

## 研究速報

UDC 669.14.018.8 : 669.15'26-194.57 : 548.5 : 536.421.4 : 621.039.8

## オートラジオグラフィによる17Cr鋼の凝固組織について\*

新妻主計\*\*・郡司好喜\*\*\*

## An Autoradiographic Study for Revealing the Solidification Structure of 17Cr Steel

Kazuo NIIZUMA and Koki GUNJI

## Synopsis:

It was not satisfactorily elucidated that the casting structure of 17Cr stainless without any other elements has either dendritic morphology or not.

Because difference between liquidus and solidus temperature was small, it was considered that the difference of solute concentrations between primary and final solidified crystals was very small.

Therefore, the dendritic structure has not been easily confirmed by a conventional etching method utilizing common etching agents. But, using radioactive nuclide as indicator, even small amount of solute could be detected by autoradiography.

The present report has assured that the dendritic structure of Fe-17%Cr added very small amount of radioactive sulfur-35 was observed on the autoradiograph.

鋼塊の凝固組織は一般に成分、固体と融液の溶質分布の割合、铸込温度、凝固速度や温度勾配などの諸因子の複合した条件によつて定まると考えられている。

このため凝固組織に影響をあたえる諸条件を明らかにすることは、目的とする凝固組織を自由に得るためには重要な課題である。

また凝固にさいして生ずる成分偏析の起因については、分配係数などから論じられることが多いが、凝固組織と凝固速度が影響することを示した著者<sup>1)</sup>やその他の報告<sup>2)</sup>がある。

このため凝固組織を明らかにすることは、凝固の研究や偏析の問題の解決のために必要なことである。もし凝固組織が明らかでないと誤った結論を導き出すおそれがある。

いままで 17 Cr 鋼の凝固組織については、デンドライト組織を示すかどうか明らかでなかつた。本実験でも *Metals Hand Book* に記載されている数種のエッチング液を用いて顕出を試みたが、デンドライト組織は確認されなかつた。またその他の報告<sup>3)</sup>でもデンドライト組織が認められなかつたと述べている。

17 Cr 鋼の凝固組織を明らかにすることは、凝固に関する研究やフェライト系ステンレス鋼のリジニングの防止の研究のためにも必要なことである。

本研究では放射性硫黄 <sup>35</sup>S をトレーサーとして用い、

オートラジオグラフィにより 17Cr 鋼のデンドライト組織の顕出を試みた。

凝固組織をエッチングによつて顕出するとき、エッチング液の種類や合金元素によつてエッチング効果が異なるという報告<sup>4)</sup>がある。

本実験ではエッチング液の種類と合金元素による凝固組織顕出への影響と効果をオートラジオグラフィをもとに、検討することを試みたため Table 1 に示したような成分の試料を調製した。

溶解は真空高周波炉を用い、Table 1 に示したような母合金を完全に溶解してからカプセルに封入した <sup>35</sup>S 約 500  $\mu$ Ci を Fe <sup>35</sup>S に調製したものを投入した。溶融点より 100°C 高い温度で 10 min 間保持したのち、凝固条件を一定にするためるつぼ中で冷却凝固させた。

凝固したのちるつぼから試料を取り出し、縦軸方向に切断しその断面を鏡面仕上げした。研磨したのち試料表面に付着した <sup>35</sup>S を除去するため、超音波洗滌器で洗滌したのち乾燥した。乾燥後工業用微粒子 X 線フィルムを

Table 1. Chemical composition of steels (wt%).

Steel	C	S	Si	Mn	Cr	S-35( $\mu$ Ci)
1	0.005	0.008			16.82	500
2	0.005	0.009	0.78	0.71	16.76	500

\* 昭和 54 年 3 月 22 日受付 (Received March 22, 1979)

\*\* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku 153)

\*\*\* 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

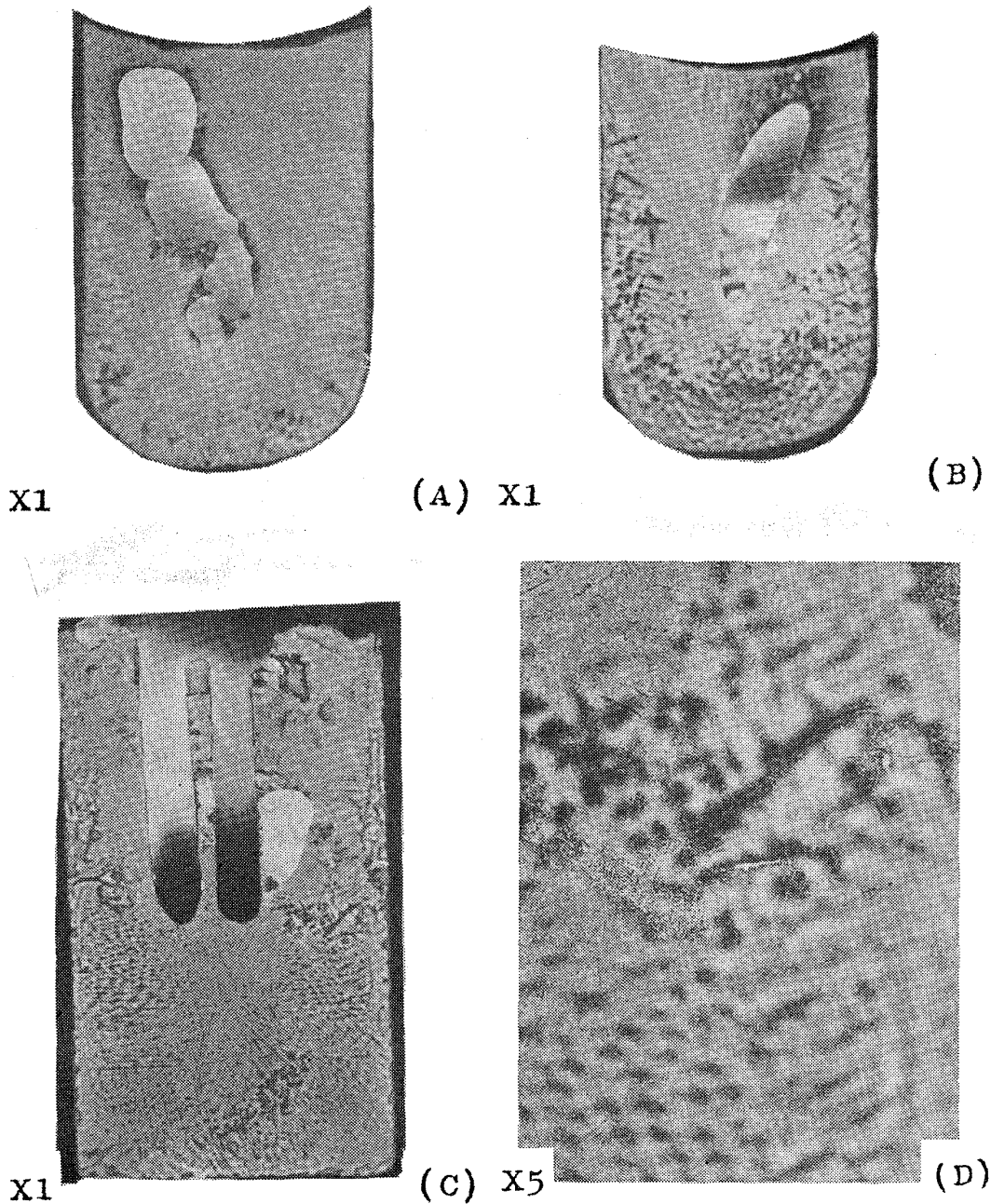


Photo. 1. (A), (B) : Autoradiograph of No. 1 and No. 2 specimens in table 1 melted in vacuum.  
 (C) : Autoradiograph of No. 1 specimen in table 1 thermal-analyzed in a reducing atmosphere  
 (D) : Autoradiograph of 5 magnifications of (C).

用いてオートラジオグラフィーを行つた。

オートラジオグラフの露出中試料は乾燥剤の入つた暗箱の中に入れ 5°C に保つた恒温槽で保管した。露出日数は約 20 日であつた。露出したのも X 線フィルム用現像液を用いて現像処理を行つた。

オートラジオグラフの密着したものを Photo. 1 に示した。(A)の写真は Table 1 中の No.1 の試料のもので (B)の写真は No.2 の試料のものである。(C)の写真は熱分析した試料のものであり、(D)は (C) の写真の右側のほぼ中央のところを 5 倍に拡大したものである。

写真の中で白いところや、灰色の部分は放射能の存在を示し、黒いところは放射能のない場合を示す。

本実験では、17 Cr 鋼の凝固組織がデンドライト組織を示すかどうかをオートラジオグラフィーで解明することを目的としているため Photo. 1 には Cr だけの 17 Cr 鋼の写真とこれに Mn, Si を添加した市販材成分の試料の写真を示した。

Photo. 1 の 3 枚のオートラジオグラフから、一次と二次のデンドライトの枝が肉眼でも識別できるぐらい大きいデンドライト組織が確認された。オートラジオグラフ

の中での黒化濃度の差は、そこに濃縮する  $^{35}\text{S}$  の差を示している。

Photo. 1 の (A) と (B) のオートラジオグラフを検討すると、デンドライトの大きさに相違が認められたがこれが合金元素の影響によるのかどうか確認しがたい。

エッチングによつて 17Cr 鋼のデンドライト組織が顕出されなかつたのは凝固温度範囲が非常に狭いため、徐冷しても最初に晶出した結晶と、最後に凝固した結晶との間の溶質の濃度差が極めて小さいうえ、Cr の濃度差によるフェライトの腐食のされ方に差が生じないためエッチングによつて識別できなかつたものと考えられる。

以上の実験結果から明らかなようにオートラジオグラフィによる方法は、極めて微量な溶質でも精度よく検出できることを示している。

この方法の検出精度についてエッチングによる場合と比較して検討すると、一般に条件によつて異なるがフィルムに黒化濃度を肉眼で観察したとき  $D=0.003$  ぐらい低い黒化濃度を識別できるとされている。仮に溶質の量の変化に対応してエッチングによつて試料表面が着色され、その着色の感度が写真乳剤に対する放射線の感光作用と同じとすると、 $D=0.003$  の着色を示すに必要な溶質の量は著者が求めた放射性核種の量と黒化濃度との関係を示す実験式<sup>9)</sup>にあてはめるとおおよそ  $1.88 \times 10^{-7} \text{g/cm}^2$  である。

これに対しオートラジオグラフィで上記の黒化濃度を得るに必要な溶質の量は、露出日数を 20 日として計算すると、 $1.08 \times 10^{-13} \text{g/cm}^2$  となり約  $10^6$  ぐらい精度が高い。

また EPMA と比較すると EPMA では軽元素の検出感度は 100 分の数%、それより重い元素については、1000 分の数%であるとされている。本実験で使用した  $^{35}\text{S}$  は重量で  $3 \sim 5 \times 10^{-5} \%$  であつた。この量は EPMA と比較しても検出感度がかかなり高いことを示している。

オートラジオグラフィはこのように極めて微量な溶質でも精度よく検出することができるので、エッチングによつて顕出できなかつた 17Cr 鋼のデンドライト組織がこの方法で明らかにされた。同時に凝固組織の顕出困難な金属に対して利用の可能性を示したものである。

#### 文 献

- 1) 新妻主計, 荒木 透, 坂口好弘: Radioisotopes, 23(1974) 3, p. 25
- 2) T. B. SMITH: Iron Steel 1964, p. 536
- 3) 鉄鋼基礎共同研究会凝固部会: 鉄と鋼, 61(1975) 6, p. 110
- 4) R. K. BUHR and F. WEINBERG: JISI 1967, p. 1161
- 5) 新妻主計, 荒木 透, 坂口好弘: Radioisotopes, 18 (1969) 10, p. 34