



## 入門講座

鉄鋼の試験/評価-5

# 鉄鋼材料の組織観察とその理解

Observation and Understanding of Microstructure in Steels

東北大学  
金属材料研究所  
准教授 宮本吾郎  
Goro Miyamoto

東北大学  
金属材料研究所  
教授 古原 忠  
Tadashi Furuvara

## 1 はじめに

材料の特性は組織に大きく依存するため、加工熱処理中の材料組織の変化を理解することを目的として、組織観察が頻繁に行われる。組織観察には種々の顕微鏡法が用いられるが、最近では電子顕微鏡を用いた様々な先進組織解析手法が発達し、より局所的かつ高精度な観察が可能になってきている。しかしながら、局所領域の観察の前に、興味がある領域全体の組織を丹念に観察し場所を特定した上で局所的な観察を行わないと、木を見て森を見ないことになりかねず、往々にして間違った判断をしてしまう。従って、古典的な手法ではあるが、組織を広い範囲で簡便に観察することのできる光学顕微鏡観察は現在でも欠かせない。

鉄鋼材料は加工熱処理によって様々な組織を作りこむことで幅広い特性を得ることができるため、その組織も千差万別であり、その全てを紹介するのは入門講座の範疇を超える。本稿では、鉄鋼材料に現れる様々な組織の中から代表的なものを選び、主としてその光学顕微鏡写真を示して他の組織との区別や組織観察の注意点を解説したい。

## 2 試料採取、研磨と腐食

観察したい部材が大きな場合には、適切な大きさに切断・切削加工し、場合によっては樹脂埋めし、エメリー紙による機械研磨の後に、ダイヤモンド粒子、アルミナ粒子、コロイダルシリカ等の研磨剤を使った機械研磨や電解・化学研磨を施して平滑な鏡面に仕上げる。これらの作業が不相当だと、組織が変質してしまうので、注意が必要である。例えば、切断・切削や樹脂埋め時の発熱によるマルテンサイトの焼もどし、切断・切削・研磨による表面加工層の導入である。特に、後者は残留オーステナイト ( $\gamma$ ) を含む材料の組織観察では気をつけねばならず、ひずみを導入しないように電解研磨や化学研磨を用いた試料準備が望ましい。

また、部材の中で組織が不均一である場合には、観察場所と観察方向を適切に選ぶことが肝要である。図1は、熱間圧延後冷却した Fe-0.2% C-2% Mn 合金を圧延方向 (RD: Rolling Direction)、圧延面法線方向 (ND: Normal Direction)、横方向 (TD: Transverse Direction) からそれぞれ観察した光顕写真である。凝固時に偏析した Mn が熱間圧延によって圧延面に平行に伸ばされ、Mn が濃化した領域には黒いコントラストで見られるパーライトが、Mn が欠乏した領域には白いコントラストで見られるフェライトが交互に生成したフェライトバンドが形成される。RD、TD 方向から観察するとフェライトバンドが明瞭に観察されるのに対して、ND 方向からの観察ではフェライトバンドは見られず組織の理解が全く異なってしまう。一般的に圧延材の組織は、圧延による組織の圧縮と伸長が同時に見える TD 方向から観察すると分かりやすい。また、圧延材では、板厚方向に不均一な組織が発達する場合があるため、組織観察を行う板厚位置にも注意を払いたい。さらに、熱処理時にはしばしば表面

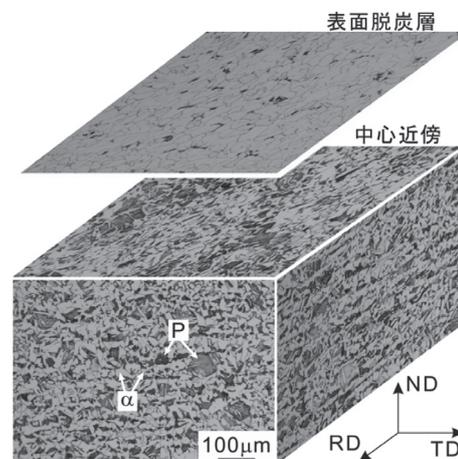


図1 熱間圧延材で見られるフェライトバンド組織の観察位置、観察方向による違い (Fe-0.2% C-2.0% Mn、熱間圧延後徐冷、ナイタル腐食)

近傍で脱炭し、図1に示す様に試料の表面近傍に内部とは異なる組織が現れる場合があるため、試料内部の組織を観察したい場合には表面から十分離れた位置で組織を観察する必要がある。

組織観察では、研磨によって平滑な表面を得た上で(図2

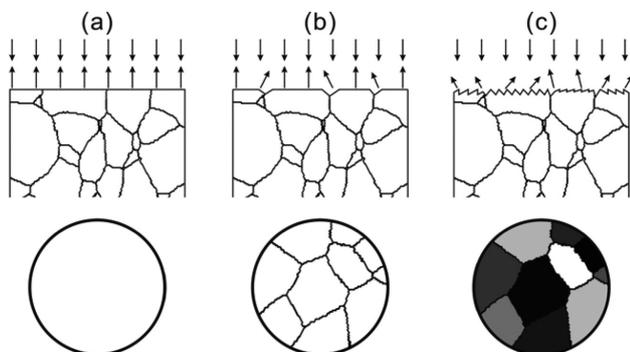


図2 (a) 研磨ままの平滑な観察面、(b) 粒界が優先的に腐食された観察面、(c) 結晶方位によって腐食状態が異なる観察面

(a)、腐食液によって生じた表面の凹凸に起因するコントラストを観察する(図2(b)、(c))。その際、粒界部分を優先的に腐食する腐食液の場合には図2(b)のように粒界組織が現出されるのに対して、結晶方位によって腐食度合いが異なる場合には、結晶粒ごとに異なるコントラストとして組織が現出される(図2(c))。このような組織の現れ方は、腐食液と組織の組み合わせによっても異なるため、適切な腐食液の選択が極めて重要である。各種金属材料の腐食液については文献1、2を、鉄鋼材料に関しての腐食液は文献3を参照されたい。表1に低合金鋼に一般的に用いられる腐食液を示す<sup>3,4)</sup>。

### 3 組織の見え方とその理解

#### 3.1 旧オーステナイト( $\gamma$ )組織

$\gamma$ 単相域から焼き入れた試料を通常よく使われるナイター液で腐食しても、マルテンサイト組織は現出されるものの、旧 $\gamma$ 粒組織は明瞭には観察されない(図3(a))。図3(b)

表1 低合金鋼の腐食に用いられる代表的な腐食液<sup>3,4)</sup>

腐食液	組成	用途
ナイター液	HNO <sub>3</sub> 1~5ml エチルまたは メチルアルコール 99~95ml	炭素鋼に用いる：(1) パーライトを黒く着色し、フェライト(またはセメンタイト)と明瞭に区別できる、(2) フェライト粒界を現出、(3) フェライトとマルテンサイトの区別ができる
ピクラー液	ピクリン酸 4g エチルまたは メチルアルコール 100ml	一般用：焼なまし、焼ならし、焼入れ、焼もどし、球状化、オーステンパの全てに適している。
ピエラ試薬	HCl 5ml ピクリン酸 1g エチルまたは メチルアルコール 100ml	焼入れ鋼の残留 $\gamma$ の現出に適する。旧 $\gamma$ 粒界の現出、その他Fe-Cr-Ni、Fe-Cr、Fe-Cr-Mnなどのオーステナイト鋼の粒界現出にも使用される
メタ重亜硫酸ナトリウム	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 8g 水 100ml	焼入れマルテンサイトを暗化する。鋼の一般用
チオ硫酸ナトリウムとメタ重亜硫酸カリウム	飽和 Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 水溶液 50ml K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 1g	炭素鋼のパーライトやマルテンサイト、鋳鉄などの着色エッチ。Fe-高Mn-(Cr)-(C)合金も可
レペラ試薬[4]	A液：ピロ亜硫酸ナトリウム 1g、水 100ml B液：ピクリン酸 4g、エチルアルコール 100ml	腐食直前にA液、B液を混合して使用。MAが白色に、フェライト、ベイナイトが褐色に腐食される。
ピクリン酸飽和水溶液	ラウリルベンゼンスルホン酸ナトリウム 4g ピクリン酸 5g 水 100ml 過酸化水素水 少量 銅片(触媒)	旧 $\gamma$ 粒界の現出 (Pを0.005%以上含む場合に適用可)

は同じ試料に対してピクリン酸飽和水溶液を用いて腐食した光顕組織である。P を 0.005% 以上<sup>6)</sup> 含む試料にこの腐食液を用いると、粒界が黒く腐食され旧  $\gamma$  粒組織を明瞭に観察することができる。その他の  $\gamma$  粒組織の観察手法としては、初析フェライト<sup>6)</sup> や熱腐食<sup>7)</sup> を利用したものがあり、最近では電子線後方散乱回折 (EBSD: Electron Back Scatter Diffraction) 法を用いた  $\gamma$  方位再構築法<sup>8,9)</sup> も開発されている。

### 3.2 フェライト、パーライト組織

図4に、フェライトを含む試料の光顕写真を示す。図4(a)は工業用純鉄の全面フェライト組織である。フェライトは柔らかいため研磨傷が残りやすく平滑な研磨面を得ることが難しいことと、腐食時間が十分でないと一部のフェライト粒界は現出しない場合があるため注意が必要である。図4(b)は、 $\gamma$  粒界から初析フェライトが生成した後、変態完了前に焼き入れた組織である。白い部分が初析フェライト、黒い部分が未変態  $\gamma$  から焼き入れられたマルテンサイトである。この写真では、針状のウィドマンステッテンフェライト (WF) と粒界に沿って生成しているフィルム状のアロトリオモルフィックフェライト (AF) が観察される。フェライト形態を観察するためには、変態完了材よりも個々のフェライト粒が孤立して観察できる変態初期材が適している。図4(c)は、中炭素鋼のフェライト/パーライト混合組織である。パーライトもマルテンサイト同様に黒く腐食されるが、マルテンサイトとは異なり伸長した微細な下部組織が見られず、後述するように高倍で観察するとラメラ組織が見られる場合があるため、

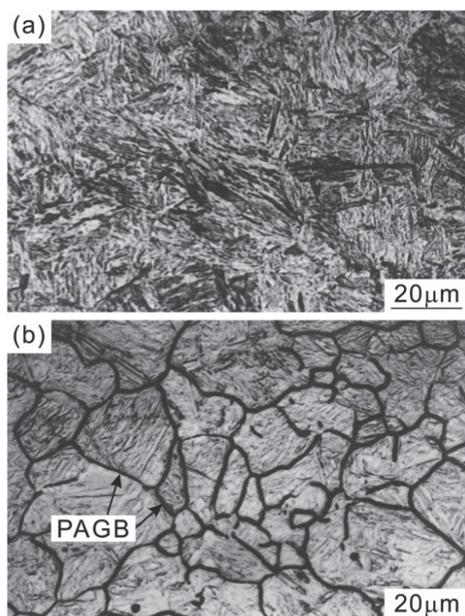


図3 焼入れ材の光顕組織、(a) ナイタル液で腐食、(b) 飽和ピクリン酸液で腐食 (SCM435、850°C、1.8ks での  $\gamma$  化後油焼入れ)<sup>5)</sup>。PAGB: Prior Austenite Grain Boundary (旧  $\gamma$  粒界)

比較的容易にマルテンサイトとは区別される。

図5は高炭素鋼で形成されるパーライト組織である。A1点直下で変態したパーライトはラメラ間隔が広く、図5(a)に示すように光学顕微鏡でも (フェライト+セメンタイト) ラメラ組織を観察することができる。変態温度が低下するとラメラ間隔が減少し、ラメラ組織を観察するためには走査型電子顕微鏡 (SEM) が必要となる (図5(b)、(c))。パーライトの組織単位として、ラメラ方向のそろったパーライトコロニー、およびフェライトの結晶方位が同じパーライトブロックが提唱されている (図5(d)<sup>10)</sup>)。通常の光顕および SEM 観察では主にパーライトコロニーが判別でき、パーライトブロック組織の調査には EBSD 法が利用されている<sup>11)</sup>。変態温度が 550°C ~ 600°C に低下すると、高炭素鋼であっても粒界フェライトや、粗大なセメンタイト粒子が分散した粒界異常組織が形成される場合がある (図5(e)<sup>12)</sup>)。

### 3.3 上部/下部ベイナイト組織

本節ではベイニティックフェライトの形態に基づく分類<sup>13)</sup>に従って、ベイニティックフェライトがラス状の場合を上部

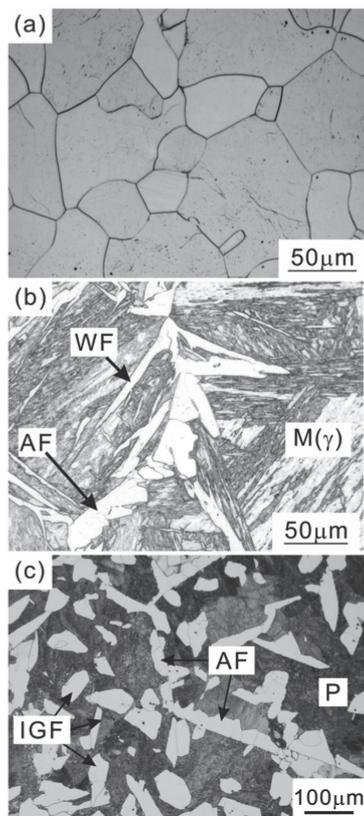


図4 フェライトの光顕組織、(a) 全面フェライト組織 (工業用純鉄、700°C 2h 保持後水冷、ナイタル液で腐食)、(b) 変態途中材での粒界アロトリオモルフィックフェライト (AF) とウィドマンステッテンフェライト (WF) (Fe-0.1C-2Mn、650°C 1min 変態保持後、水冷、ナイタル腐食)、(c) フェライト+パーライト組織 (0.1% V 添加した S45C、700°C 4h 変態保持後、水冷、ナイタル液で腐食)。IGF: IntraGranular Ferrite (粒内フェライト)、P: パーライト。

ベイナイト、板状の場合を下部ベイナイトと呼ぶことにする。ラス状とは、図6の模式図に示すように特定の面に沿って一方向に伸びた形状を指している。ラスの見え方は観察方向によって異なり、ラスの伸長方向に沿った方向から観察するとラスの断面形状が現れる(図6(a))一方、伸長方向に垂直な方向から観察すると特定の方向に伸びたベイニティックフェライトが観察される(図6(b))<sup>14)</sup>。

図7、8に上部ベイナイトの光顕組織を示す。比較的高い温度でベイナイトが生成すると、炭化物を含まないベイニティックフェライトが $\gamma$ 粒界に核生成し、たがい平行に粒内へと成長する(図7(a))。炭化物析出を伴わないベイナイトが生成すると、未変態 $\gamma$ 中に炭素が濃化し、熱処理条件によってはマルテンサイトと残留 $\gamma$ が混在した島状マルテンサイト(MA: martensite austenite constituent)が、ラス間に分布するようになる(図7(b), (c))。冷却速度が速くベイナイト変態後の未変態 $\gamma$ の分解が抑制されると多量のMAが生成するのに対し(図7(b))、冷却速度が遅く未変態 $\gamma$ の一部がパーライトや炭化物析出を伴うベイナイトへと変態するとMA量は減少する(図7(c))。図7(b), (c)においてMAの形態が異なっているように見えるのは、MA形態が周囲のラスの三次元形態に大きく依存し、観察方向によってその見え方が異なるためである(図6)。MAの量やサイズ、形態は機械特性に大きく影響するため重要な組織因子であるが、MAは周囲の組織と区別しにくい場合があり、MAを明瞭に観察するために特殊な腐食液が用いられる場合がある。図7(d)はその一例であり、MAを明瞭に観察するためにレペラ液を用いている。この腐食液を用いるとMA領域は白く、他の領域は褐色もしくは黒く腐食されるため、MA領域を容易

に判別することができる。

変態温度が低下すると炭化物析出を伴う上部ベイナイト組織が生成するようになる(図8)。この場合でも、 $\gamma$ 粒界から成長方向のそろったベイニティックフェライトが粒内へ成長する。炭化物析出を伴うベイナイト変態では、炭化物生成に炭素が消費されるため、未変態 $\gamma$ への炭素濃縮は起こりづらく、MA量は減少する。また、ベイナイト変態温度域でしばしばみられる光顕観察で灰色に見られる組織(図8(b))は、 $\alpha/\gamma$ 界面でのセメントイトの相界面析出によって形成される疑似パーライト(DP: Degenerate Pearlite)である(図8(c))。

図9に下部ベイナイト組織を示す。図9(a)の黒く腐食されている組織が、母相粒界および粒内で核生成した下部ベイナイトであり、白い領域が未変態領域である。下部ベイナイトは、350°C以下の温度で生成すると言われており、Ms点が350°C以上の低炭素鋼では生成しない<sup>15)</sup>。一般的に下部ベ

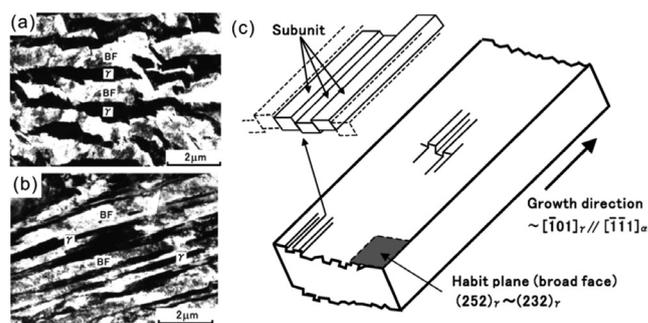


図6 (a) ベイニティックフェライト(BF)ラスの成長方向および(b)横方向から観察した透過型電子顕微鏡の明視野像、(c) ベイニティックフェライトラスの三次元形態 (Fe-2Si-1Mn-0.6C 合金の450°C変態材)<sup>14)</sup>

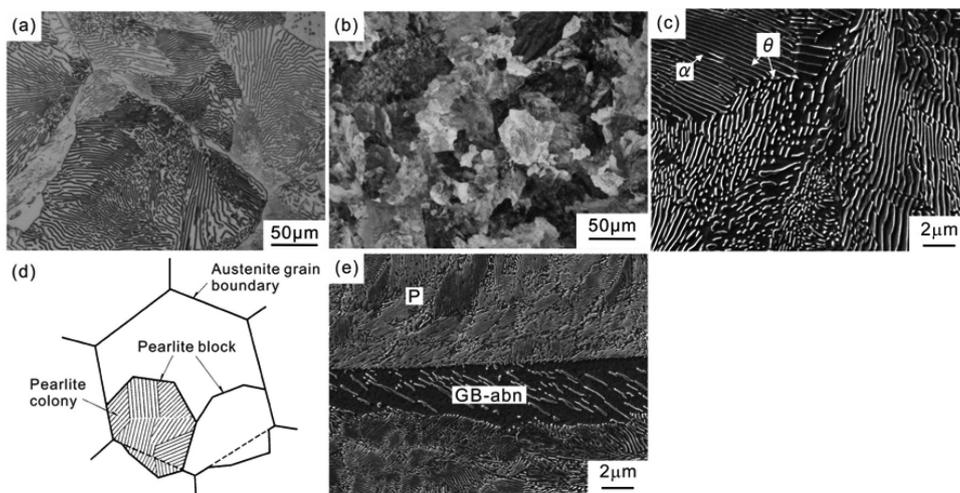


図5 等温変態したFe-1Mn-1.05C合金で見られるパーライト組織、(a) 700°C、20h変態材(光顕)、(b) 650°C、15min変態材(光顕)、(c) 650°C、15min (SEM)、(d) パーライト組織<sup>9)</sup>の模式図、(e) 600°C、60s変態材 (SEM)<sup>11)</sup>。いずれの試料もピクリン酸液で腐食している。 $\alpha$ : フェライト、 $\theta$ : セメントイト、P: パーライト、GB-abn: 粒界異常組織

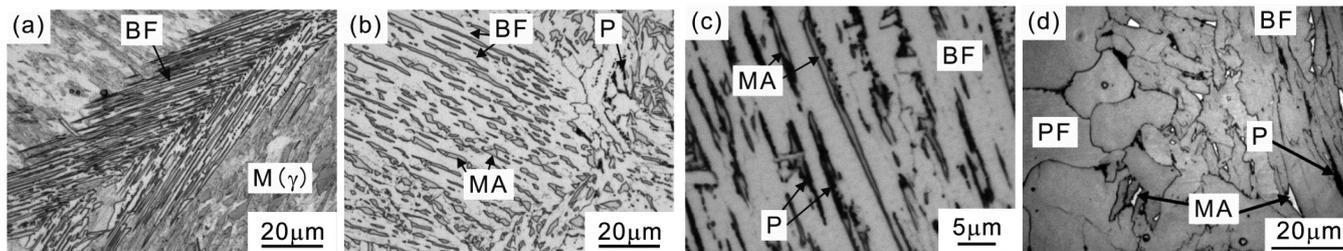


図7 炭化物フリーベイナイトの光顕組織。(a) Fe-2Mn-0.2C (550°C、10s 変態材)、(b) Fe-1.5Mn-0.15C-0.03Mo (575°C、60s 変態材)、(c) Fe-1.5Mn-0.15C-0.03Nb (5 K/s 連続冷却材) (d) 同 (1 K/s 連続冷却材) (a) - (c) はナイトール腐食、(d) はレベラ腐食。PF: 塊状フェライト、BF: ベイニティックフェライト、MA: martensite austenite constituent、P: パーライト

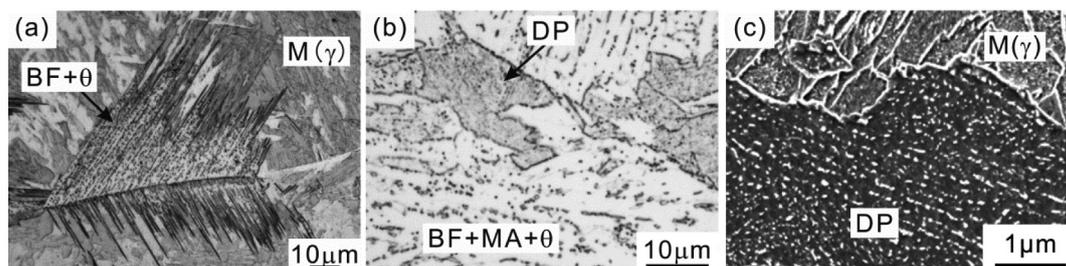


図8 炭化物析出を伴うベイナイトの光顕写真、(a) Fe-2Mn-0.2C (500°C、5s 変態材)、(b) Fe-1.5Mn-0.15C-0.03Mo (500°C、30s 変態材)、(c) 疑似パーライト (DP) の SEM 写真 Fe-2Mn-0.2C (400°C、5s 変態材)。いずれもナイトール腐食により観察

イナイトでは、ベイニティックフェライトプレートの内部に伸長方向がそろった高密度のセメントタイトが析出する (図9 (b))。

### 3.4 ラスマルテンサイト組織

図10 にラスマルテンサイト組織を示す。図10 (a)、(d) の模式図に示すように、ラスマルテンサイト組織では、旧 $\gamma$ 粒が複数のパケットに分割され、個々のパケットはさらに複数のブロックに分割される。ここで、パケットとは平行に近い晶癖面を持つラスの集団であり、ブロックは結晶方位がほぼ同じラスの集団である。また、パケット境界、ブロック境界の大部分は大角粒界である。炭素濃度が低い合金におけるラスマルテンサイトのパケット・ブロック組織は粗大であり、パケット、ブロック組織が光学顕微鏡で明瞭に観察される (図10 (b))。一方、図10 (c) のSEMを用いた電子チャンネルリングコントラスト像 (ECCI) に示すように個々のブロックは $5^\circ$ 以下の方位差を持つ厚さがサブミクロンの多数の微結晶ラス<sup>16)</sup>から構成されるが、光学顕微鏡ではラス境界は明瞭に観察されないことに注意されたい。炭素量が増加するほどパケット、ブロックは微細になる (図10 (e))。さらに、共析組成まで炭素量が増加するとブロックが入り乱れ、光学顕微鏡ではパケットは観察しにくくなるが、結晶方位解析によって高炭素鋼でも特定の結晶方位のラスが集団で生成しパケットが形成されていることが報告されている<sup>17,18)</sup>。

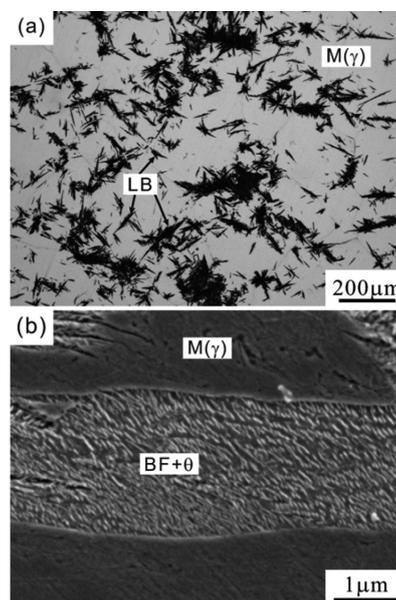


図9 下部ベイナイト組織。(a) 光顕、(b) SEM (Fe-2Mn-0.75C 合金、250°C、3h 変態材、ナイトール腐食)

### 3.5 終わりに

本稿では、鉄鋼材料に現れる様々な相変態組織とその見え方を概説した。構成相としてはフェライトとセメントタイトだけであるのに、熱処理条件や組成を少し変えるだけで鉄鋼材料の組織が大きく異なることに改めて驚かされる。組織を読

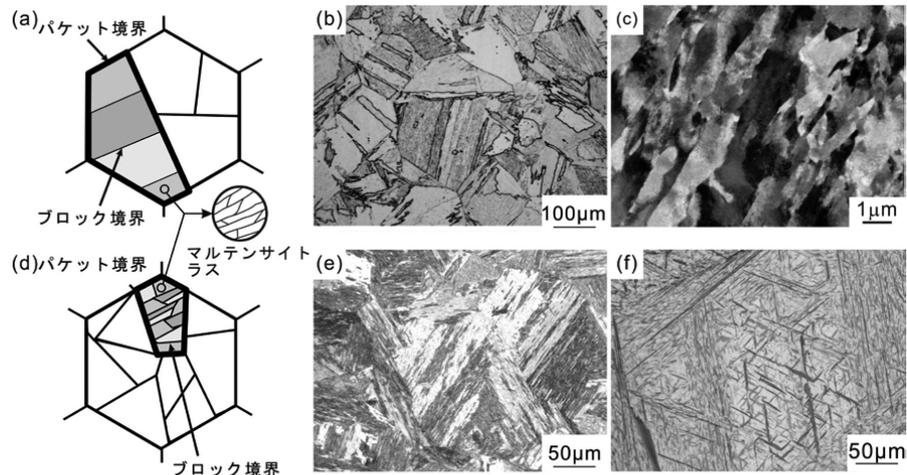


図10 (a) 低炭素ラスマルテンサイトの模式図、(b) Fe-18Ni 合金 (光顕)、(c) Fe-18Ni 合金 (SEM/ECCL)、(d) 中高炭素ラスマルテンサイトの模式図、(e) Fe-0.35C 合金 (光顕)、(f) Fe-0.75C 合金 (光顕)、(b)、(e)、(f) はナイタル液で腐食、(c) は電解研磨後に観察

み取り、理解できるようになるためには、様々な組織を実際に観察した経験、文献等で多くの組織写真を見た経験が重要である。最近では計算科学が発達し組織写真から各組織を自動的に判別できるようになる可能性も指摘されているが、“金属と会話するための一つの有効な方法が金属組織観察”であり、“情報の宝庫である金属組織を読み取る研究者の能力こそが一番大切である、ということは今も昔も変わらない<sup>19)</sup>”。本稿が、鉄鋼材料の組織観察に取り組む方の一助になれば幸いである。

また、最後になりましたが、本稿で紹介した組織写真をご提供いただきました東北大学古原研究室の新房邦夫氏ならびに卒業生、在学生諸氏に心より御礼申し上げます。

参考文献

- 1) ギュンター・ペツォー：組織学とエッチングマニュアル，日刊工業新聞社，(2001)，第二版，124.
- 2) 金属データブック，丸善，(1984)，245.
- 3) 牧正志，田村今男：熱処理，17 (1977)，316.
- 4) F.S.LePera：J.Met.，32 (1980)，38.
- 5) T.Furuhara，K.Kikumoto，H.Saito，T.Sekine，T.Ogawa，S.Morito and T.Maki：ISIJ Int.，48 (2008)，1038.
- 6) JIS G0551：2007 鋼—結晶粒度の顕微鏡試験方法，日本規格協会，(2011)，644.
- 7) C.García De Andrés，M.J.Bartolomé，C.Capdevila，D.San Martín，F.G.Caballero and V.López：Mater.Char.46 (2001)，389.

- 8) C.Cayron，B.Artaud and L.Briottet：Mater.Charact.，57 (2006)，386.
- 9) G.Miyamoto，N.Iwata，N.Takayama and T.Furuhara：Acta Mater.，58 (2010)，6393.
- 10) 高橋稔彦，南雲道彦，浅野巖之：日本金属学会誌，42 (1978)，716.
- 11) A.Walenteck，M.Seefeldt，B.Verlinden，E.Aernoudt and P.Van Houtte：J.Microscopy，224 (2006)，256.
- 12) G.Miyamoto，Y.Karube and T.Furuhara：Acta Mater.，103 (2016)，370.
- 13) Y.Ohmori，H.Ohtani and T.Kunitake：Trans.ISIJ，11 (1971)，250.
- 14) T.Furuhara：Phase transformations in steels，Woodhead Publishing Ltd，(2012)，417.
- 15) Y.Ohmori and R.W.K.Honeycombe：Proc.Int.Conf.Sci. & Technol.of Iron and Steels，Suppl.Trans.，ISIJ，11 (1971)，1160.
- 16) S.Morito，X.Huang，T.Furuhara，T.Maki and N.Hansen：Acta Mater.，54，(2006)，5323.
- 17) S.Morito，H.Tanaka，R.Konishi，T.Furuhara and T.Maki：Acta Mater.，51 (2003)，1789.
- 18) A.Stormvinter，G.Miyamoto，T.Furuhara，P.Hedstroäm and A.Borgenstam：Acta Mater.，60 (2012)，7265.
- 19) 牧正志：新日鉄技報，391 (2011)，11.

(2016年8月30日受付)