sup>が大きくなってい るのはこの要因による.

そして, 第三の要因として, dの増加にともなう 分布図の解像度の問題が考えられる.図12のd= 1µm において Bn が最大となった条件における局所 方位差分布を図 13 に示す. d = 0.5 µm に比べてデー タ点数がほぼ4分の1となる d = 1µm の分布図で は図の解像度が粗くなっていることが分かる.ス テップサイズが大きくなると、局所的かつ連続的な 方位変化をとらえることができず、hと相関を有し ないような不連続な変化が発生する可能性が大きく なる. hと相関を有しない  $M_{ave}$  は h = 0 においても 零にはならず、Bnを増加させる要因となる.図10 において, 疲労材の B<sub>n</sub>が引張材より大きくなって いるのはこの要因による.図6の分布図で観察され たように、疲労材ではすべりステップによる方位差 など、hとは必ずしも相関を有しないような不連続 な方位変化が発生している部分があり、これが B<sub>n</sub> を増加させる要因となっている.

図 10 において、測定精度が低い場合に未損傷材 の $B_n$ が相対的に小さくなっている.これは、未損 傷材の $B_n$ が小さいのではなく、 $M_{ave}$ が小さい損傷 材の $B_n$ が相対的に大きくなっていると考えること で説明できる.つまり、引張または疲労負荷によっ て、方位差が発生しても、測定精度が低い場合は、 方位変化がhに依存した連続的なものとしてとらえ ることができず、相対的に $B_n$ が大きくなった.一方、 測定精度が高くなると、 $B_n$ は未損傷材と損傷材の 区別なく、 $M_{ave}$ に対して相関を示した.

## 4.3 正味方位差比の提案

図 10 に示した全ての条件において  $M_{ave}$  は  $B_n$  よ り大きくなっており、 $M_{ave}$  よりむしろ  $M_{ave} - B_n$ の 方が正味の局所方位差平均に近い、そこで、図 10 の横軸を  $M_{ave} - B_n$  とした結果を図 14 に示した、 この図により誤差の大きさと、正味の局所方位差平 均 ( $M_{ave} - B_n$ )の対応を見ることができる.

測定品質  $B_n$ が測定条件によってほぼ一定である ことから、損傷が大きくなって  $M_{ave}$ が増加すると、  $B_n$ の相対的な影響が小さくなる.つまり、誤差の 影響が相対的に低下することになる.このような、 誤差の相対的な影響を代表する指標として、正味方 位差比 SN を次式で定義する.

$$SN = \frac{M_{\text{ave}} - B_{\text{n}}}{B_{\text{n}}} \tag{6}$$

このパラメータは信号雑音比(S/N比)に対応している.図5の分布図では,SNが0.342の図5(a)よりもSN = 1.13の図5(b)の方が,局所方位差が分



⊠14 Change in error index  $B_n$  with  $M_{ave}$ - $B_n$  for various measurement conditions.

布をより明確にとらえることができる.スケールが 同じでないため単純な比較は困難であるが,図5(c) のように $B_n$ が大きい場合でも,局所方位差平均が 大きければ,分布のコントラストは図5(a)と同等 となる.つまり,SNは局所方位差の分布を観察す る上で,その視認性(コントラスト)を表す指標と もなっている.図5,6および14の結果から,SN が 0.3 程度であれば局所方位差が不均一に分布して いる様子が明確に観察できるようである. 定量的な 考察が重要でない場合は, SN が大きくなるのであ れば品質を落として測定することも選択肢となる.

SN は損傷量が大きくなるほど増加するが、それ 以外にもステップサイズによっても増加する. 図9 や図11に示したように, Mave はステップサイズ, または拡張局所方位差における h が大きくなるほど 増加した.これにより、測定条件に関わらず、局所 方位差分布のコントラストが相対的に向上し, SN も増加することになる. ステップサイズの異なる 図 13(a)と(b)を比較すると、B<sub>n</sub>は低下するものの、 ステップサイズが大きくなると SN が大きくなって いる.  $h が M_{ave}$ のちょうど2倍となる $M_L^{3rd}$ の分布 を図 13(c) に示した. 定義上, この図の B<sub>n</sub> は d = 0.5µmの図13(a)と同じとなる.また,分布の鮮明 度は,  $d = 1 \mu m$ の図 13(b)とほぼ同じとなっている. このように、 $M_L^{3rd}$ を用いることで、精度  $(B_n)$  を 低下させることなく、鮮明な分布図を得ることがで きる. 一方で, ML<sup>3rd</sup>を用いると, スケールが変化 することにも注意が必要である. 図9からも分かる ように, hが2倍であっても局所方位差が2倍にな るとは限らない.

# 5. 平滑化フィルターの効果

図5に示した7.8%の塑性ひずみを加えた引張材 の局所方位差分布に対し、平滑化フィルターを適用 した場合の分布図を図15に示す.局所方位差は全 体的に小さくなっているが、分布のコントラストが 向上し,不均一な分布を鮮明に観察できる. さらに, その様相はQHとQLでほぼ同一であった. 平滑化 フィルターを適用した場合の B<sub>n</sub>を図 14 に示してい るが、その最大値はQLの場合でも引張材で0.05°、 疲労材で 0.06° 程度であり、平滑化フィルターを適 用しない場合の10分の1程度に低下している.結 果として SNも QHの場合で 16.6, QL の場合でも 2.95 となった.フィルターを適用しない場合の SN は大 きくても 1.5 程度であったことを考えると、大幅に コントラストが改善されている. SN が大きい (B<sub>n</sub> が小さい)ことから、局所方位差の分布に及ぼす誤 差の影響が小さく,結果として図 15(a)と図 15(b) で、ほぼ同じようなコントラストの分布図を得るこ とができた.

図 15(c) は図 15(b) の測定に対する M<sub>L</sub><sup>3rd</sup> の分布



 $\boxtimes 15$  Local misorientation distribution of tensile samples (applying the smoothing filter,  $d = 0.3 \mu$ m).

を示している. この図のスケールは, MLの分布で ある図 15(b) の2倍となっており、 $M_{\rm L} \ge M_{\rm L}^{3\rm rd}$ で のhの比に対応している. 図9からわかるように、 B<sub>n</sub>が小さいと、局所方位差がhに対して比例的に 増加することになり、MLをステップサイズで除し た M<sub>L</sub>/d (以後, M<sub>L</sub>'と表記)を用いることで, 測 定におけるステップサイズに関係なく、局所方位 差を定量的に考察することができる. M<sub>L</sub>'の単位 は(°)でなく、(°/µm)となる. 局所方位差のス テップサイズ依存性を見るために、 $M_{\rm ave}^{\rm 3rd}$ と $M_{\rm ave}$ の比,  $M_{\text{ave}}^{\text{3rd}}/M_{\text{ave}}$ を図16に示した.  $M_{\text{ave}}^{\text{3rd}}/M_{\text{ave}}$ が2である場合に、局所方位差がステップサイズに 依存しないと考えることができる. 平滑化フィル ターを適用しない場合は、 $M_{\rm ave}^{\rm 3rd}/M_{\rm ave}$ が最大でも 1.7 程度であるが、平滑化フィルターを適用した場 合は 2.0 となる場合もあった. 図 15(b) および(c)の  $M_{\rm ave}^{\rm 3rd}/M_{\rm ave}$ は、1.82 であった、 $M_{\rm ave}$ が小さくなる と M<sub>ave</sub><sup>3rd</sup>/M<sub>ave</sub> も低下するが、QH に限れば、その 最低値は未損傷材に対する 1.78 であった.

図 17 に引張材における SN と  $M_{ave}^{3rd}/M_{ave}$ の関係を示す.両者はよい相関があり, SN がステップサイズ依存性の指標にもなっていることが分かる. SN が大きくなるほど  $M_{ave}^{3rd}/M_{ave}$  が増加し, SN が2 より大きくなると,  $M_{ave}^{3rd}/M_{ave}$  は図 15 と同等レベルの 1.75 程度となった.図 18 に SN と  $B_n$ の関係を示す.SN と  $B_n$  は異なる尺度であるが,大局的に は、 $B_n$ が小さくなるほど SN が大きくなる傾向にある。そして、経験的には、SN が 2 より大きいということは、 $B_n$ も 0.1°より小さい高品質の測定であると考えて良い。

平滑化フィルターは、局所方位差の測定条件依存 性、およびステップサイズ依存性という、定量評価 の障害となっていた問題を低減できる有効な手法で あることが確認できた.一方、平均化を行うことで 方位差分布の解像度が低下したり、ピークカット効 果により局所方位差が低下したりする可能性もあ る.つまり、平滑化フィルターを適用した結果同士 ならば、それらを定量的に比較できるが、同じ B<sub>n</sub> であっても平滑化フィルターを適用した場合としな い場合では定量的な比較はできない可能性があるこ とに注意する必要がある.

測定誤差を低減する目的で,領域平均法も提案されている<sup>(21)</sup>.これは,1つの測定点に対する結晶 方位を得るために,複数の方位測定を行い,その平 均をとるもので,平滑化フィルターと類似した処理 を行う.しかし,平滑化フィルターのように平均計 算に用いる測定点が重ならないのでピークカットの 問題は生じない.しかし,領域平均法では測定時間 が通常の数倍(平均化に用いる測定数の数)必要に なる.測定品質が優先される場合は,領域平均法も 有効な手段となる.





# 6. 局所方位差測定の標準化に向けて

以上の検討から, 誤差指標 B<sub>n</sub>と正味方位差比 SN の2つの指標により, 測定品質(誤差)やステップ サイズ依存性が定量的に表せることが示された. そ れぞれの指標の特徴を以下に要約する.

「誤差指標 *B*<sub>n</sub> が小さい」:

・測定品質(結晶方位測定精度)が良い



Image: Second second



 $\boxtimes 18$  Relationship between  $B_n$  and SN (tensile).

- SN が向上し、ステップサイズ依存性が小さくなる
- ・局所方位差が h に依存していない場合 B<sub>n</sub> が相対 的に大きくなる場合がある

「正味方位差比 SN が大きい」:

- ・局所方位差分布のコントラストが良好
- ・ステップサイズ依存性が小さい
- ・必ずしも,測定品質が良いとは限らないことに注 意が必要

これらの指標を用いて、定量測定を実施する上での 知見は以下のように整理できる.

・局所方位差は測定品質(誤差)に依存して値が変 化することから, *B*<sub>n</sub>の異なる測定から得られた結



図19 Diagram for representing quality of EBSD measurements.

果を比較することはできない.

- ・ $B_n$ を小さくするかステップサイズ(またはh)を 大きくすることで、分布図のコントラスト(SN) を大きくできる、逆に、SNが2以上でれば、 $B_n$ が 0.1°以下の高品質な測定ができていると判断で きる.
- 局所方位差はステップサイズ(または h) に対して直線的に増加する.とくに, SN が2より大きい場合は、局所方位差をステップサイズで割った(M<sub>L</sub>/dとした) M<sub>L</sub>'(°/µm)を用いることで、異なるステップサイズの測定同士を比較することができる.
- ・巨視的な損傷量の推定には*M*<sub>ave</sub> でなく,*MCD* を 用いることで,測定品質やステップサイズの影響 を小さくすることができる.ただし,対象となる 損傷量が小さい場合は,測定品質に依存する場合 もある.

また, 平滑化フィルターの適用することによって, 以下の効果が得られる.

- ・*B*<sub>n</sub>が小さくなり局所方位差に及ぼす測定品質の 影響が(無視できるぐらいに)小さくなる.
- ・SN が 2 以上となり,ステップサイズ依存性を無 視できることが期待される.
- ・ただし、B<sub>n</sub>が同じであっても、平滑化フィルター
   を適用しないデータとの比較はできない可能性がある。

微小な方位差を取り扱う局所方位差により損傷評

価を行う場合は、できるだけ測定品質の高い測定を 実施することが望ましい.品質を向上させること で SN が増加し、より詳細な分布の観察が可能とな る.測定品質の目安を図 19 のように整理した. Bn は Mave に依存するが、ここでは簡便のため、依存 性は考慮していない.本報で使用した装置では、平 滑化フィルターを適用しない場合は、QH が最高 で、SN も最大で 1.5 程度であった.画素数の大き い CCD カメラを用いたり、方位差算出のためのプ ロセスを見直したりすることで QH<sup>+</sup>を達成できる 可能性がある.また、平滑化フィルターを適用する ことも選択肢となる.そして、SN が2より大きく なるとステップサイズや測定品質によらない定量評 価が可能となる.

# 7. 結言

本報では、局所方位差の定量評価で問題となって いる誤差の影響、ステップサイズ依存性について、 引張と疲労荷重を負荷したステンレス鋼を用いた検 討を行った.まず、測定精度の異なる3種類の測定 条件,2種類のステップサイズにおいて EBSD 測定 を行った.そして,誤差指標 B<sub>n</sub>に加え,正味方位 差比 SN を新たに提案し、これらの指標によって、 局所方位差測定における測定品質,分布図のコント ラスト、ステップサイズ依存性を定量的に評価でき ることを示した.また、平滑化フィルターが、測定 誤差を低減し (B<sub>n</sub>を小さくし), ステップサイズ依 存性を小さくする(SNを増加させる)有効な方法 であることを示した.そして, EBSD による局所方 位差の測定手順の標準化に向けて、測定における知 見を整理した.異なる測定結果を定量的に比較す るためには、*B*<sub>n</sub>とステップサイズが同じであるか、 平滑化フィルターを適用する必要がある.そして, SN が2以上のときはステップサイズが異なる測定 同士の比較も可能となる.

## 文献

- (1) (Edited by) A. J. Schwarts, M. Kumar and B. L. Adams, "Electron Backscatter Diffraction in Materials Science", Kluwer Academic/ Plenum Publishers, New York, (2000).
- (2) F. J. Humphreys, "Grain and Subgrain Characterization by Electron Backscatter

Diffraction", J. of Material Science, 36, pp. 3833-3854 (2001).

- (3) E. M. Lehockey, Y. Lin, O. E. Lepik, "Mapping residual plastic strain in materials using electron backscatter diffraction", in: A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams (Eds.), Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, Kluwer, Academic/Plenum Publishers, New York, 2000. pp. 247-264.
- (4) J. A. Sutliff, "An investigation of plastic strain in copper by automated-EBSP", Microscopy and Microanalysis. Supp 2, pp. 236-237 (1999).
- (5) T. M. Angeliu, P. L. Andresen, E. Hall, J. A. Sutliff, S. Sitzman, "Strain and microstructure characterization of austenitic stainless steel weld HAZs", CORROSION/2000, NACE, 2000, paper no. 186.
- (6)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, pp. 50-55 (2000).
- (7) K. Mino, R. Imamura, H. Koiwai, C. Fukuoka, "Residual life prediction of turbine blades of aeroderivative gas turbines", Advanced Engineering Materials, 3, pp. 922–924 (2003).
- (8)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 A 編,71, pp. 1722-1728 (2005).
- (9) L. N. Brewer, M. A. Othon, L. M. Young, T. M. Angeliu, "Misorientation mapping for visualization of plastic deformation via electron back-scattered diffraction", Microscopy and Microanalysis, 12, pp. 85-91 (2006).
- (10) E. Demir, D. Raabe, N. Zaafarani, S. Zaefferer, "Investigation of the indentation size effect through the measurement of the geometrically necessary dislocations beneath small indents of different depths using EBSD tomography", Acta Materialia, 57, pp. 559–569 (2009).
- (11) M. Kamaya, A. J. Wilkinson, J. M.

Titchmarsh, "Measurement of plastic strain of polycrystalline material by electron backscatter diffraction", Nuclear Engineering and Design, 235, pp. 713–725 (2005).

- (12) 釜谷昌幸, "EBSD による塑性ひずみ分布の測定", 材料, 58, pp. 568-574 (2009).
- (13) 横幕俊典,与田利花,"後方散乱電子回折法 (EBSD) による塑性変形および疲労損傷度の 定量的評価",日本材料学会第10回機械,構 造物の強度設計・安全性評価に関するシンポ ジウム (2006).
- (14) 釜谷昌幸, "EBSD による低サイクル疲労損傷の観察(SUS316 鋼およびSTS410 鋼の微視組織的変化)",日本機械学会論文集A編,77, pp. 154-169 (2011).
- (15) M. Kamaya and M. Kuroda, "Fatigue damage evaluation using electron backscatter diffraction, Materials Transactions, in press.
- (16)米山夏樹, 久布白圭司, 吉澤廣喜, "EBSP を 用いた材料評価手法の構築", IHI 技報, 47, pp. 157-161 (2007).
- (17) 横幕俊典,与田利花,"EBSP(後方散乱電子 回折像)法による疲労とクリープ損傷度評価", 検査技術,12, pp.36-41 (2007).
- (18) 高久歴, 齊藤大蔵, 吉岡洋明, "Hastelloy Xの 粒内方位差変化によるクリープ損傷評価にお ける結晶粒径および結晶方位の影響", 材料, 58, pp. 229-234 (2009).
- (19) R. Yoda, T. Yokomaku and N. Tsuji, "Plastic deformation and creep damage evaluations of type 316 austenitic stainless steels by EBSD", Materials Characterization, 61, pp. 913-922 (2010).
- (20) 釜谷昌幸, "電子後方散乱回折による結晶方 位差分布の測定", 日本機械学会論文集 A 編, 74, pp. 315-322 (2008).
- (21) M. Kamaya, "Measurement of local plastic strain distribution of stainless steel by electron backscatter diffraction", Material Characterization, 60, pp. 125-132 (2009).
- (22) 佐々木孔英, 釜谷昌幸, 三浦照光, 福谷耕司,
   "微視的な塑性ひずみ分布と結晶方位差の関係", 日本金属学会誌, 74, pp. 467-474 (2010).
- (23) A. Clair, M. Foucault, O. Calonne, Y. Lacroute, L. Markey, M. Salazar, V. Vignal and E.

Finot, "Strain mapping near a triple junction in strained Ni-based alloy using EBSD and biaxial nanogauges", Acta Materialia, 59, pp. 3116–3123 (2011).

- (24) Z. Lu, T. Shoji, F. Meng, H. Xue, Y. Qiu, Y. Takeda and K. Negish, "Characterization of microstructure and local deformation in 316NG weld heat-affected zone and stress corrosion cracking in high temperature water", Corrosion Science, 53, pp. 1916–1932 (2011).
- (25) J. F. Nye, "Some geometrical relations in dislocated crystals", Acta Metallurgica, 1, pp. 153-162 (1953).
- (26) D. P. Field, P. B. Trivedi, S. I. Wright, M. Kumar, "Analysis of local orientation gradients in deformed single crystal", Ultramicroscopy, 103, pp. 33–39 (2005).
- (27) D. Raabe, Z. Zhao, S. J. Park, F. Roters, "Theory of orientation gradients in plastically strained crystals", Acta Materialia, 50, pp. 421–440 (2002).
- (28) M. Calcagnotto, D. Ponge, E. Demir, D. Raabe, "Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dualphase steels studied by 2D and 3D EBSD", Materials Science and Engineering: A, 527, pp. 2738–2746 (2010).
- (29) J. W. Kysar, Y. Saito, M. S. Oztop, D. Lee, W. T. Huh, "Experimental lower bounds on geometrically necessary dislocation density", International Journal of Plasticity, 26, pp. 1097– 1123 (2010).
- (30) H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix, J. W. Hutchinson, "Mechanism-based strain gradient plasticity — I. Theory", Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 47, pp. 1239–1263 (1999).
- (31) V. Randle, "Electron backscatter diffraction: Strategies for reliable data acquisition and processing", Materials Characterization, 60, pp. 913-922 (2009).
- (32) A. J. Wilkinson, "A new method for determining small misorientations from electron back scatter diffraction patterns", Scripta Materialia ", 44, pp. 2379–2385 (2001).

- (33) M. Kamaya, "A smoothing filter for misorientation mapping obtained by EBSD", Materials Transactions, 51, pp. 1516–1520 (2010).
- (34) M. Kamaya, "Assessment of local deformation using EBSD: Quantification of accuracy of measurement and definition of local gradient", Ultramicroscopy, 111, pp. 1189–1199 (2011).
- (35) 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, pp. 539–548 (2006).
- (36) L. N. Brewer, D. P. Field and C. C. Merriman, "Mapping and assessing plastic deformation using EBSD", In: Electron Backscatter Diffraction in Materials Science Second Edition, edited by Schwarts, A. J., Kumar, M., Adams, B. L., and Field, D. P., pp. 251–262 (2009) Springer.
- (37) M. Kamaya, "Characterization of microstructural damage due to low-cycle fatigue by EBSD observation", Material Characterization, 60, pp. 1454-1462 (2009).
- (38) A. J. Wilkinson, "Quantitative Deformation Studies Using Electron Back Scatter Patterns", Acta Metal. Mater., 39, pp. 3047– 3055 (1991).