

(328) 炭素または窒素を多量に含む鋼のEPMAによるC,Nの定量分析

川崎重工業(株) 技術研究所

○ 島永昌武 青重正典
工博 喜多 清

1. 緒言

覆炭および窒化の工業的技術の進歩に伴い、その表面層での含有成分の濃度、分布の分析が重要になってくる。そこで本研究においては炭素または窒素を比較的多量に含む鋼についてのX線マイクロアナライザー(以下EPMAと略す)によるC,Nの定量分析法の検討を、三試みた。特に炭素については定量補正計算法による定量分析を試みた。窒素については窒化層の特に拡散層部における分析を目的として二相状態を有する標準試料を作成して、その検量線法の適用を試みた。

2. 実験方法

炭素の定量補正計算の適用の検討としては、まず始めに高純度鉄粉と高純度カーボンを用いて、焼結法によりFe₃Cを作成した。次いでこのFe₃Cを試料として含有CのEPMA分析を行ない、Cの定量補正計算のための補正係数を導き出した。この補正係数の妥当性については日本鉄鋼協会の標準試料を用いて検討した。窒素の分析としては、電解鉄を高周波加熱真空溶解炉で真空溶解を行なったインゴットを作成し、このインゴットを鍛造した後、熱間圧延により4mm厚さの純鉄の板を作成し、この素材から長さ50mm、巾13mm、厚さ2.5mmの試片を作成した。この試片にガス窒化と拡散処理を交互に繰り返すことにより、それぞれ窒素濃度の異なる5種類のFe-N試料を作成し、最後に700°C加熱した後水冷を行ない、マルテンサイト+フェライト(針状析出物を含む)の二相状態の標準試料を得、この試料を用いて窒素の検量線法による定量分析の検討を行なった。

3. 実験結果

炭素の定量補正計算による分析では、特に吸収補正計算(ここではJ. Philibertの補正法を用いた)において、Cの自己吸収係数の値に補正係数として、28400を用いることにより、C量が0.29%~1.33%の間で、かなり良く真の濃度と一致した定量補正值が得られることが判明した。

窒素の分析では二相状態を有した標準試料の作成を行ない、二相状態での検量線を作成することができた(図1~3)。この検量線におけるX線強度比とN濃度の関係は、 $I_{N}^{sample} / I_{N}^{std} = 0.0311N + 0.0412$ となった。Ogilvieによると真の濃度C_AとX線強度比K_Aの関係は、 $C_A / K_A = \alpha + (1 - \alpha) C_A$ が成り立つとされており、この関係式から求めた検量線とは窒素の場合かなり異なることが判明した。

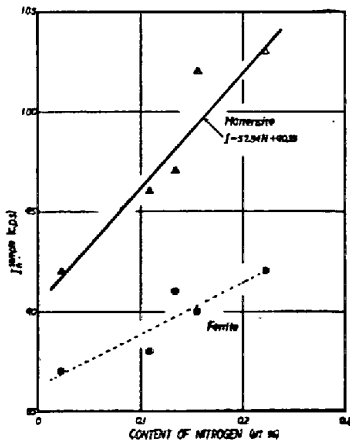


図1 マルテンサイトおよびフェライトのX線強度比とN濃度の関係 (total N%)

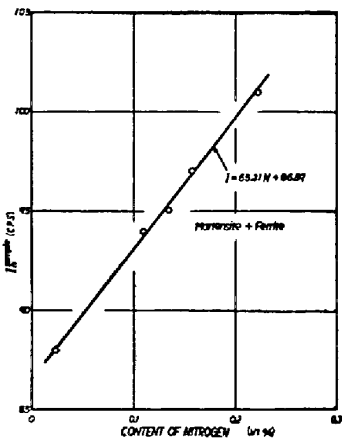


図2 マルテンサイト+フェライトのX線強度比とN濃度の関係

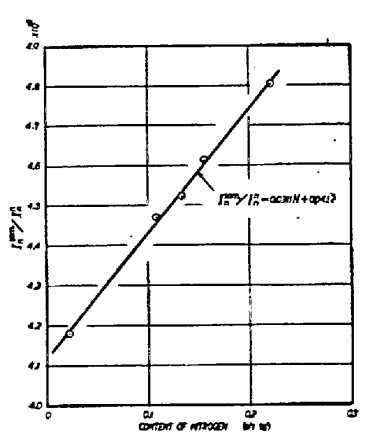


図3 マルテンサイト+フェライトのX線強度比とN濃度の関係