ノート

各種鋼材の EBSD による金属組織観察

斎藤　雄治*

Observation of the Metal structures of Steels using Electron Back Scattered Diffraction Pattern

SAITO Yuji*

1. 緒　　言

破損した金属製品の原因などを調べる際，顕微鏡を使って金属組織観察を行うことがある。金属組織観察においては，金属組織の種類や大きさ，介在物の種類や分布などを識別することで，鋳造，鍛造，熱処理の熱履歴や素材の良否などの判断が可能となる。

ここで，介在物や組織の判別については，経験，類推，資料との比較等により行っている場合が多いと思われる。

昨年，工業技術総合研究所にEBSD（電子線後方散乱回折：Electron Back Scattered Diffraction Pattern）を備えた走査電子顕微鏡が導入された。これを使うことにより，従来では困難であった高倍率における金属組織や介在物の解析が可能となる。

本研究では，焼入れ後に低温焼戻しした鋼材SUJ2とSKS3について，マルテンサイト，セメンタイト，残留オーステナイトの金属顕微鏡による観察を行った。さらに，走査電子顕微鏡による観察およびEBSD解析を行った。

2. 実験条件

軸受鋼 SUJ2（直径 26mm，厚さ 5mm）および工具鋼 SKS3（19×19×20mm）を試験片とした。これらの試験片について表 1 に示す焼入れ，焼戻しの熱処理を行った。

熱処理後，試験片の断面について X 線応力測定装置（(株)リガク製 X 線応力測定装置 PSPC-MSF-3M）を用いて表 2 に示す条件で残留オーステナイトの定量を行った。次に，その断面を鏡面研磨および腐食して金属顕微鏡（オリンパス光学工業(株)製 金属顕微鏡 BX-60M-53MB）による金属組織観察を行った。その後，再び鏡面研磨（仕上げは 0.05μm コロイダルシリカ）および軽度の腐食を行い，走査電子顕微鏡（(株)日本電子製 ショットキー電界放出形走査電子顕微鏡 JSM-7800F Prime）による金属組織の観察および EBSD 解析を行った。EBSD 解析は表 3 の金属組織および炭化物について行った。観察

表 1　熱処理条件

試験片	焼入れ	焼戻し
SUJ2	820℃，900℃の各温度に 10 分保持後に油冷	180℃で 1 時間保持後に空冷
SKS3	830℃，920℃の各温度に 20 分保持後に油冷	

表 2　残留オーステナイトの定量条件

測定する相	α 相	γ 相
管球	Cr	
Kβ フィルタ	V	
管電圧，kV	30	
管電流，mA	10	
コリメータ，mm	2×2	
回折面	(211)	(220)
ψ 角，deg	0	
2θ 角，deg	142~170	125~133
ステップ角，deg	0.05	
プリセットタイム，s	60 または 120	240

* 中越技術支援センター

表 3　EBSD 解析を行った金属組織・炭化物

金属組織・炭化物	図 3，4 の記号
マルテンサイト	Fe
セメンタイト	Fc_3C
残留オーステナイト	Fe-FCC

表 4　金属組織の観察に用いた腐食液

試験片	観察の種類	腐食液
SUJ2	金属顕微鏡	硝酸－アルコール溶液（硝酸 5ml, エチルアルコール 100ml）
	電子顕微鏡	(株)山本科学工具研究社製 AGS
SKS3	金属顕微鏡	硝酸－アルコール溶液
	電子顕微鏡	

観察に用いた腐食液を表 4 に示す。

3.　実験結果

表 5 に，残留オーステナイトの定量結果を示す。表には前報で提案した方法で求めた残留オーステナイトの定量値の 95%信頼限界を示した。いずれの試験片も焼入温度が高くなると残留オーステナイトが多くなることが分かる。

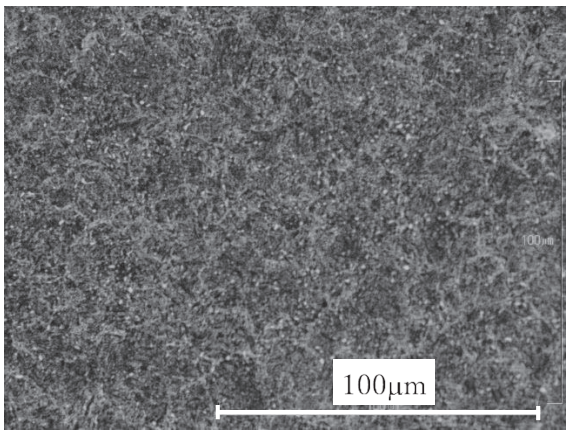
図 1 と図 2 に金属顕微鏡による金属組織観察の結果を示した。

図 1 は SUJ2 の結果で，(a)は 820℃，(b)は 900℃で焼入れした金属組織である。焼入温度が高くなると，炭化物が少なくなり，素地組織（焼戻しマルテンサイト）が粗くなることが分かる。また，（a），（b）ともに旧オーステナイト結晶粒界付近が白っぽく見えていることが分かる。

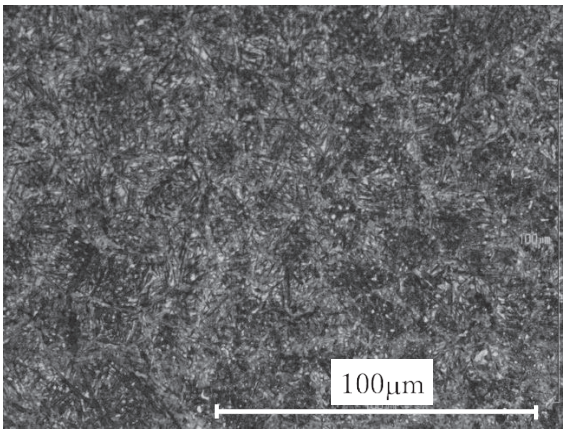
表 5　残留オーステナイトの定量結果

試験片	焼入温度，℃	残留オーステナイトの定量値とその 95%信頼限界，質量%
SUJ2	820	6.3±1.2
	900	22.1±1.1
SKS3	830	8.3±0.8
	920	19.8±0.7

図 2 は SKS3 の結果で，（a）は 830℃，（b）は 920℃で焼入れした金属組織である。図 1（b）と図 2（b）を比較すると，焼入温度が 20℃しか違わないにも関わらず，SKS3 は SUJ2 に比べて素地組織の粗さや残留オーステナイトの見え方が顕著になっている。しかし，表 5 に示したとおり，これらの試験片の残留オーステナイトの定量値は SUJ2 が SKS3 に比べてやや多くなっている。このことから，SUJ2 は SKS3 に比べて残留オーステナイトが現出しにくいと考えられる。

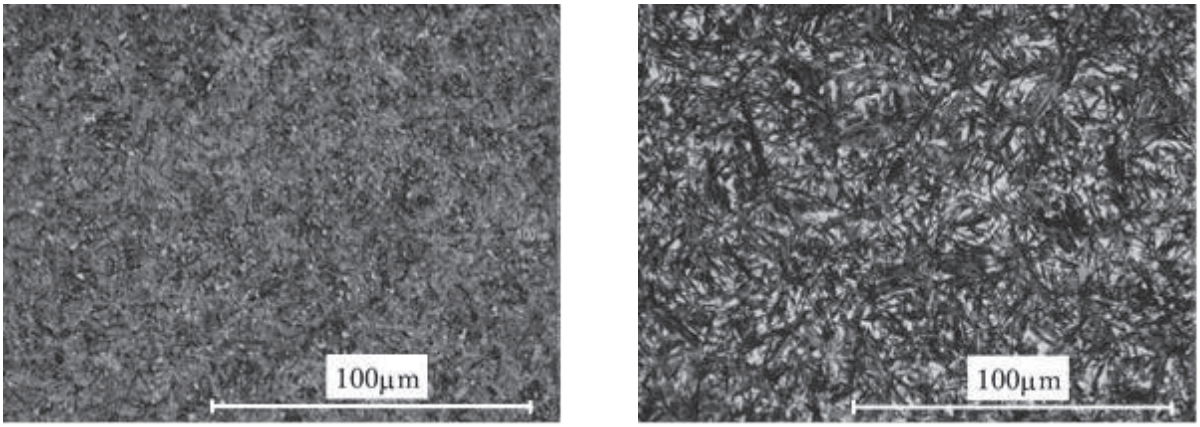


（a）焼入温度 820℃



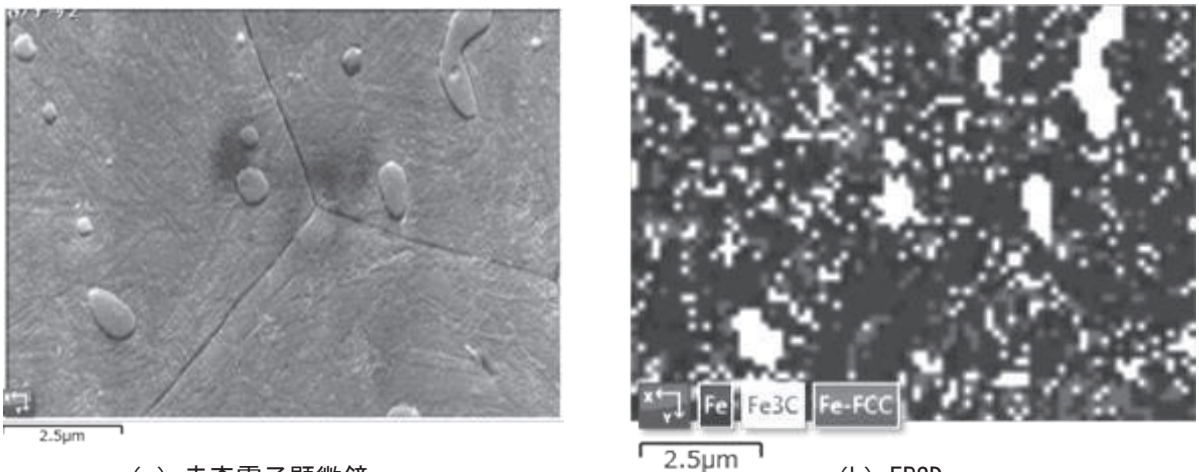
（b）焼入温度 900℃

図 1　熱処理後の SUJ2 試験片の金属組織



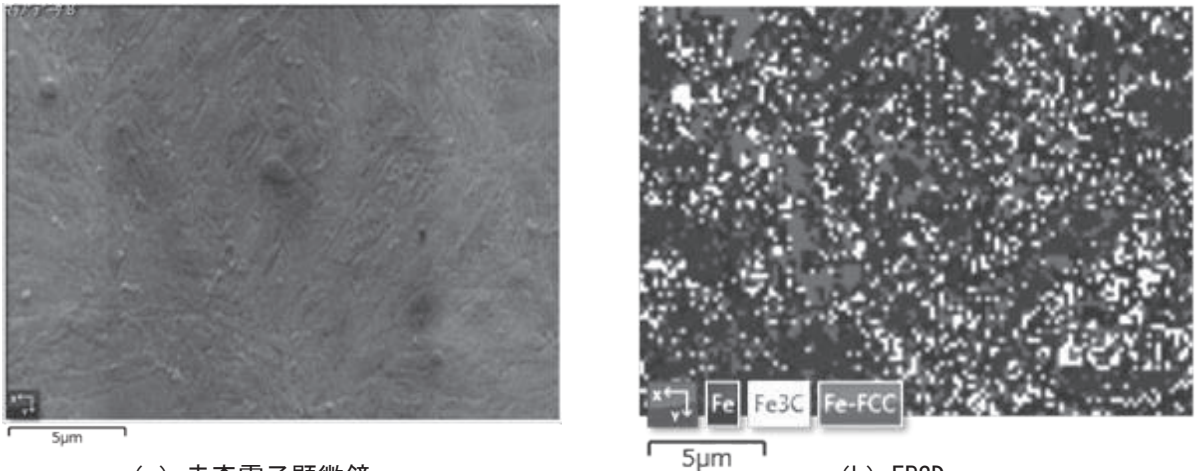
（a）焼入温度 830℃　　（b）焼入温度 920℃

図 2　熱処理後の SKS3 試験片の金属組織



（a）走査電子顕微鏡　　（b）EBSD

図 3　熱処理後の SUJ2 試験片の走査電子顕微鏡による金属組織の観察および EBSD 解析の結果（焼入れ 900℃）



（a）走査電子顕微鏡　　（b）EBSD

図 4　熱処理後の SKS3 試験片の走査電子顕微鏡による金属組織の観察および EBSD 解析の結果（焼入れ 920℃）

図 3 と図 4 に走査電子顕微鏡による金属組織観察の結果と EBSD による金属組織の解析結果を示す。各図において，（a）は走査電子顕微鏡で観察した金属組織，（b）は（a）の箇所を EBSD で解析した結果である。ここでは，SUJ2 と SKS3 のいずれも焼入温度が高い方の結果のみを示している。

図 3 は焼入温度 900℃の SUJ2 の結果である。図の（a）と（b）を見比べると，（a）で粒状に見える部位はセメンタイトであることや，残留オーステナイトがマルテンサイトの間に多く見られることが（b）から分かる。さらに，図 2（b）の金属組織写真や図 3（a）の電子顕微鏡画像では認められない微細なセメンタイトが（b）では見ることができる。

図 4 は焼入温度 920℃の SKS3 の結果である。図 3（b）と同様に微細なセメンタイトが見られることが図 4（b）から分かる。

4. 結　　言

EBSD を用いることにより，マルテンサイト，セメンタイト，残留オーステナイトの金属組織を識別することができた。また，金属顕微鏡では識別できない細かい炭化物を観察することができた。

参考文献

1）斎藤雄治，“X 線回折による残留オーステナイト定量値のばらつきに関する研究”，工業技術総合研究報告書，47，2018，pp.29-35.