

ステンレス鋼の 微細構造検査用 試料作製

アプリケーション ノート

11%以上のクロムを含む耐食性鋼は、総称して「ステンレス鋼」として知られています。高合金鋼のこのグループ内では、以下の4つの主要カテゴリーを区別できます:フェライト、マルテンサイト、オーステナイト、オーステナイトフェライト (二相) ステンレス鋼。これらのカテゴリーは、合金組成によって大きく影響される室温での合金の微細構造を説明しています。

ステンレス鋼の主要特性は、耐食性です。この特性は、固有の合金化要素の付与によって強化することができます。これは、靱性、耐酸化性などその他の材料特性に対するさらなる有益な効果もあります。

例えば、ニオブとチタンは炭化物を形成する炭素を吸収するため、粒界腐食に対する耐性を向上させます。窒素は強度を増加させ、硫黄は短い切削片をもたらす小さな硫化マンガン形成するため、機械加工性を向上させます。ステンレス鋼はその耐食性、優秀な表面仕上げに



航空機産業のための高性能ステンレス鋼部品

よって、航空機、化学、医学、食品の各産業、調理場、建築、さらには宝石において主要な役割を果たしています。

ステンレス鋼の金属組織学は、生産工程における全体的な品質管理の重要な一部です。

主な金属組織学試験には、結晶粒度測定、デルタフェライトとシグマ相の特定、および炭化物とその分布の評価があります。また、金属組織学は腐食/酸化の仕組みを調査するための不具合分析に利用されます。

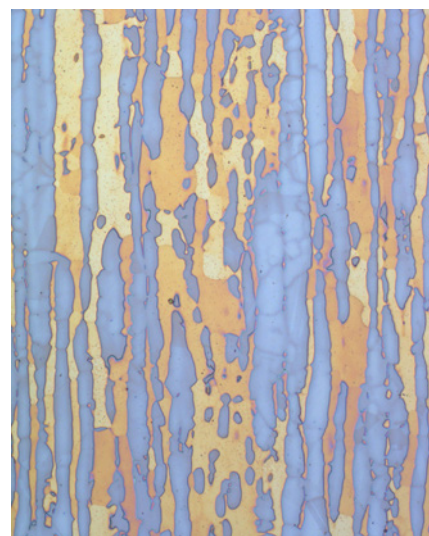


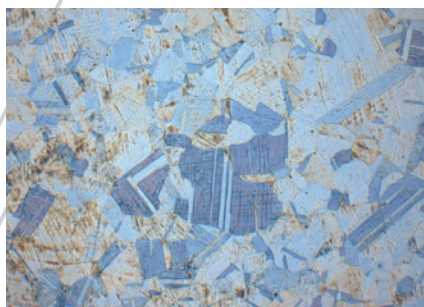
図1: 青色のオーステナイトと黄色のフェライトを示す40%水酸化ナトリウム水溶液で電解エッチングされた二相鋼。
150x

微細構造検査用試料作製時の課題

研磨・琢磨: 変形と研磨傷がフェライトとオーステナイトの各ステンレス鋼で発生します。「炭化物と介在物を残存させること」が課題です。



3µm 研磨後のステンレス鋼の表面には研磨による変形がみられる
DIC 25x



研磨が不十分で変形したステンレス鋼
100x
カラーエッチング (ベラハII)

ソリューション

ダイヤモンド研磨とコロイドシリカまたはアルミナを使用した完璧な仕上げ研磨。



ステンレス鋼の 生産と用途

高合金鋼の生産工程は、溶融および再溶融の複雑なプロセスです。まず、鉄とよく選別されたスクラップの混合物を電気アーク炉で溶融し、その後、インゴットに casting されるか、継続的にブルームやピレットへ casting されます。多くの場合、これらの一次産品は、バー、ロッドまたはプレートの形にさらに処理されます。高い品質が求められる鋼鉄の場合、一次産品は二次製鋼工程の原料として使用することができます。この二次処理は、真空誘導溶融のほか、真空アーク再溶解やエレクトロスラグ再溶解などによって、二重または三重に溶解されることがあります。また、圧力および保護ガスなどが使われることもあります。

この二次処理の主な目的は、酸化物、硫化物、ケイ酸などの不純物を減らし、連続溶融による清浄度の増加と、優れた機械性および物理的特性を持つ均質なインゴットが生成することです。

用途

ステンレス鋼の耐食性は、鉄とクロムの合金がもたらすものであり、機械的に損傷した場合に自発的に再構築する酸化層の不活性表面の形成に依存しています。

さまざまな種類の腐食、例えば点蝕、応力、結晶間、振動腐食などが発生する可能性があります。ピット腐食に対する耐性を向上させるモリブデンなど、クロム以外の合金元素を加えることで、特定の形態の攻撃に対する耐性を向上させることができます。主な合金、特性および4種類のステンレス鋼の用途を簡単にご紹介します。

フェライトステンレス鋼: 低程度カーボン含有および11-17%クロム含有の非熱処理合金。

特性: 磁性、大気腐食耐性、適度な強度と靱性。
用途: 電磁バルブ、かみそりの刃、車のトリム。

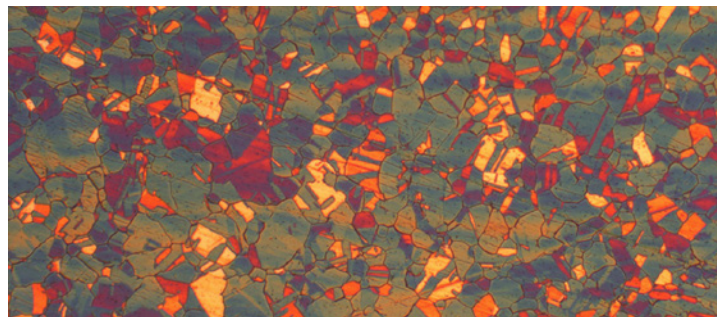
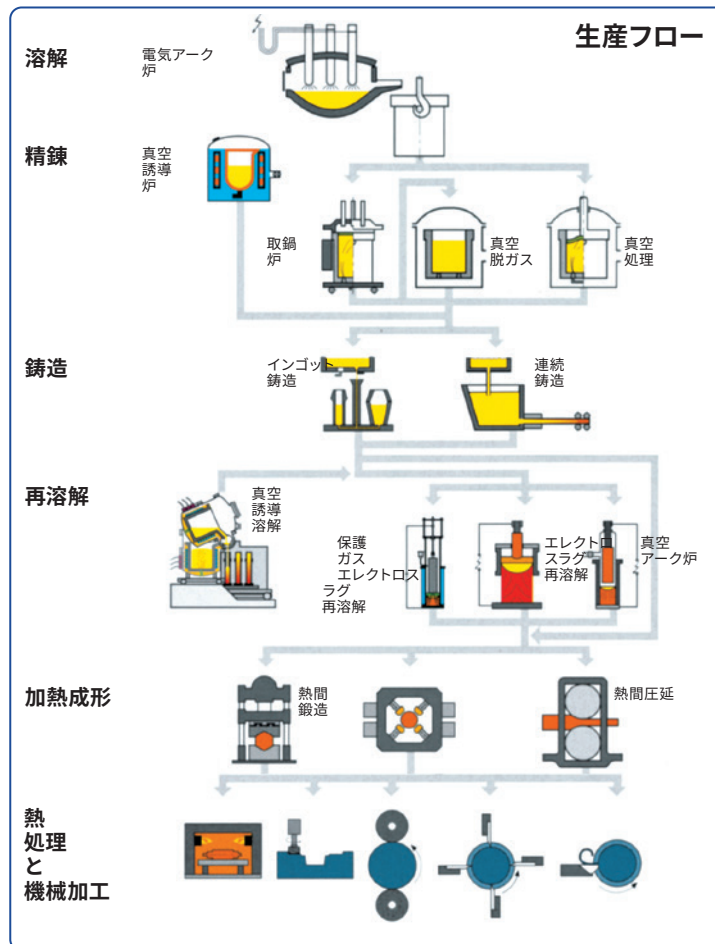


図2:
オーステナイト鋼、
カラーエッチング
(ペラハ II)
100x



マルテンサイトステンレス鋼: 中程度カーボン含有、12-18%クロムおよび2-4% ニッケル含有の熱処理合金。
特性: 高い耐食性、耐高温およびクリープ耐性。用途: 医療用途のメス、ナイフ、フック、ピンセット、飛行機用のドライブシステムや高性能部品。

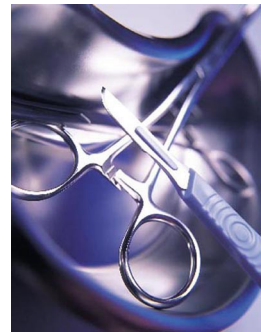
オーステナイトステンレス鋼: 0.03-0.05 % カーボン含有の非熱処理合金で、主な合金化要素は、クロム (17-24 %)、ニッケル (8-25%)、モリブデン (2-4%)。炭化物形成用にチタンとニオブを添加。特性: 高い延性、耐食性、アルカリや酸化酸に対する耐性、非常に良好な冷間成形特性、作業しやすく、機械加工が容易。

用途: ねじ、ボルトおよびインプラント、低温適用、化学、製薬および食品産業、台所用品の容器および管。

オーステナイト／フェライト鋼 (二相): 低程度カーボン含有、一般的に高いクロム含有量 (21-24%)、オーステナイト鋼より低いニッケル含有量 (4-6%)、モリブデン含有量 2-3%。

特性: 腐食性媒体中の耐疲労性、応力腐食に対する良好な耐性。

用途: 化学、環境および海上の産業、建築のための装置。



ステンレス鋼による 試料作製の課題

フェライトステンレス鋼は軟質で、オーステナイトステンレス鋼は延性です。どちらも機械的変形をしやすいです。通常、仕上げ研磨で鋼の高い光反射性を維持しますが、完全に研磨しないと、エッチング後に変形が再び現れることがあります(図3)。

マルテンサイト鋼はその硬さのため、比較的研磨しやすい材料です。通常、炭化物を維持するために注意する必要があります。

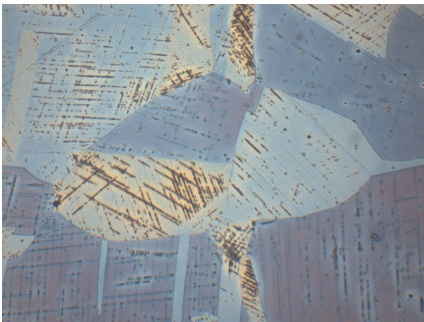


図3: オーステナイト鋼の研磨が不十分
500x
エッチング(ペラハII)後に変形が発生

ステンレス鋼による試料作製の推奨事項

除去率がご要望より低い場合、MD-アルトで研磨する際、加圧力を増すことをお勧めします。増した加圧力はMD-アルトを綺麗にし、ドレッシングを施します。軟性で延性のあるステンレス鋼試料には、非常に粗い研磨作業面の使用および高い加圧力は避けるべきです。一般的なルールとして、概ね試料面積に一致する加圧力で面出し研磨に使用します。精研磨は硬質円板(MD-ラルゴ)または(幾つかの種類のステンレス鋼に対する代替として)MD-Planクロスでダイヤモンドを使用して実施してください。精研磨後、中程度の硬さのクロス上でダイヤモンド研磨を徹底的に行い、そして細かい研磨傷を取り除くためにコロイドシリカ(OP-S)またはアルミナ(OP-A)で仕上げ研磨を続けて実施します。この手順は非常に丁寧に実施する必要があります。優れた仕上げ研磨でより望ましいコントラストが得られます。([「エッチング」](#)参照)

精研磨によって取り除かれなかった最初の粗研磨による変形は、痕跡を残し、最終研磨でも取り除くことはできません。

表1に、ステンレス鋼試料の試料(30 mmの埋込み済み、半自動機テグラミン、円板径300 mm仕様)の試料作製条件を示します。表2には、6個のステンレス鋼試料(65x30 mm冷間埋込または非埋込試料、MAPSまたはアブラプラン/アブラポール、円板径350 mm仕様)の試料作製条件を示します。

電解研磨

研究作業または一般的構造の素早い確認の場合、電解研磨とエッチングは、ステンレス鋼の機械研磨の代替になり、あらゆる機械的変形を残しません。

電解研磨は微細構造の確認に優れた結果を与えますが(図4)、炭化物の特定には適していません。炭化物は、落ちてしまうか、大きくなるように見えます。

試料は電解研磨前にSiCフォイル/紙の#1000の粒度で研磨される必要があります。研磨表面が細くなればなるほど、電解研磨の結果は良くなります(下の試料作製条件を参照してください)。

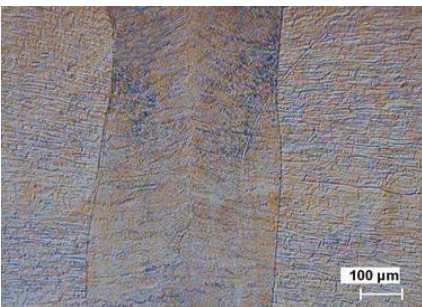


図4: 電解研磨とエッチングされた
ステンレス鋼溶接部、DIC

電解液 A3 (日本国内では取扱っておりません)	
面積:	1cm ²
電圧:	35 V
流量:	13
時間:	25 秒
ステンレス製エッチング皿での外部エッチング:	
10% 含水シュウ酸	
電圧:	15V
時間:	60 秒

ステンレス鋼の電解研磨とエッチングによる試料作製条件 SiC フォイル/紙 #320、#500、および #1000 による研磨

研磨

工程		PG	FG
	作業面	MD-アルト	MD-ラルゴ
	砥粒	種類	Al ₂ O ₃
		サイズ	#180/220
	懸濁液/潤滑剤	純水	ダイヤモンド アレグロ/ラルゴ9
	rpm	300	150
	加圧力[N] 試料	25	40
	時間(分)	必要に応じて	5

琢磨

工程		DP	OP
	作業面	MD-Dac	MD-Chem
	砥粒	種類	ダイヤモンド
		サイズ	3 μm
	懸濁液/潤滑剤	ダイヤモンド Dac3	OP-S ノンドライ OP-A
	rpm	150	150
	加圧力[N] 試料	20	15
	時間(分)	4	2-3

表1: ステンレス鋼試料に対する試料作製条件 (直径30mm埋込済み、半自動機テグラミン、直径300 mm円板仕様)

[ダイヤモンド](#)の代替として、多結晶[ダイヤモンド懸濁液P](#)と[緑色/青色の潤滑剤](#)を併用できます。

エッチング

ステンレス鋼のエッチングには、多少の経験と根気が必要です。エッチング液の文献は数多くあります。試験室で普段に準備される特定の材料に適した原液を個々にセットアップするために、いろいろ試してみることをお勧めします。

ステンレス鋼は耐食性が高いという事実から、その構造を明らかにするためには、非常に強い酸が必要です。エッチング液を取り扱う際には、標準的な安全対策を講じる必要があります。多くの試験室では、文献に記載されているエッチング液は、エッチングされる材料に適切でもしくは、個人的な好みに応じて変更されます。優れたエッチング結果のためには、十分な仕上げの炭化物研磨が欠かせません。以下は、日常的、ルーチン的な使用において実証済みのエッチング液です。

研磨

 工程		PG 	FG 
	作業面	砥石 3A36	MD-ラルゴ
	砥粒	種類	ダイヤモンド
		サイズ	9 μm
	懸濁液/潤滑剤	水	ダイヤモンドアレグロ/ラルゴ9
	rpm	1450	150
	加圧力 [N] 試料	50	50
	時間(分)	必要に応じて	9

琢磨

 工程		DP 1 	DP 2 	OP 	
	作業面	MD-Mol APS	MD-Nap	MD-Chem	
	砥粒	種類	ダイヤモンド	ダイヤモンド	シリカ／アルミナ
		サイズ	3 μm	1 μm	0.25 μm / 0.1μm
	懸濁液/潤滑剤	ダイヤモンド Mol B 3	ダイヤモンド Nap B 1	OP-S ノンドライ OP-A	
	rpm	150	150	150	
	加圧力 [N] 試料	50	25	25	
	時間(分)	6	4	2-3	

表2: 65x30mmのステンレス鋼試料の試料作製条件、ストルアス製マップスまたはアブラプラン/アブラボールを使用して冷間埋込みまたは未埋込み。直径350 mm円板仕様。

[ダイヤモンドの代替として、多結晶タイプのダイヤモンド懸濁液Pと緑色/青色の潤滑剤を併用できます。](#)

化学エッチング

注意:化学試薬を使用した作業を実施する場合、推奨される安全措置に必ず従ってください。

マルテンサイト鋼の場合：
925 ml エタノール
25 g ピクリン酸
50 ml 塩酸

オーステナイト鋼の場合：

1) 塗布(脱脂綿) エッチング：
500 ml 蒸留水
300 ml 塩酸
200 ml 硝酸
50 ml 飽和塩化鉄(III)溶液
2.5 g 塩化銅(II)

2) 100 ml 水
300 ml 塩酸
過酸化水素(30%) 15 ml

3) V2A エッチング液：
100 ml 水
100 ml 塩酸
10 ml 硝酸
それぞれ室温または最大50℃

カラーエッチング液ベラハII：
原液
800 ml 蒸留水
400 ml 塩酸
48 g フッ化水素アンモニウム
エッチング用に、この原液 100 ml に1-2 g のメタ重亜硫酸カリウムを添加

電解エッチング

オーステナイト／フェライト鋼 (二相) の場合
40% 水酸化ナトリウム溶液

すべてのステンレス鋼：
10% 含水シュウ酸



構造解釈

フェライトステンレス鋼は、熱処理に反応しません。ただし、その特性は冷間加工による影響を受ける場合があります。それらは室温で磁性を示します。焼きなまし状態における微細構造は、微細炭化物が埋め込まれたフェライト結晶から構成されます。機械加工に使用されるフェライト鋼には、快削性を上昇させる大量のマンガンスulfideが含まれています(図 5)。

マルテンサイトステンレス鋼は熱処理に反応します。マルテンサイトは急速な冷却によって形成され、特性は、その後の焼き戻し処理によって最適化することができます。その合金は磁性を示します。微細構造は熱処理に応じて、純マルテンサイト構造から微細な焼き戻しマルテンサイトまで多岐にわたります。異なる合金と半仕上げ製品の様々な様相は、複雑な熱処理温度と時間を必要とします。

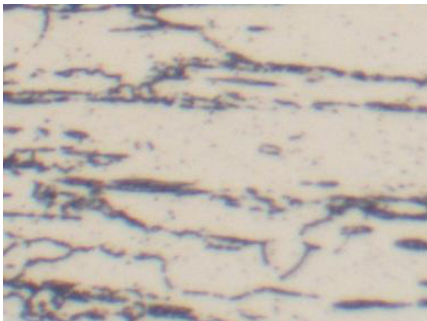


図5: 硫化マンガンを糸状の小さい炭化物を含むフェライトステンレス鋼、10%シュウ酸で電解エッチング 200x



図6: デルタフェライトを含み焼き戻されたマルテンサイトステンレス、ピリン酸でエッチング 75x

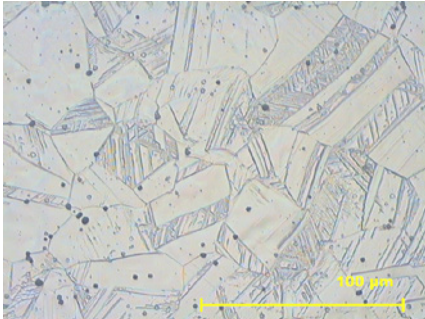


図7: V2A エッチング液でエッチングされ、冷間加工後のオーステナイト鋼の双晶形成

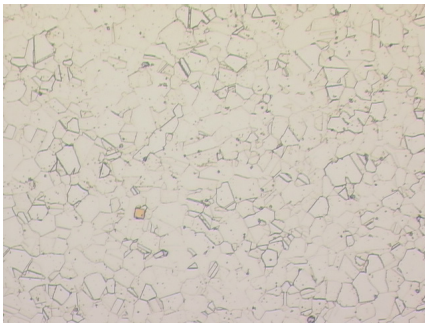


図8: 炭化物と一部チタンカーボン窒化物を含むオーステナイト
200x

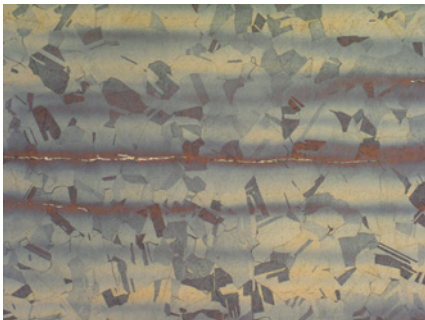


図9: デルタフェライトの糸が形成されたオーステナイト(微小分離を示す)
125x

青: 合金化要素の空乏

デルタフェライト(図6)は通常、望ましくない相です。それは高クロム含有量の鋼を700から950°Cで長く焼きなましすることで、デルタフェライトを硬質で脆性の鉄-クロム金属間シグマ相に変化させる場合があります。

最高1050°Cまで加熱し、急冷すると、シグマ相とそれに伴う脆化を取り除きます。

オーステナイトステンレス鋼は、熱処理に反応しませんが、急速な冷却によって最も柔らかい状態になります。それらはこの状態で非磁性を示し、その特性は冷間加工により影響されます。これらの鋼の微細構造は、双晶形成を示す可能性があるオーステナイト結晶から構成されます(図7)。これらの鋼を600-700°Cの範囲の高温にさらすと、オーステナイト結晶内の複雑な炭化物の構成をもたらす場合があります。これはオーステナイト固溶体におけるクロムの窮乏化につながり、さらにそのことは、粒界腐食または酸化による影響の受けやすさを高めます。

炭素を0.015%以下に減らし、少量のチタンやニオブを添加することで、これらの元素がクロムよりも炭化物を形成するため、粒間腐食のリスクが低減されます(図8)。

マルテンサイトにおけるきわどい熱処理条件またはオーステナイトの冷間加工により、デルタフェライトが現れる場合があります(図9)。

オーステナイト/フェライト鋼(二相)は、フェライトとオーステナイトで構成されています。40%の苛性ソーダ水溶液での電解エッチングは、構造を明確化し各相の正しい比率を推定できます(図1および図10参照)。これらの鋼は延性で特に食品、製紙、石油産業で使用されています。



概要

ステンレス鋼は、クロムとニッケルを多く含む耐食性の高い鋼材です。フェライトとステンレス鋼は、それぞれ延性質で柔らかく、試料作製中に機械的変形やスクラッチ傷を起こしやすい材料です。また、常に炭化物を保持することができません。

機械研磨を成功させるために、以下が提案されています。

- 面出し研磨で粗い研磨材の使用は避けること。
- ダイヤモンドによる精研磨と琢磨は、徹底的に行われる必要があります
- 面出し研磨によるあらゆる変形を確実に取り除くこと。
- 変形のない表面を提供するために、コロイドシリカとアルミナを使用した仕上げ酸化物研磨が実施されること。

自動試料作製装置で完了される4段階工程で、良好で再現可能な結果をもたらします。ステンレス鋼の化学エッチングは難しく、推奨されているエッチング液は、非常に腐食性が高く慎重な取り扱いを要します。

その代わりに、電解研磨とエッチングが推奨されています。これは変形のない表面をもたらしますが、炭化物を保持されません。

図10: 青色のフェライト、白色のオーステナイト、細い針状のシグマ相、40%水酸化ナトリウムで電解エッチングされた鍛造二相鋼。

150x

Struers ApS
Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup, Denmark
電話 +45 44 600 800
Fax +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

アプリケーション ノート

ステンレス鋼の金属組織学試料作製

エリザベス・ワイトマン, Struers A/S, Copenhagen
アンネ・グエスニエル, Struers A/S, Copenhagen
ビル・テイラー, Struers, Ltd., Glasgow, UK。

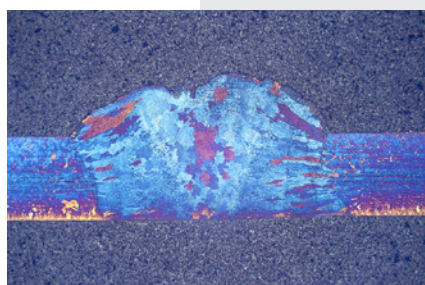
謝辞

Böhler Edelstahl GmbH (オーストリア、カーフェンベルク) Austria は、情報、試料材料、および1ページの部品の写真と2ページの生産フロー図の複製許可を寛大に提供してくれました。J. Hofstätter および A. Dreindl は、図1、2、6、9、および10の顕微鏡写真を提供していただきました。

Dr. H. Schnarr (Struers GmbH、ドイツ、ヴァイリッヒ) は、図4および7の顕微鏡写真を提供していただきました。皆様のご協力に感謝いたします。

参考文献

Schumann, VEB Deutscher Verlag für
Grundstoffindustrie, Leipzig 1968
Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung, W.
Domke,
Verlag W. Giradet, Essen, 1977
Metals Handbook, Desk Edition, ASM, Metals
Park,
Ohio, 44073, 1985
Color Metallography, E. Beraha, B. Shpigler,
ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1977
Handbuch der metallographischen
Ätzverfahren, M. Beckert, H. Klemm, VEB
Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig,
1976
Metallography, Principles and Practice, George
F. VanderVoort, McGraw-Hill Book Company,
1984
Merkblatt 821, Edelstahl Rostfrei-Eigenschaften
Informationsstelle Edelstahl Rostfrei,
Düsseldorf, BRD
Metallographic instructions for color etching
by immersion, E. Weck, E. Leistner, Deutscher
Verlag für Schweisstechnik (DVS), Düsseldorf,
1983



ステンレス鋼の溶接部
ベラハIIでエッチング

20x