

応が起きているとみなしてさしつかえないであろう。

直接加熱試料の保持時間と同程度の恒温処理時間で安定した硫化物の得られなかつた原因については将来の研究に待ちたい。

文 献

- 1) 松原, 笠松: 鉄と鋼, 50 (1964) 12, p. 2008
- 2) 松原: 鋼中非金属介在物協議会資料, 19 委 7321 介在 96 (1963)
- 3) P. H. SALMON COX and J. A. CHARLES:
J. Iron & Steel Inst. (U.K.), May(1965), p.493
- 4) J. H. WHITELEY: 7th report on the heterogeneity of steel ingots', ISI Spec. Rep. 16, 1937
- 5) 金子, 西沢, 玉置: 日本金属学会誌, 27(1963)7, p. 312
- 6) 松原: 鉄と鋼, 51 (1965) 12, p. 20

(討-18) X線マイクロアナライザーによる ステンレス鋼マイクロ偏析の分析

八幡製鉄, 技術研究所

工博 武井格道・松尾輝夫・○宮村 紘

X-Ray Micro-Analysis of Micro Segregation
in Stainless Steel.

Dr. Tadamichi TAKEI, Teruo MATSUI
and Kō MIYAMURA.

1. 諸 言

鋼塊凝固に起因するマイクロ偏析は本質的にさけられないため鋼材特性の一部と考えられるが, 異方性, 割れならびに腐食むらなどの面ではしばしば問題とされることが多い。特にマイクロ偏析に伴って発生する介在物が材質的に悪影響を与えることはすでに知られておりであり, マイクロ偏析は本質的にさけられないにもかかわらず今後さらに研究されるべき重要な基礎因子と考えられる。

このような観点から低合金鋼の材質および組織との関連においてマイクロ偏析は研究されてきたが, X線マイクロアナライザーの進歩に伴って, より定量的考察が加えられるようになった。しかしながら従来は鋼塊に関する研究が主体であり, 圧延材のマイクロ偏析状況に関して定量的考察を試みている例は少なく, 実用鋼材におけるマイクロ偏析の影響を推定することは困難である。

本研究では圧延材におけるステンレスのマイクロ偏析状況を調査し, その数量化について若干の考察を加える一方, 各元素の挙動, 均一化処理条件ならびに δ -フェライトとの関連について検討した結果, 異常なマイクロ偏析を認めためたので, これらについて報告する。

2. 試料および分析方法

供試材組成は以下のとおりである。

C%	Si%	Mn%	P%
0.02	0.68	1.78	0.027
S%	Ni%	Cr%	Mo%
0.010	13.40	17.45	2.75

試料は鋼塊底部および頭部に相当するスラブ位置から厚み方向に対して表面, 中心ならびにその中間部と計 6 コ

を採取した。他方鋼塊底部に相当する厚み 7 mm の熱延板からも試料を採取し, 1100°C-30 min および 1100°C-2hr の熱処理を行ない, X 線マイクロアナライザー試料とした。なお, これらの試料は圧下および圧延方向に平行な面を研磨後, 圧下方向に一定間隔で電子線を移動させ, 各位置における X 線強度から濃度分布をもとめた。使用装置は日立 XMA-M1 型マイクロアナライザーであり, ほかの測定条件は以下のとおりである。

加速電圧	30kV	試料電流	0.05 μ A	X線源径	約 5 μ
測定元素	Cr	Ni	Mo	Mn	
測定線	Cr-K α	Ni-K α	Mo-L α	2次	Mn-K α
計数時間	30sec	30sec	120sec	120sec	
分析誤差 ($\pm 2\sigma$)	$\pm 0.2\%$	$\pm 0.2\%$	$\pm 0.5\%$	$\pm 0.02\%$	

3. 実験結果およびその考察

3.1 各合金元素のマイクロ偏析挙動および δ -フェライトとの関係

各合金元素のマイクロ偏析挙動を示す 1 例として鋼塊頭部に相当するスラブ表面の分析結果を Fig. 1 に示す。他の場合は同様の傾向を示すため省略する。図中の A 部では各合金元素は同じ挙動によつて偏析しているが, 図中の B 部では Mn および Ni などのオーステナイト生成元素と Cr および Mo などのフェライト生成元素が全く逆の濃度分布を示す領域が認められる。このようなマイクロ偏析の発生はこれまで認められなかつた現象であるが, おそらく δ -フェライトの消滅に起因すると考えられる。

なお δ -フェライトはこのような偏析個所においては

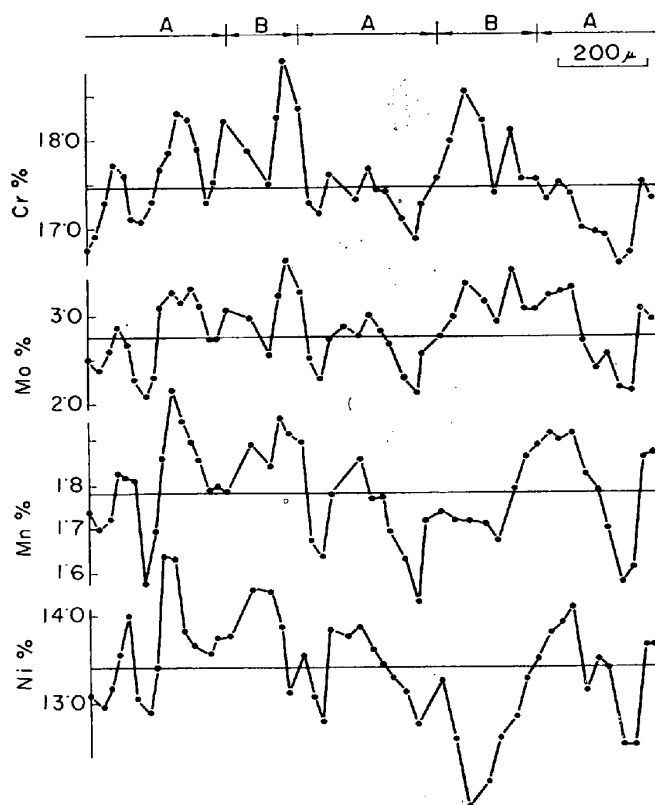


Fig. 1. Microsegregation of alloying elements at slab sample correspond to top-side surface of ingot.

Cr および Mo 濃度が高い部分すなわち Mn および Ni 濃度の低い部分に認められるが、一般に各合金元素濃度が高い正偏析の部分に存在する。したがってδ-フェライトは Cr および Mo などのフェライト生成元素濃度が高い部分に生成しやすく、オーステナイト生成元素のマイクロ偏析にあまり影響を受けないものと考えられる。このようなマイクロ偏析とδ-フェライトの対応は、δ-フェライト量がマイクロ偏析の大きさに依存していることを意味している。このことはマイクロ偏析が大きいスラブ位置にδ-フェライトが多く存在している事実と一致する。

3.2 ミクロ偏析の大きさ

Table 1. Magnitude of microsegregation (ΔR) in slab sample.

Slab sample	ΔR			
	Mo	Cr	Ni	Mn
Top 1/2 thickness	16.0	2.66	2.74	6.80
Top 1/4 thickness	24.0	2.18	2.76	6.00
Top surface	12.5	2.20	3.41	5.02
Bottom, 1/2 thickness	11.1	11.1	2.78	3.70
Bottom, 1/4 thickness	18.5	18.5	3.68	5.17
Bottom, surface	9.6	9.6	1.56	2.13

マイクロ偏析の大きさを検討するため下記の ΔR を各位置のスラブについて求め、Table 1 の結果を得た。

$$\Delta R = 10^2 \cdot \sum_i \frac{|C_i - \bar{C}|}{n \cdot C}$$

n : 測定回数

C_i : 各測定点における濃度

\bar{C} : 平均濃度

なお最高濃度と最低濃度の比 (C_{max}/C_{min}) および ΔR の間に Fig. 2 の関係が得られ、近似的につきの関係が成り立つ。

$$(C_{max} - C_{min}) = 0.05 \cdot \bar{C} \cdot \Delta R$$

Table 1 から各元素のマイクロ偏析は Cr, Ni, Mn, Mo の順に増加し、Mo では非常に大きなマイクロ偏析を生ずることが認められた。この傾向は低合金鋼に関する従来のデータと必ずしも一致していない。C. FLEMINGS¹⁾の研究によれば Cr, Ni, Mnのマイクロ偏析はTable 1の結果よりも大きく、Cr, Mn, Ni の順に減少する。したがってマイクロ偏析の大きさは各元素の濃含有量によつて異なり、高濃度領域では相対的に減少するように思われる。

他方、マイクロ偏析の大きさは位置によつて差が認められ、表面部のマイクロ偏析は相対的に小であるが、鋼塊頭部に相当する表面は鋼塊底部に相当する板厚中心部と同程度であり、各位置の凝固速度に依存していると考えられる。

3.3 ミクロ偏析の周期

濃度分布曲線が平均濃度を横切る数からスラブの偏析周期を近似的に求め、Table 2 の結果を得た。ここで求めた周期は平均的なものであるが、熱処理の効果を算定する上で重要な因子

と考えられる。Table 2 において各位置における周期はマイクロ偏析の大きさと同様の変化を示し、マイクロ偏析同様、各位置における凝固速度に依存していると考えられる。

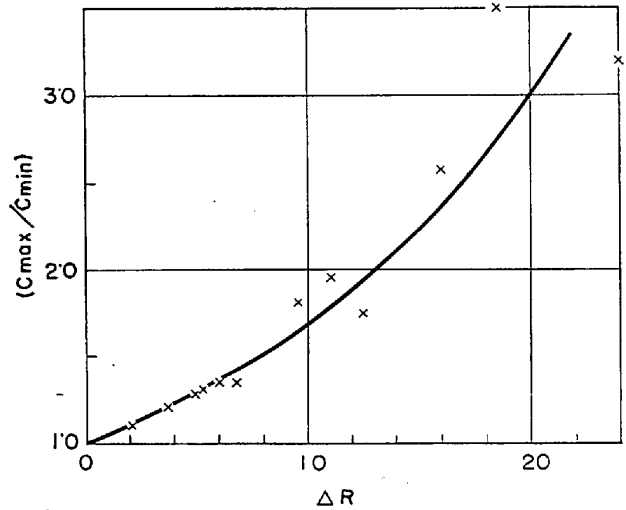


Fig. 2. Relation between (C_{max}/C_{min}) and ΔR .

Table 2. Micro-segregation period of slab sample.

Slab sample	Top 1/2 thickness	Top 1/4 thickness	Top surface
Period (μ)	130	97	90

Slab sample	Bottom 1/2 thickness	Bottom 1/4 thickness	Bottom surface
Period (μ)	84	83	45

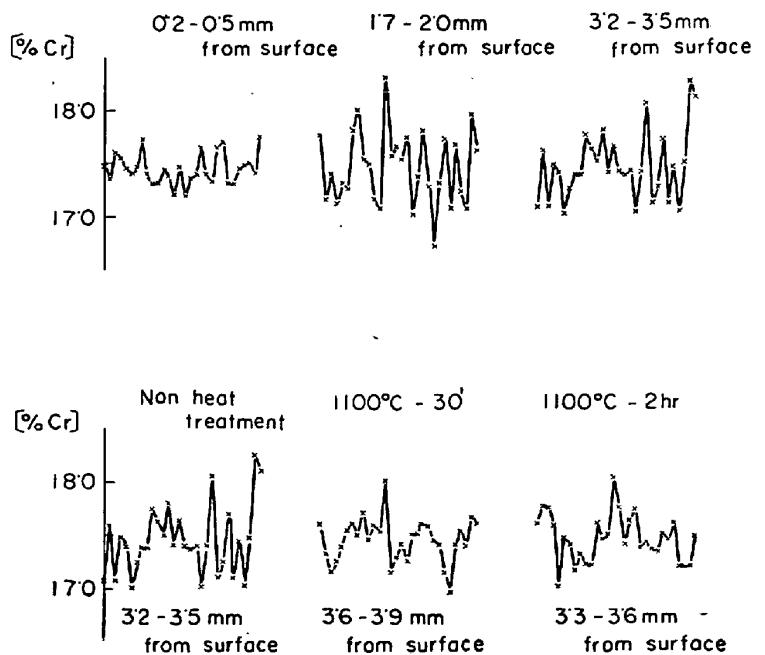


Fig. 3. Micro segregation of 7mm plate and heat and heat treatment effect.

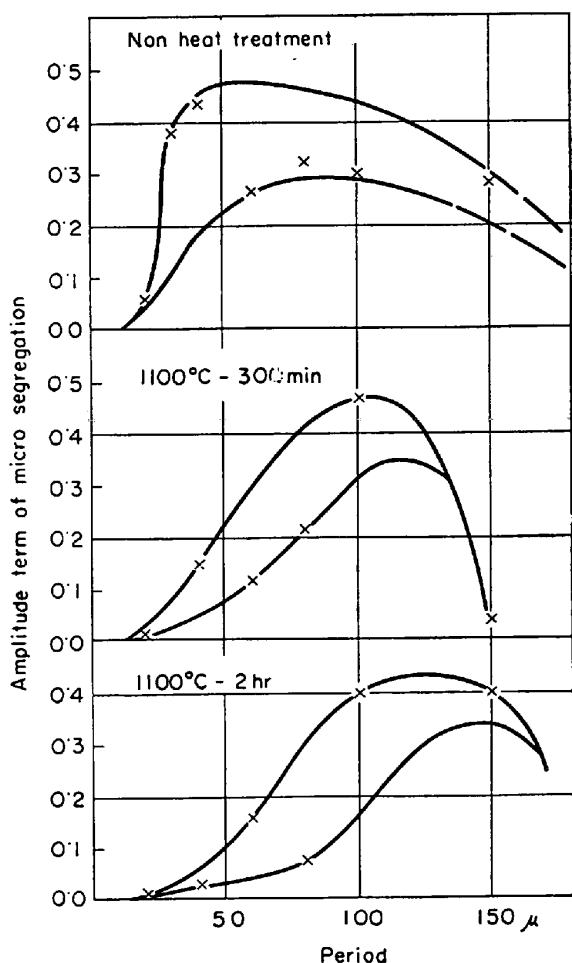


Fig. 4. Result of Fourier analysis.

3-4 7 mm厚板におけるマイクロ偏析および熱処理によるマイクロ偏析の変化

7 mm厚板におけるマイクロ偏析状況および熱処理によるマイクロ偏析の変化を Fig. 3 に示す。表面部のマイクロ偏析は非常に小さく、鋼塊底部側のスラブ試料と同じ傾向を示している。これに対して中心部のマイクロ偏析は 1100°C-30 min および 2hr の熱処理後も残留している。板厚中心部の Mn のマイクロ偏析についてフーリエ解析した結果を Fig. 4 に示すが、周期 50 μ 以下の偏析成分は急激に減少するが、周期 50 μ 以上の偏析成分はほとんど変化しないことが認められた。

4. 結 言

ステンレスのマイクロ偏析を X線マイクロアナライザーによつて調査した結果、次のような点が明らかとなつた。

(1) 各合金元素は一般に相似の濃度分布を示すが、オーステナイト生成元素とフェライト生成元素で全く逆の濃度分布を示す領域が認められた。

(2) δ -フェライトは Cr および Mo 濃度の高い部分の中にみとめられた。

(3) ミクロ偏析の大きさは Mo, Mn, Ni, Cr の順に減少するが、Cr, Mn, Ni のマイクロ偏析は低合金鋼に比べて小であつた。

(4) ミクロ偏析の大きさおよび周期は各位置の凝固速度に依存すると考えられ、表面部は相対的に小である。

(5) 7 mm厚板の板厚中心部では 110°C-30 min および 2hr の熱処理によつて周期 50 μ 以下の偏析成分は減少するが、周期 50 μ 以上の偏析成分はなお残留する。

文 献

- 1) M. C. FLEMINGS: Mod. Castings, 46 (1964) 7, p. 353
- 2) T. Z. KATTAMIS and M. C. FLEMINGS: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 233 (1965) 5, p. 992

(討-19) マイクロアナライザーによる鉄鋼中の軽元素分析

住友金属工業，中央技術研究所

理博○白岩俊男・藤野允克

Analysis of Light Elements in Steel by Electron Probe Microanalyser.

Dr. Toshio SHIRAIWA and Nobukatsu FUJINO.

1. 諸 言

最近のマイクロアナライザーは装置的な開発が進んだことにより、従来困難とされていたいわゆる超軟 X線領域の検出が可能となり、とくに鉄鋼研究において問題となる酸素、窒素、炭素に対してかなり高い検出感度が得られるようになったので、鉄鋼中の析出物、介在物、表面層などの軽元素分析の例について定性的な電子線走査像を報告したり。

今回の報告は炭素、窒素、酸素の定量分析についての結果を例をあげて報告する。

2. 測定装置

使用した装置*は軽元素用の分光器として 4 インチのローランド径をもつ KAP およびステアリン酸鉛を分光結晶として有するものであり、KAP では 6.7~24.8Å, ステアリン酸鉛では 25.0~93.0Å, 元素にすればそれぞれアルミニウムより酸素までおよび窒素よりホウ素までが分析される。検出器はガスフロー比例計数管を使用した。この計数管の窓は 2000Å のニトロセルローズを使用したものである。記録方式は増巾は比例増巾を行なつたのち波高選別器を併用して、スケータまたはレコーダー記録を行なつた。

本装置を用いて著者の得た軽元素についての測定強度例を Table 1 に示す。

鉄鋼研究上の用途として炭化物、窒化物、酸化物の判定を行なう定性分析では上記の強度は十分であり、走査線像を得ることは可能である。さらに炭素および窒素については十分な計数があり、ごくわずかの組成でも分析され、かつ定量分析が可能と考えられる。酸素については本装置では酸素分析の場合 KAP 結晶が X線源より離れた位置にくる関係上、強度が得られないが、酸化物自身の酸素量が多いため分析は容易である。

3. 炭素の定量分析

マイクロアナライザーによつて炭素を分析する場合に

注)* 島津-ARL, EMX-1 型