

(368) 水素雰囲気中加熱抽出による鋼中空素の状態分析に関する拡散速度論的考察

新日本製鐵(株) 製品技術研究所 大坪孝至 森 隆
○宮坂明博 佐藤秀之

1. 緒言

鋼中の窒素を窒化物窒素と固溶窒素とに分別して定量する方法として、水素雰囲気中加熱抽出法が有効であることを報告した。¹⁾ この方法により両者を分別定量するには、固溶窒素の抽出を窒化物析出あるいは窒化物固溶反応の開始温度までに完了すること、窒化物窒素が固溶したのちすみやかに抽出されることが必要である。このとき、加熱抽出速度に影響する試料粒度および昇温速度が反応速度論的に適正に選択されていることを確認することが重要である。この点について、拡散方程式をもとに鋼中の窒素拡散速度から検討を加えた。

2. 計算および実験結果

1) 一定温度での窒素抽出所要時間：試料中の窒素の拡散挙動は Fick の第 2 法則により記述され、反応開始時に内部の濃度分布が一様、表面での濃度が常に 0 という初期・境界条件のもとにこれを解くことにより一定温度に保持した場合の窒素の抽出所要時間が求まる。現行の測定試料に即して、試料形状・粒度を半径 20 μm 、長さ 80 μm の円柱としたときの計算結果を表 1 に示す。ここで、窒素の拡散係数 D として、 $D = 7.14 \times 10^{-3} \times \exp(-1.856 \times 10^4 / RT)$ を用いた。表 1 から、現行の試料粒度では等時昇温の場合に、固溶窒素は窒化物析出開始温度までに完全に抽出することができる。したがって、窒化物窒素との分別定量が可能である。また、400 $^{\circ}\text{C}$ での抽出所要時間を現行の昇温速度 100 deg/hr と比較すると、窒化物窒素定量の温度領域においては昇温速度は充分遅く、反応は窒素拡散律速ではなく、窒化物固溶反応が律速となることがわかる。

2) 等時昇温加熱による窒素抽出スペクトル：図 1 に等時昇温加熱の場合について、拡散方程式を差分法を用いて解くことにより得られた理論抽出スペクトルを示す。これを実験結果(図 2 参照)と比較すると、250 $^{\circ}\text{C}$ 付近で試料表面の酸化被膜が還元除去され、窒素抽出が開始されるという従来の考え方が正しいことがわかる。図 2 に、抽出開始温度を 250 $^{\circ}\text{C}$ とし試料粒度を変えて計算した結果と実験結果をあわせて示す。実験結果は計算値と非常に良く一致しており、この温度領域では抽出反応は窒素拡散律速となっていることがわかる。

以上から、現行の試料粒度および昇温速度は、鋼中の固溶窒素と窒化物窒素を分別して定量するのに必要な条件を満足していることが確認された。

1) 川村, 大坪, 森: 鉄と鋼, 60 (1974), P108

表 1 一定温度における窒素抽出所要時間
(半径 20 μm , 長さ 80 μm)

温度 ($^{\circ}\text{C}$)	拡散係数 (cm^2/sec)	99%抽出所要時間 (sec)	90%抽出所要時間 (sec)
250	1.24×10^{-10}	1.91×10^4	8.71×10^3
300	5.88×10^{-10}	4.01×10^3	1.84×10^3
400	6.64×10^{-9}	3.55×10^2	1.63×10^2
500	4.00×10^{-8}	5.89×10^1	2.70×10^1
600	1.60×10^{-7}	1.48×10^1	6.8
800	1.18×10^{-6}	2.0	0.9

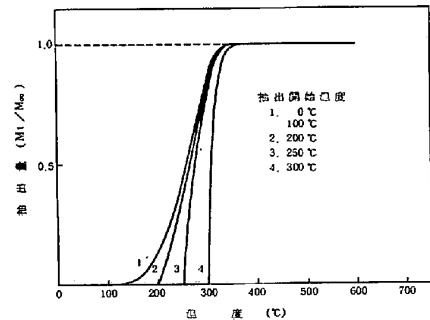


図 1 半径 20 μm の球状試料からの抽出スペクトル(計算値)

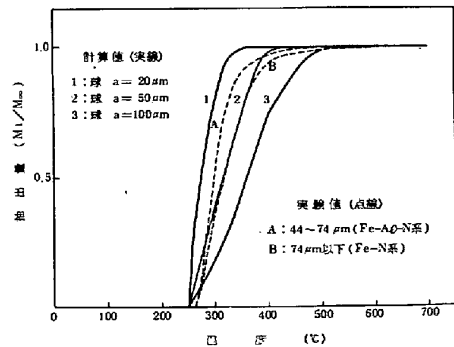


図 2 抽出スペクトルの計算値と実験値の比較