

(153)

電解分離硫化物のX線マイクロアナライザーによる組成分析

70429

北大工学部

工博 松原嘉市

○ 田海啓司

1. 緒言

鋼中硫化物の挙動をX線マイクロアナライザー等を用いて調べようとして困難なことは、硫化物が地鉄の影響をどの程度うけているか不明確なことである。しかしながら電解分離抽出法により硫化物の立体的な観察ならびに定量分析的な取扱いに對して、かなりの成果が得られているが、これを組成分析に利用する試みはあまりなされていない。そこで著者は電解分離硫化物の組成分析をEPMAを用いておこなったので報告する。

2. 試料ならびに実験方法

供試材は0.19C, 0.18Si, 0.19Mn, 0.179S, 0.009Pの組成をもつ20mmφの鍛造丸棒である。熱処理は20mmφ×5mmに切り出した試料を石英管に封じ込みタンマン炉で1450℃に1時間保持後、水中に急冷しておこなった。この試料を二分し、複鏡ならびに電解分離用試料とした。電解分離抽出用電解液組成は12.5%クエン酸ナトリウム, 1.5%クエン酸, 1%臭化カリであり、電流密度100~150 mA/cm<sup>2</sup>で4~5時間電解分離操作をおこなった。得られた電解分離物は化学研究所のアルミニウム台上に滴下、乾燥しカーボン蒸着してEPMA用試料とした。X線マイクロアナライザー(JXA-304)による測定条件はつきのとおりである。加速電圧: 10KV 分光結晶: KAP(S), Quartz(Fe, Mn) 検出器: ガスフロー比例計数管

3. 実験結果

鋼中硫化物は写真1に示すように粒界におもに析出し、粒内には粒状で析出していることが観察される。これらの硫化物は明らかに、Mnをほとんど含まないFeS型硫化物であることを識別できたが、電解分離硫化物を観察すると、ほとんどがFeS型硫化物からなっているが、写真2に示すようなデントライト相を含む母地相とからなる2相が観察される。これらの相を同定するためにFeKαならびにMnKαで走査させてえられたX線像を写真3に示す。これらから1450℃ではMn rich相のデントライトおよびMn poor, Fe rich相の母地相の2相硫化物からなっていることがわかった。さらに鋼中硫化物および電解分離硫化物のFe, Mn, SについてのEPMAによる相対強度は、ほぼ同じ値を示していることから、2~3μ以上の厚みを持つ電解分離硫化物試料については相対強度を重量百分率とみなして表示できると考えられる。

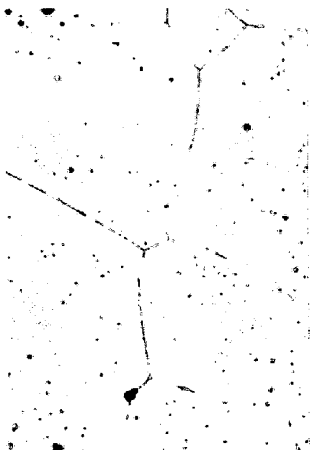


写真1. 鋼中硫化物 x100(4角)

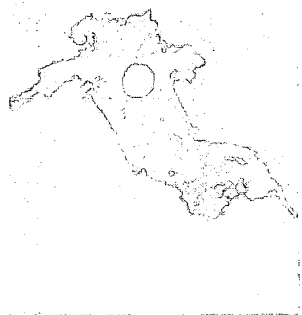
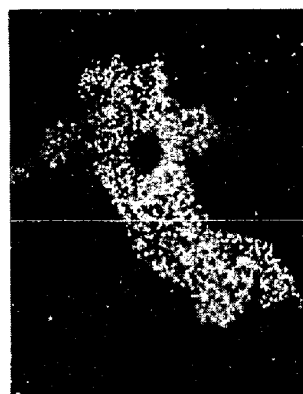
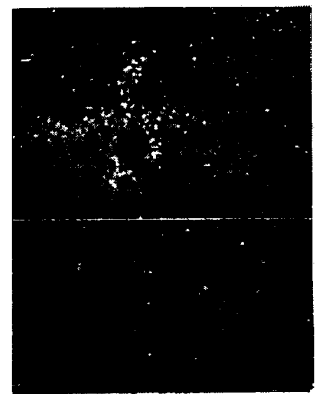


写真2. 電解分離硫化物 x550(4角)



Fe Kα



Mn Kα

写真3. 電解分離硫化物の走査X線像 x500(4角)