

## 画像処理によるステンレス鋼の鋭敏化の評価

### 1. はじめに

SUS304、SUS316などのオーステナイト系ステンレス鋼を概ね600～800°Cの範囲に長時間（数分～数時間）さらすと、結晶粒界にクロム炭化物が析出します。これを鋭敏化と呼んでいます。鋭敏化は耐食性の低下や応力腐食割れの原因となることが知られています。

図1に、[以前](#)観察したSUS304板材の納入状態（左）と鋭敏化熱処理後（右）の金属組織を示します。鋭敏化熱処理後は結晶粒界が黒く見えることが分かります。結晶粒界が黒く見えるのは、鋭敏化により結晶粒界の耐食性が低下し、その部位が腐食液で選択的に腐食されたためです。

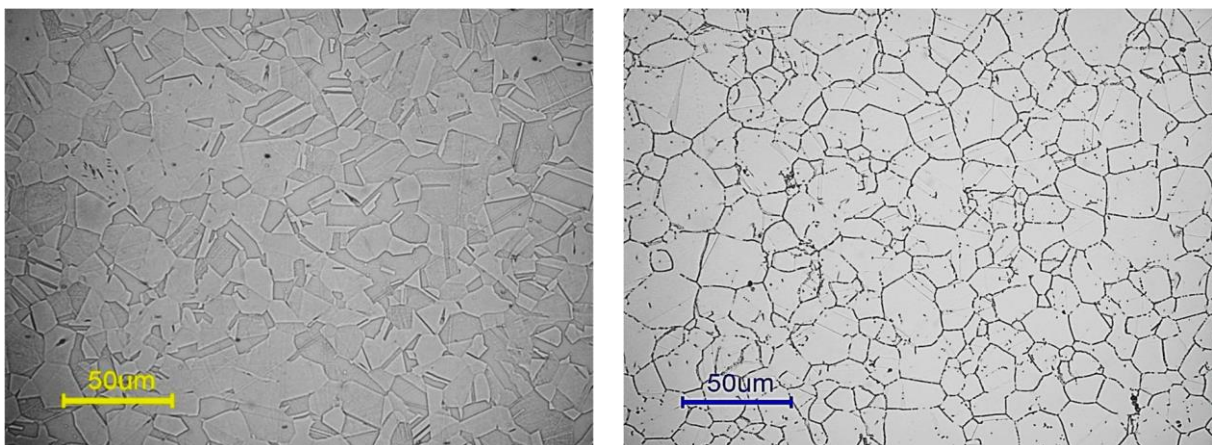


図1 SUS304 板材の金属組織（左：納入状態、右：鋭敏化熱処理後）

さて、金属組織を観察して鋭敏化が見られた場合、この鋭敏化の程度について聞かれることがあります。鋭敏化の程度についてはJIS G0571-2003「ステンレス鋼のしゅう酸エッチング試験方法」において、決められた条件で腐食・観察した金属組織を段状組織、混合組織、溝状組織の三種類に分類（展伸材の場合）することが規定されています。しかし、これまでに私が受けた相談では、もっと細かく評価したい、わずかな違いを比較したい、というものがありませんでした。

展伸材の金属組織については、鋭敏化していない状態は段状組織で、鋭敏化が進行するにつれて混合組織から溝状組織へと変化していきます。鋭敏化の進行において、結晶粒界が太く明瞭になっていくことから、画像全体で見ると黒色の面積が増えていくと考えられます。

今回は種々の条件で鋭敏化させたSUS304の試料について、組織画像中の黒色の面積率を画像処理によって求めることにより、鋭敏化の評価を試みました。この実験は令和2年3月～4月に行ったものです。

## 2. 画像処理による鋭敏化の評価方法

今回、試みた鋭敏化の評価方法について説明します。

まず、試料の観察面を鏡面研磨およびエッチングして、顕微鏡による組織画像（画像ファイル）を得ます。エッチングは、JIS G0571-2003 の試験条件（10%しゅう酸水溶液中にて電流密度  $1\text{A}/\text{cm}^2$  で 90s）で行います。顕微鏡による観察観察倍率はあらかじめ決めておきます。

次に、得られた組織画像について、二値化処理および黒色の面積率を求める画像処理を行います。ここで、黒色の面積率は二値化に用いるしきい値によって変わるため、しきい値は人の感覚で決めず、客観的な方法（コンピュータプログラム）で決めます。以上によって得られた組織画像の黒色の面積率を使って鋭敏化の評価を試みました。

## 3. 画像処理による鋭敏化の評価

実験に用いた材料は市販の直径 20mm の SUS304 の丸棒で、成分は表 1 のとおりです。

表 1 SUS304 の丸棒の成分(%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
0.07	0.46	1.87	0.028	0.021	8.38	18.5	0.15	0.45

この材料を長さ 20mm に切断して次に示す熱処理を行い、試料 A~G を作製しました。試料 A は納入状態で、試料 C~G は鋭敏化させる目的で作製しました。試料 C~G の熱処理条件では保持時間のみを変えており、鋭敏化の進行度合いの異なる試料とすることをねらいとしています。

試料 A：未熱処理

試料 B：固溶化熱処理 1100°Cに 15 分保持後、水冷

試料 C：700°Cに 10 分保持後、空冷

試料 D：700°Cに 30 分保持後、空冷

試料 E：700°Cに 1 時間保持後、空冷

試料 F：700°Cに 2 時間保持後、空冷

試料 G：700°Cに 4 時間保持後、空冷

これらの試料について、樹脂埋め後に端面を鏡面研磨して、JIS G0571-2003 の試験条件（10%しゅう酸水溶液中にて電流密度  $1\text{A}/\text{cm}^2$  で 90 秒間）でエッチング後、金属顕微鏡に付属するデジタルカメラで倍率 200 倍で撮影しました。

ここで、試料 C~G については結晶粒界が明瞭に認められましたが、材料の中心からの距離によって（特に中心から 5mm 以上外側において）組織が大きく変化していました。このため、今回は中心からの距離が概ね 2.5mm の位置の組織を観察しました。各試料について

8 視野の組織画像を観察しました。

熱処理炉にはヤマト科学 (株) 製 F0410、金属顕微鏡にはオリンパス光学工業(株)製 BX-60M-53MB を用いました。

撮影した各画像について、二値化して黒色の面積率を求めました。黒色の面積率を求めるためのプログラムは[前回](#)と同様に Python (バージョン 3.7.4) で作成し、画像処理には OpenCV (バージョン 4.1.2) を用いました。プログラムでは、画像ファイルをグレースケールで読み込み、それを判別分析法 (大津の二値化) により二値化して黒色の面積率を求めました。

#### 4. 実験結果

実験結果を示します。図 2～8 に、各試料の組織画像と画像処理による二値化画像を示します。各図において左が組織画像で、右が二値化画像です。各図の組織画像は幅 88mm に表示したときに倍率 200 倍の大きさとなります。JIS G0571-2003 の金属組織 (段状、混合、溝状) と比較すると、図 2 (試料 A) と図 3 (試料 B) は段状組織、図 4 (試料 C) は混合組織、図 5 (試料 D) ～図 8 (試料 G) は溝状組織に分類できます。

ここで、段状組織が見られた試料 A、B (図 2、3) を比較すると、試料 A の基地組織が濃色に見えます。試料 A には材料加工時のひずみが若干残っていて、試料 B ではそれが除去されたと考えられることから、図 2 と 3 の基地組織の濃淡の違いはひずみ量に由来するものと推測されます。

また、混合組織や溝状組織が見られた試料 C～G (図 4～8) を比較すると、熱処理時間が長い試料ほど結晶粒界が太く明瞭になっていることから、鋭敏化が進んでいることが分かります。

なお、図 1 に比べて図 2～8 の金属組織はかなり濃く見えます。これは、図 1 のエッチング条件に比べて高電圧、長時間としているためと考えられます。

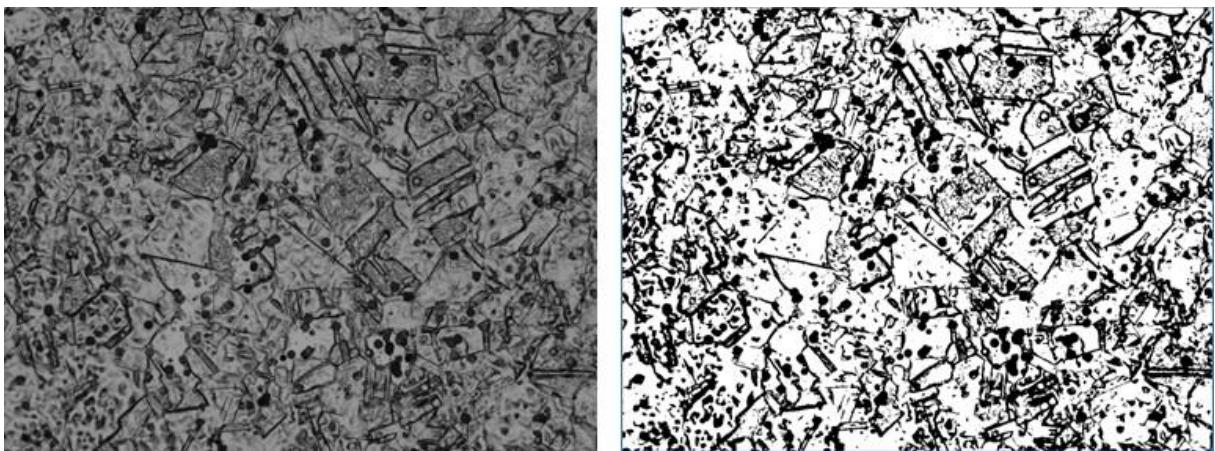


図 2 試料 A の組織画像 (左) と二値化画像 (右)

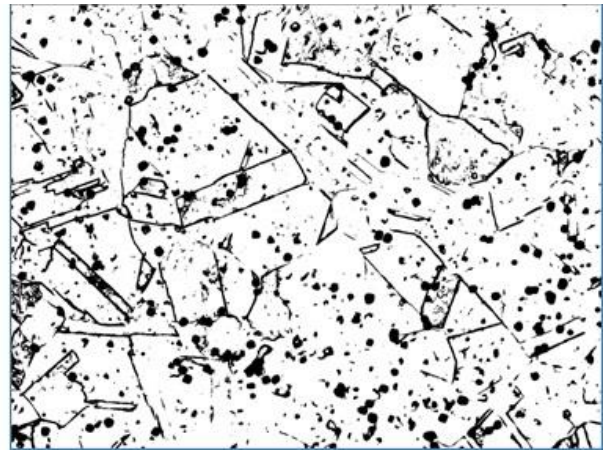
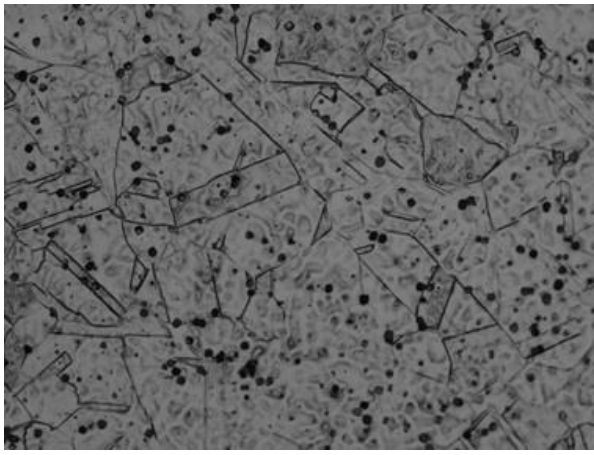


図3 試料Bの組織画像（左）と二値化画像（右）

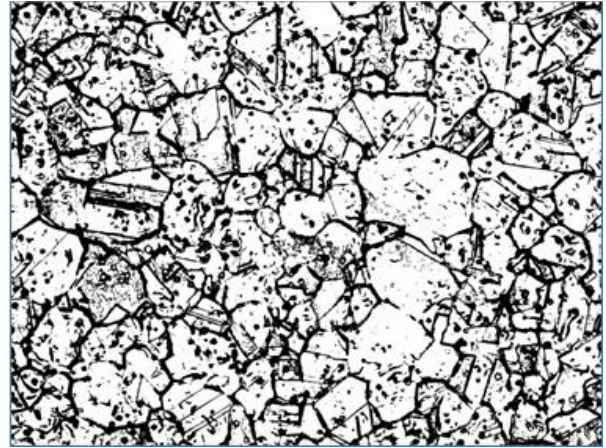
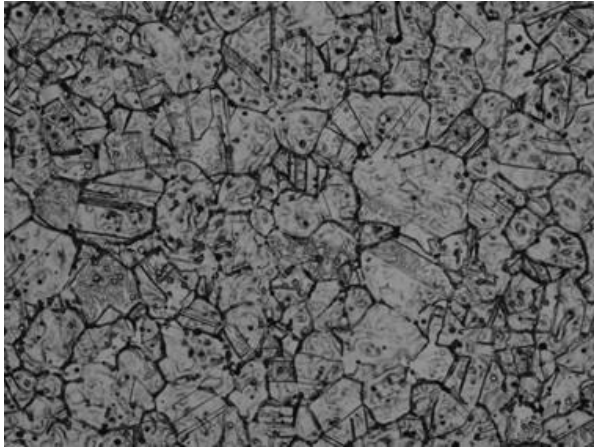


図4 試料Cの組織画像（左）と二値化画像（右）

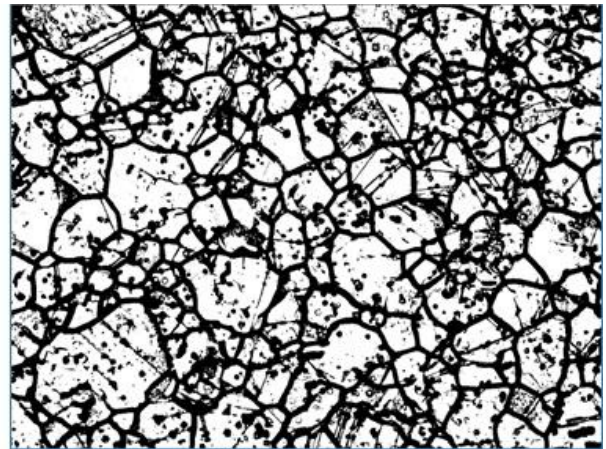
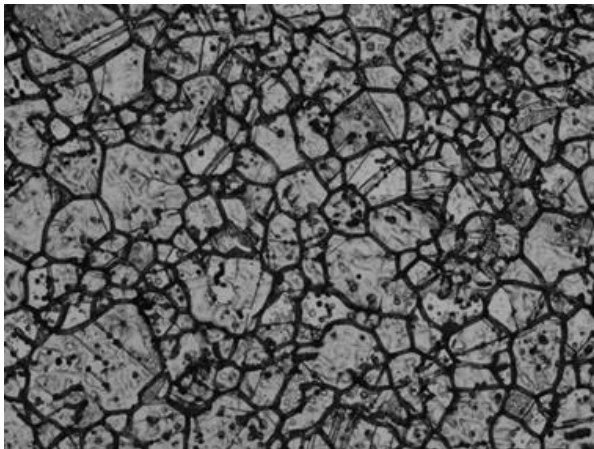


図5 試料Dの組織画像（左）と二値化画像（右）

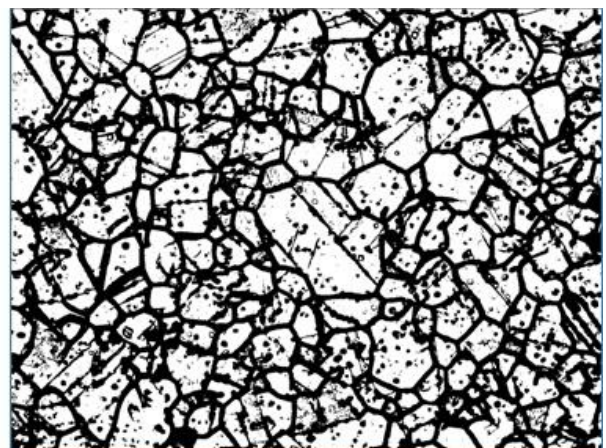
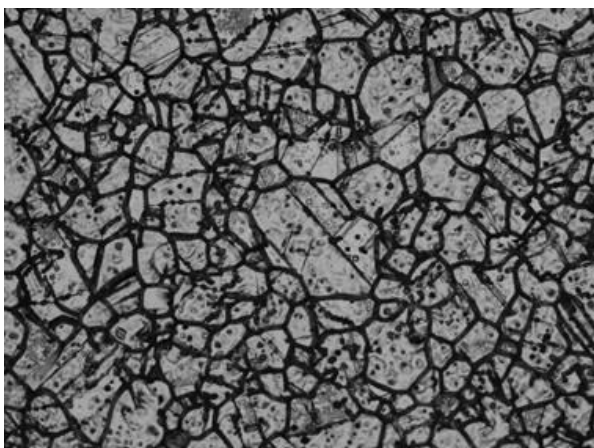


図6 試料Eの組織画像（左）と二値化画像（右）

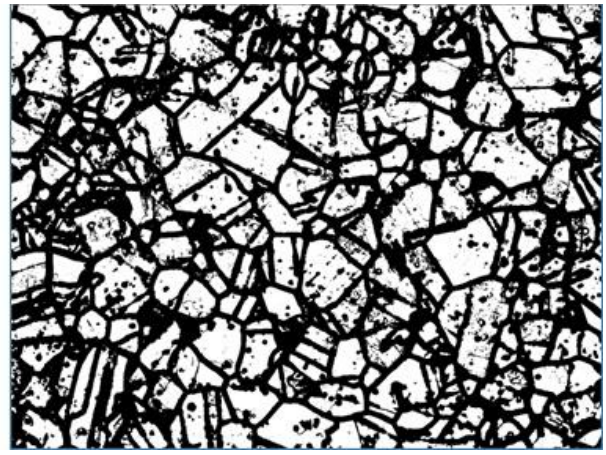
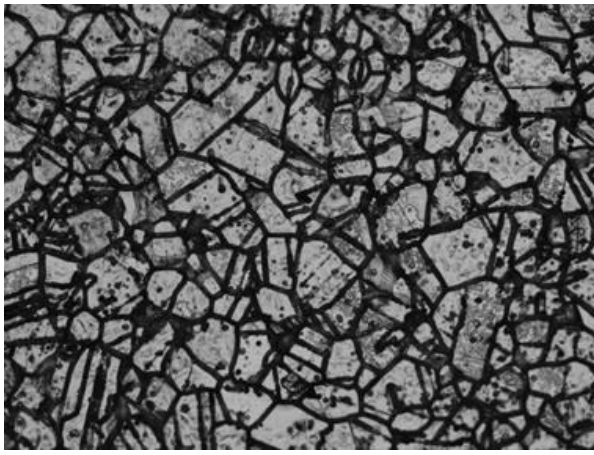


図7 試料Fの組織画像（左）と二値化画像（右）

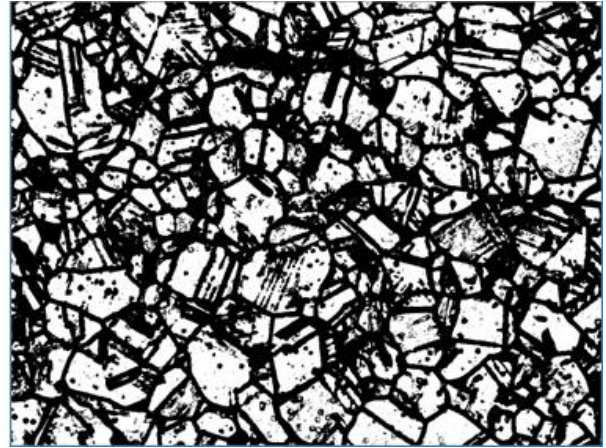
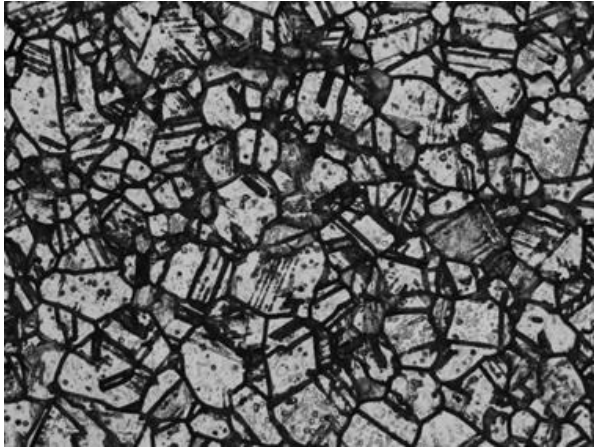


図8 試料Gの組織画像（左）と二値化画像（右）

表 2 に、各試料について 8 視野ずつ観察した画像に対して求めた黒色の面積率の平均値とその 95%信頼限界 (t 分布による) を示します。表 2 より、鋭敏化が見られた試料 C~G については、鋭敏化が進行するほど黒色の面積率が大きくなっていることが分かります。このことから、鋭敏化している試料同士の比較には、黒色の面積率の比較が有効と考えられます。

ここで、鋭敏化している試料としていない試料を比較する場合は、鋭敏化していない試料として、組織画像の黒色の面積率が小さい試料を選ぶ必要があります。具体的には、試料 B のような固溶化熱処理を行った試料となります。仮に、鋭敏化していない試料として試料 A のような試料を選んだ場合、鋭敏化している試料 C より黒色の面積率が大きくなるため、鋭敏化の比較が困難となります。

表 2 試料の黒色の面積率の平均値とその 95%信頼限界

試料	黒色の面積率, %
A	26.6 ± 3.0
B	11.5 ± 2.3
C	23.9 ± 3.6
D	36.8 ± 3.0
E	39.1 ± 4.2
F	46.8 ± 3.6
G	50.0 ± 4.0

## 文献

(1) 日本規格協会, JIS G0571 (2003) ステンレス鋼のしゅう酸エッチング試験方法.

問い合わせ：新潟県工業技術総合研究所

中越技術支援センター 齋藤 雄治

TEL : 0258-46-3700 FAX : 0258-46-6900