

新日本製鐵(株) 基礎研究所 ○黒澤文夫 田口 勇
松本龍太郎

I 諸 言

鉄鋼材料中に析出する各種の析出物(金属間化合物, 炭化物, 窒化物, リン化物, 硫化物や酸化物)の *in situ* 観察を可能にする方法として非水溶媒系電解液定電位電解エッチング法 (Selective Potentiostatic Etching by Electrolytic Dissolution : SPEED法と略記)を開発し, 各種の試料に適用を試みた結果について報告する。

II 実験方法

供試料を湿式研摩(破面試料などはそのまま)を行ない, つぎに非水溶媒系電解液(10%アセチルアセトン-1%テトラメチルアンモニウムクロライド-メチルアルコール, 3%硝酸-2%過塩素酸-メチルアルコールなど)中で所定の電気量による定電位電解エッチングを行なう。エッチング終了後洗浄, 乾燥を行ないSEM, EPMA等で析出物の観察および分析を行なう。以上の方法についての概要をFig 1に示した。

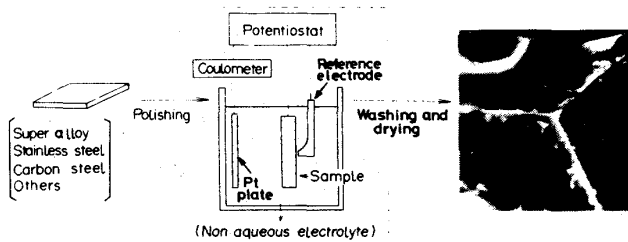


Fig. 1 Procedure of the Proposed SPEED Method

III 実験結果

SPEED法について基礎的な条件を検討した結果つぎのような特徴があった。(1)不安定な析出物を分解することなく, *in situ* の状態で組織と同時に観察できる。(2)析出物とマイクロファセットピットの現出と観察が同時にできるようになった。そのため, 析出物と結晶面方位や析出方位などの関係が明らかになる。またファセットの大きさも電解電位を変えるだけで10~0.5 μ mの範囲で制御できる。(3)微量電量を制御することにより深さ方向のエッチング量を制御でき析出物の三次元的観察を可能とした。(4)エッチング面の洗浄状態が赤色の鉄-キレートの有無により判断できるため, 汚染を少なくすることができ析出物のより正確な同定を可能とした。以上の特徴を生かし, 実用鋼に適用した。その一例としてステンレス鋼中で確認されたニオブリン化合物

(Nb_8P_5 :斜方晶), チタンリン化合物(TiP:六方晶)についての観察結果をPhoto. 1~2に示した。

IV 結 言

本SPEED法は各種の析出物の三次元的観察法および各種材料の破断面観察法として有効であることが確認できた。

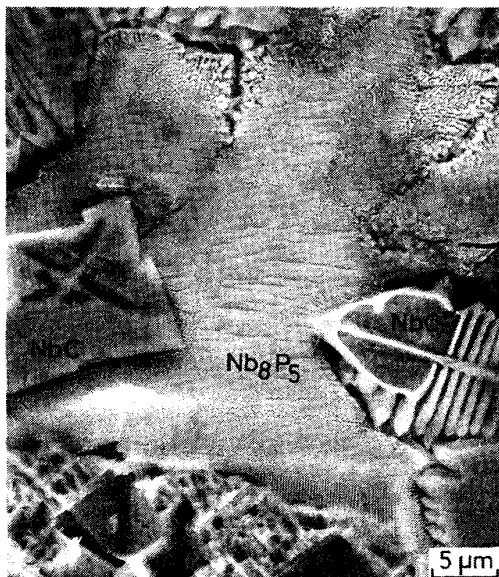


Photo. 1 SEM observation of niobium phosphide (Nb_8P_5) in SUS347

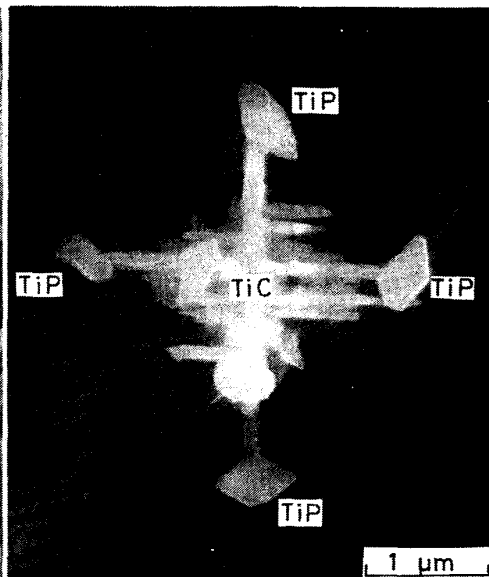


Photo. 2 SEM observation of titanium phosphide (TiP-TiC) in SUS430 (Ti).