

(292) X線マイクロアナライザーによる鋼中マルテンサイト相の炭素分析法

八幡製鉄(株)東京研究所 神森 大彦 ○佐々木 稔
鈴木 堅市

低炭素鋼の冷却過程において生成するマルテンサイト相には炭素が濃縮するといわれているが、その濃縮の度合を知る目的から、X線マイクロアナライザーによるマルテンサイト相中炭素の分析を試みた。

1. 実験試料 試料鋼材の化学組成はC: 0.10、Si: 0.25、Mn: 1.15(%)で、熱処理条件を変えて、試料Aではマルテンサイト相の大きさを5~6 μ に、試料Bでは2~3 μ とした。検量線作製のためには、全マルテンサイト化した、炭素量が0.09~0.61%の試料を用いた。表1 マルテンサイト相

2. 実験条件の検討 一般の炭化物の場合¹⁾と同様に、最適の加速電圧、中炭素のくり返し分析結果試料電流、電子線照射時間を決めるための検討実験を、全マルテンサイト試料について行なった。最適条件としては、それぞれ、10KV、0.10 μ A、10secが選定された。なお、試料の研磨、洗滌方法をいろいろ変えてX線強度を測定したが、他の報告²⁾に述べられているような強度の変化は認められなかったので、ダイヤモンドペースト、石油ベンゼン等を研磨の工程で用いることにした。

3. マルテンサイト相中の炭素分析

鋼中のマルテンサイト相を分析するにあたって問題となるのは、それが腐食像としてのみ確認できる相であること、XMAの解像力の限界に近い大きさであること、電子線の照射によって表面に炭素の汚染を生ずるので1回分析するたびに研磨が必要があること、しかし、研磨によって目的相が小さくなって行くのでくり返しの回数はあまり多くできないこと、などである。最初、腐食像のまま分析する方法を試みたが、1%以上の高値を示す場合が多く、汚染を促進³⁾することがわかったので、目的相に近接して刻印を打ったあと腐食像を消し、顕微鏡下で刻印を頼りに分析する方法をとった。結果の若干例を、表1に示した。

相の大きさが5~6 μ の試験Aではくり返し測定3回のうち2回以上が目的相にほぼ当たっているとみてよい。炭素は明らかに濃縮されており、この試料では0.5%前後のものが多かった。

試料Bのマルテンサイト相の大きさは、使用した分析装置の解像力とほとんど同じであるため、狙った相への適中率は低く、くり返し測定はあまり有効でない。したがって、この場合は、もとの1個のオーステナイト結晶粒内にある一群のマルテンサイト相の炭素含有量が同じであると仮定して、それらについての分析値から相の炭素量を推定することにした。表1に示した例では、炭素量として0.4%強が予想されるが、こうした分析値の処理法についての検討も合わせ行なった。

	μ	1回目	2回目	3回目
試料 A	51	0.29%	0.45%	0.41%
	52	0.46	0.43	0.48
	53	0.36	0.35	0.38
	54	0.41	0.27	0.41
	55	0.42	0.43	0.50
	59	0.43	0.52	0.57
	65	0.27	0.50	0.48
試料 B	11	<0.10	0.21	0.36
	12	0.14	0.29	0.20
	13	0.43	0.10	<0.10
	14	0.28	0.37	0.33
	15	0.21	<0.10	0.26
	16	0.12	<0.10	<0.10
	17	0.13	0.45	0.20

* 分析したマルテンサイト
粒子の番号

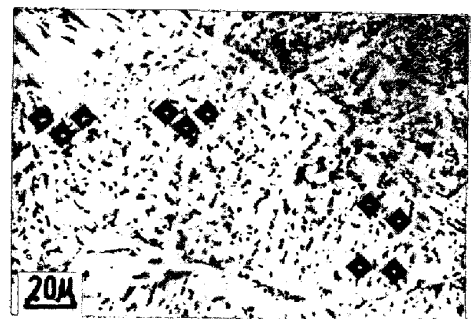


写真1 試料Bの腐食組織

1) 神森、佐々木、高張、室田：分析化学、18(1969)、P.333

2) 颯田、織田：第2回XMA懇談会テキスト(1968)、P.27〔島津製作所〕