

(株) 神戸製鋼所 中央研究所

(工博) 成田貴一 宮本醇 山本浩太郎 ○金物賀津代

1. 緒言: 鋼中の析出物は、鋼の諸性質と密接な関係があり、その結晶学的形態、大きさ、分布などの析出形態ならびにその量を知ることは、たとえば鋼の強化機構、合金元素の固溶ならびに析出挙動、時効硬化現象あるいは再結晶機構などを解明する上できわめて重要なことである。

本研究は鋼中析出物の抽出分離定量法に関する研究の一環としてすでに報告した Fe-M-C, Fe-M-N および Fe-M-C-N 系 試料につづいて実用鋼として高合金鋼を対象としてとりあげたものであり、析出物の抽出分離諸条件について検討をおこなうと同時にこれら抽出法の適用範囲を明確にした。

2. 実験方法: 実験には表 1 に示した組成の不銹鋼および耐熱鋼を用いた。これらの鋼片中の析出物を、電子顕微鏡で観察するとともに制限視野電子線回折ならびに抽出残さの X 線回折によって同定し、Fe-M-C, Fe-M-N および Fe-M-C-N (M: Ti, Cr, Nb など) 系試料での検討結果を参考にしながら、これら析出物の試薬に対する分析化学的挙動すなわち各種抽出法での抽出諸条件を明らかにし最適抽出法を確立した。これらの結果をもとにして析出物の形態別定量法について考察をおこなった。

表 1 試料の一般化学成分組成および析出物 (%)

| | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Cu | Mo | Ti | Nb | Al | N | O | 熱処理条件 | おもな析出物 |
|--------------|-------|-------|------|-------|-------|-------|-------|------|------|------|------|-------|--------|--------|---------------------------------|---|
| 不銹鋼 (SUS347) | 0.042 | 0.74 | 1.74 | 0.021 | 0.011 | 103.5 | 18.71 | 0.06 | 0.12 | 0.03 | 0.50 | 0.022 | 0.0394 | — | 1075°C-1.5h-w.Q. | TiN, NbN, NbC |
| 不銹鋼 (SUS321) | 0.040 | 0.49 | 0.84 | 0.027 | 0.007 | 9.08 | 17.24 | — | 0.14 | 0.38 | — | 0.008 | 0.0120 | 0.0011 | 1050°C-1h-w.Q. 870°C-1h-w.Q. | TiN, TiC, Cr ₂ N |
| 耐熱鋼 (SUH446) | 0.046 | 0.042 | 0.27 | 0.030 | 0.009 | 0.42 | 24.30 | — | 0.10 | — | — | 0.014 | 0.148 | 0.0053 | 800°C-2h-w.Q. | Cr ₂ N, Cr ₇ C ₃ |

3. 実験結果: (1) 試料中のおもな析出物は表 1 に示したとおりであり、不銹鋼 (SUS 347) ではそのほとんどは立方晶 TiN, NbN および NbC, 不銹鋼 (SUS 321) ではそのほとんどが立方晶 TiN, TiC および六方晶 Cr₂N, 耐熱鋼 (SUH 446) では六方晶 Cr₂N がそのほとんどでありわずかに Cr₇C₃ も存在した。

(2) 種々の抽出法による析出物の抽出分離定量結果は表 2 のとおりであり、いずれの試料でも 10% AA-1% TMAC-MeOH および 4% SSA-1% LiCl-MeOH を用いる定電位電解法で精度よく抽出できる。またこれ以外の抽出法として不銹鋼 (SUS 347) では塩酸 (1+1) 90°C 加熱分解法が、不銹鋼 (SUS 321) では 4% SSA-1% LiCl-10% EG-MeOH を用いる定電位電解法が、耐熱鋼 (SUH 446) では 5% HCl-EtOH を用いる定電位電解法およびヨウ素メタノール法などが適用できる。

(3) これらの結果から析出物の量を形態別に推定すると不銹鋼 (SUS 347) では N(TiN)=0.0035%, N(NbN)=0.0163%, Nb(NbC)=0.189%, 不銹鋼 (SUS 321) では N(Cr₂N)=0.0013%, N(TiN)=0.0080%, Ti(TiC)=0.146

%, 耐熱鋼 (SUH 446) では Cr(Cr₂N)=1.056%, Cr(Cr₇C₃)=0.446% となる。

表 2 種々の抽出法による析出物の抽出分離定量結果 (%)

| 抽出法 | 不銹鋼 (SUS347) | | | | 不銹鋼 (SUS 321) | | | | 耐熱鋼 (SUH446) | | |
|---|--------------|-------|-------|-------|---------------|-------|-------|-------|--------------|-------|-------|
| | N | Cr | Nb | Ti | N | Cr | Fe | Ti | N | Cr | Fe |
| 10% AA-1% TMAC-MeOH | 0.0198 | 0.004 | 0.298 | 0.012 | 0.0095 | 0.012 | 0.025 | 0.173 | 0.143 | 1.502 | 0.065 |
| 4% SSA-1% LiCl-MeOH | 0.0203 | — | 0.297 | 0.012 | 0.0090 | 0.012 | 0.025 | 0.180 | 0.142 | 1.493 | 0.057 |
| 4% SSA-1% LiCl-10% EG-MeOH | — | — | — | — | 0.0089 | 0.012 | 0.024 | 0.176 | 0.142 | 1.527 | 0.066 |
| I ₂ -MeOH 60°C | 0.0198 | — | 0.250 | 0.012 | 0.0093 | 0.012 | 0.013 | 0.147 | 0.148 | 1.562 | 0.087 |
| HCl (1+1) 90°C | 0.0201 | 0.002 | 0.301 | 0.012 | 0.0080 | 0.003 | tr | 0.139 | 0.0005 | tr | tr |
| H ₂ SO ₄ (1+5) 90°C | — | — | — | — | 0.0080 | 0.004 | 0.013 | 0.163 | 0.001 | 0.020 | 0.021 |
| 5% HCl-EtOH | — | — | — | — | — | — | — | — | 0.142 | 1.488 | 0.056 |