

残留オーステナイト定量用の標準試料の試作（その 1）

1. はじめに

前回は、種々の割合で混合した SUS430 と SUS310S の混合粉末について、X 線回折によるオーステナイトの定量結果を紹介しました。

ここで、粉末の試料はいつでも調合できますが、取り扱いが面倒になるため、何らかの方法で粉末を固めた方が便利です。ここでは、SUS430 と SUS310S の混合粉末を放電プラズマ焼結 (SPS) 法によって焼結して、X 線回折でのオーステナイトの定量を試みました。なお、この実験は令和元年 7 月～10 月に実施したものです。

2. 実験

【実験条件】

実験に用いた粉末は前回と同じ市販の SUS430 と SUS310S の粉末です。これより、SUS430 と SUS310S それぞれ単体の焼結体と、これらの粉末の質量比が SUS430:SUS310S = 95:5、90:10、80:20 となる混合粉末の焼結体を作製しました。

焼結体の作製は、放電プラズマ焼結 (SPS) 法を用いて、真空中で 25MPa の圧力を加えながら 1000°C まで 20°C/min の速度で昇温して行いました。焼結に用いた型は黒鉛型です。

作製した焼結体を図 1 に示します。作製した焼結体の大きさは直径約 20mm、厚さ約 10mm です。作製した焼結体の密度を JIS R1634 により測定した結果を表 1 に示します。測定した密度は、SUS430 および SUS310S の密度¹⁾($7.7 \times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$ および $7.98 \times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$) に近い値を取りました。

ここで、95:5 焼結体について、断面の金属組織を観察した結果を図 2 に示します。腐食液には塩酸-ピクリン酸-アルコール溶液 (配合: 塩酸 10ml、ピクリン酸 1g、エチルアルコール 80ml) を用いました。図より、表面から約 0.5mm の深さまで組織が異なっている様子が観察できます。この組織変化は黒鉛型からの浸炭によるものと考えられたため、焼結体を厚さ方向に約 3mm 除去してから鏡面研磨してオーステナイトの定量を行いました。

オーステナイトの定量は、(株)リガク製 X 線応力測定装置 PSPC-MSF-3M を用いて表 2 の条件で行いました。プリセットタイムは、SUS310S 単体については α 相 240s、 γ 相 60s とし、それ以外は α 相 60s、 γ 相 240s としました。95:5、90:10、80:20 の試料について、研磨面の 10 箇所を定量して平均と標準偏差を求めました。

回折線の積分範囲は、 α 相 148~163deg、 γ 相 126.5~132deg としました。また、K 値については、SUS430 焼結体の (211) 面のピーク位置と SUS310S 粉末の (220) 面のピーク位置から求めた値 (0.27) を用いました。

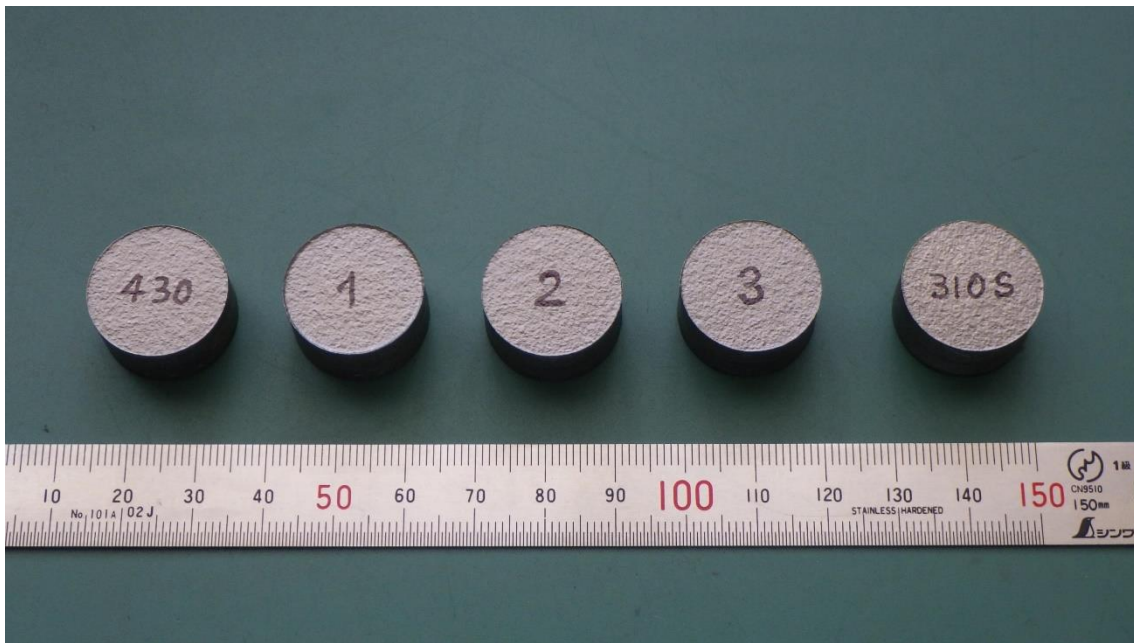


図1 作製した焼結体（左から、SUS430、95：5、90：10、80：20、SUS310S）

表1 作製した焼結体の密度（JIS R1634 による）

| 焼結体 | 密度, $\times 10^{-3}\text{kg/cm}^3$ |
|---------|------------------------------------|
| SUS430 | 7.57 |
| 95：5 | 7.60 |
| 90：10 | 7.60 |
| 80：20 | 7.63 |
| SUS310S | 7.73 |

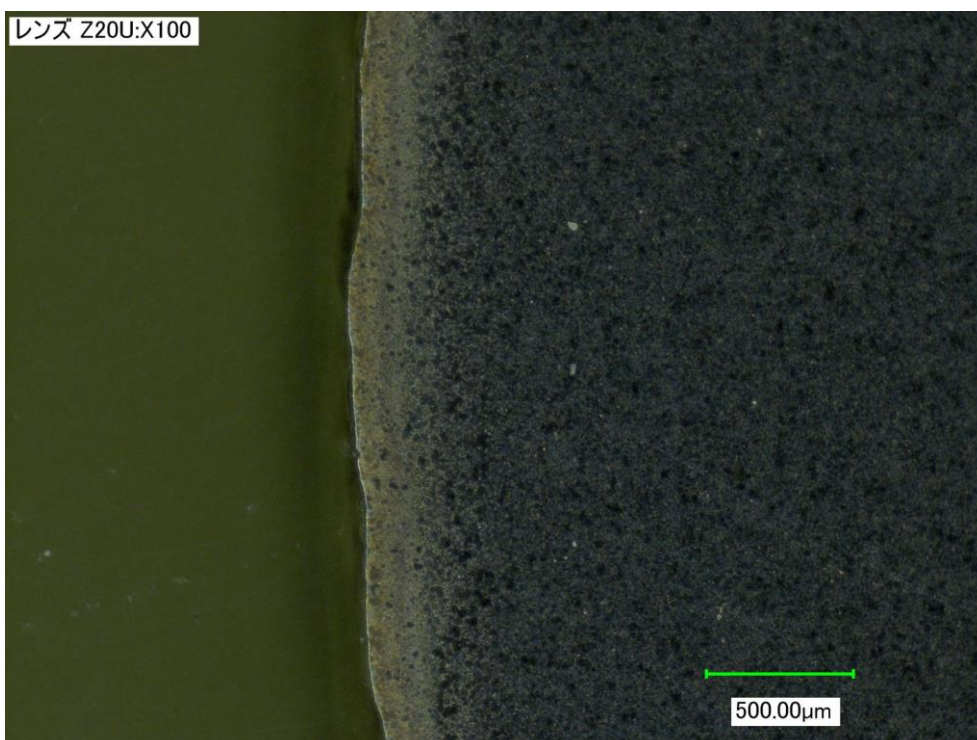


図2 95：5 焼結体の断面の金属組織（左端が表面）

表2 X線回折によるオーステナイト定量の条件

| | α 相 | γ 相 |
|-------------------------|------------|------------|
| X線管球 | Cr | |
| K β フィルタ | V | |
| 管電圧 | 30kV | |
| 管電流 | 10mA | |
| コリメータ | 2×2mm | |
| 回折面 | (211) | (220) |
| sin ² ψ | 0 | |
| 2 θ 角 | 148-163deg | 125-133deg |
| ステップ角 | 0.05deg | |

【実験結果】

まず、SUS430 と SUS310S 単体の焼結体について、回折線を測定した結果を図 3～図 6 に示します。ここで、CrK α 線で回折線を測定すると、 α 相は回折角 156deg 付近に (211) 面のピークが見られ、 γ 相は回折角 129deg 付近に (220) 面のピークが見られることが分かっています。このことと図 3～図 6 を比較すると、SUS430 の焼結体には α 相のピークのみが見られ、SUS310S の焼結体には γ 相のピークのみが見られることが分かります。このため、SUS430 の焼結体には α 相のみ、SUS310S の焼結体には γ 相のみが存在していると考えられます。[前回](#)、SUS310S の粉末を測定したときは α 相のピークもわずかに見られましたが、今回は見られませんでした。焼結したことにより金属組織が変化したことが考えられます。

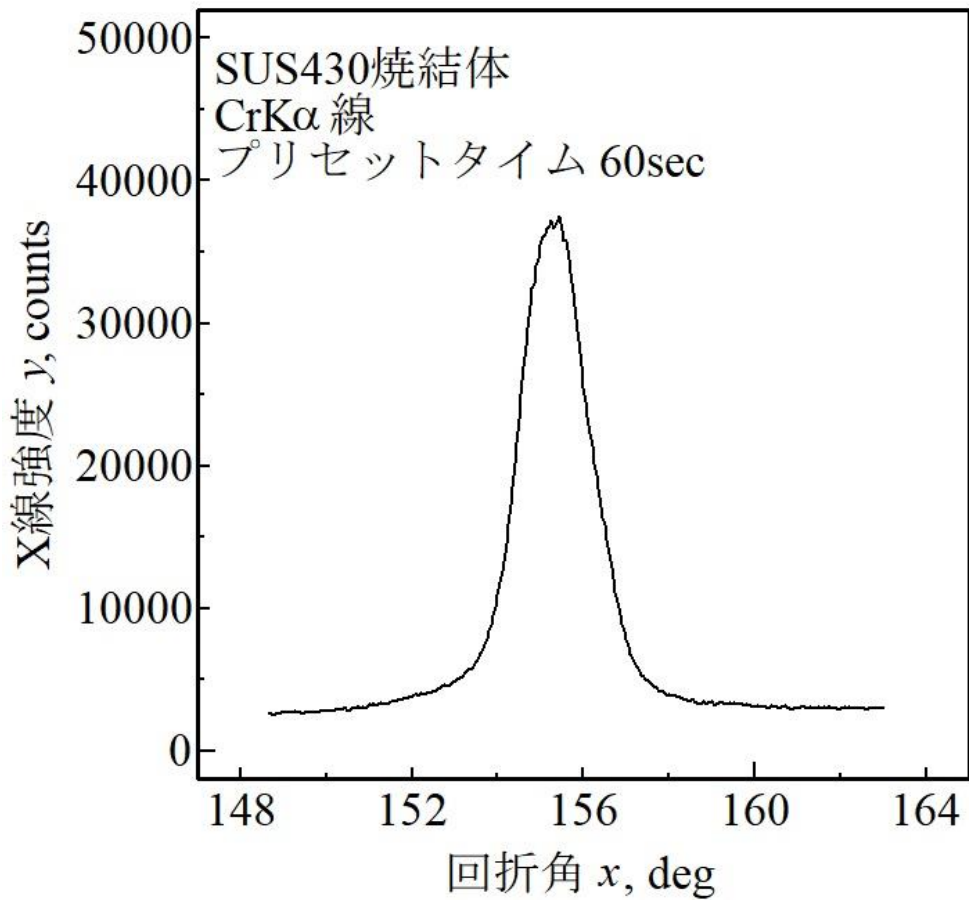


図3 SUS430 焼結体の CrK α 線による回折線 (回折角 156deg 付近)

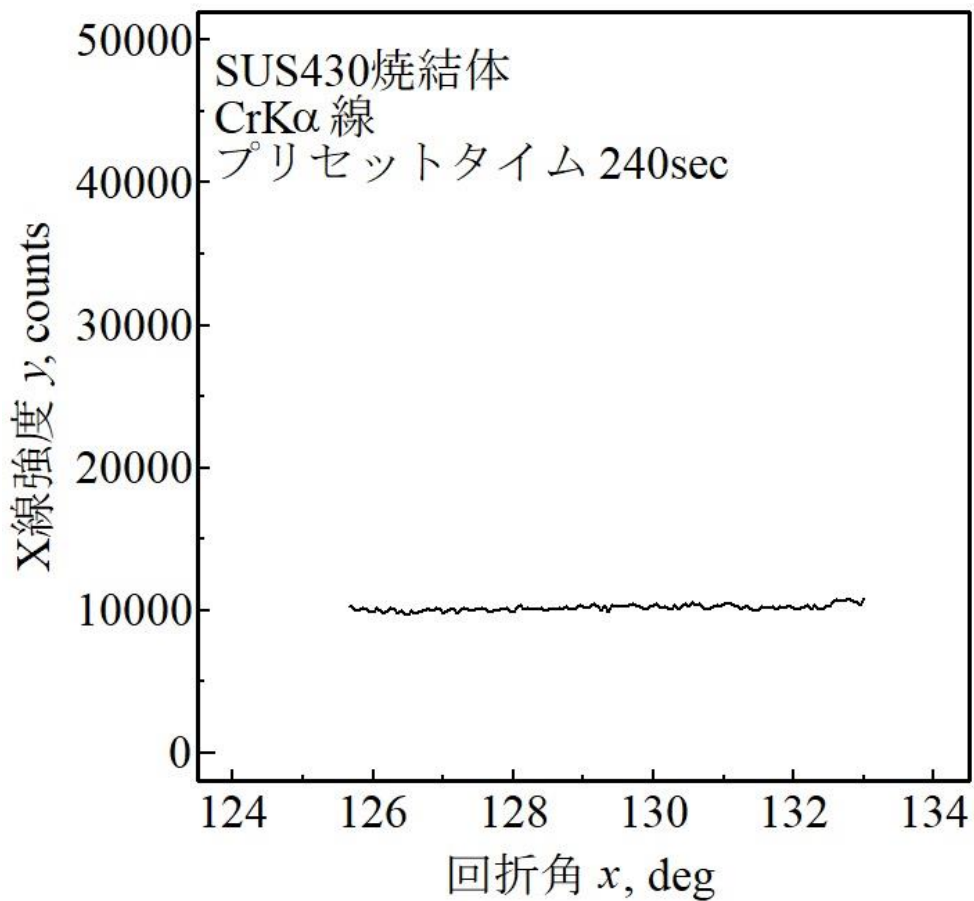


図4 SUS430 焼結体の CrK α 線による回折線 (回折角 129deg 付近)

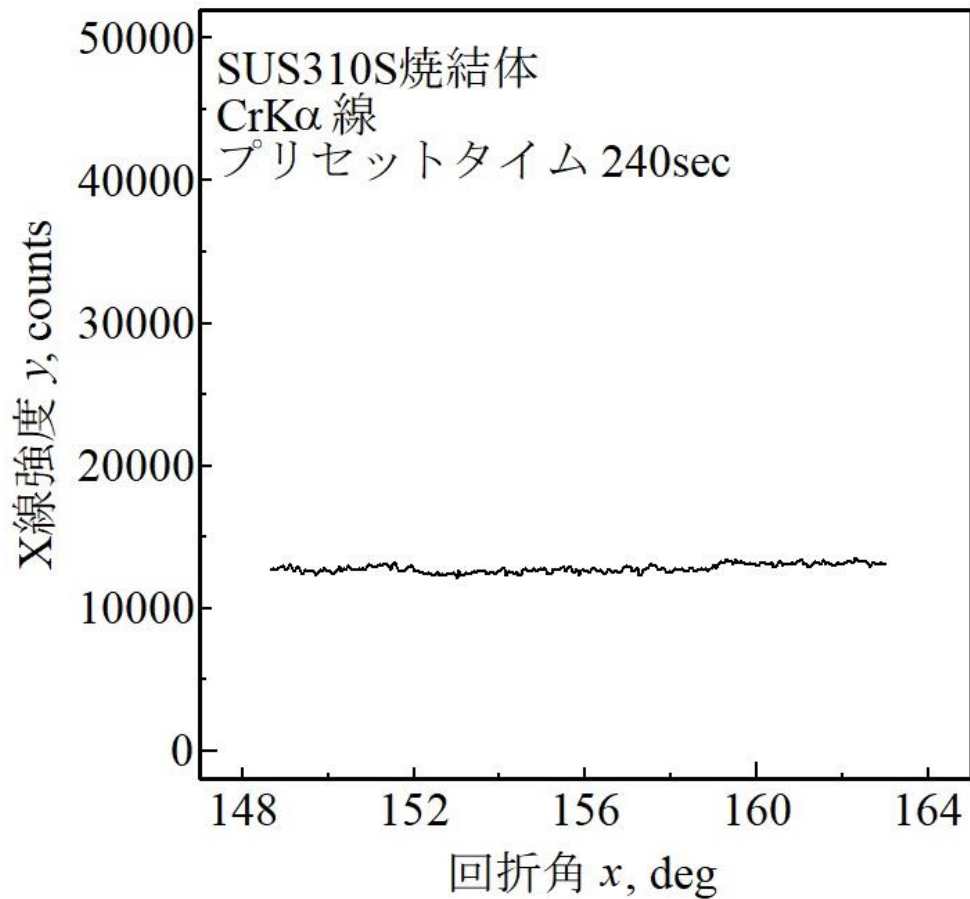


図5 SUS310S 焼結体の CrK α 線による回折線 (回折角 156deg 付近)

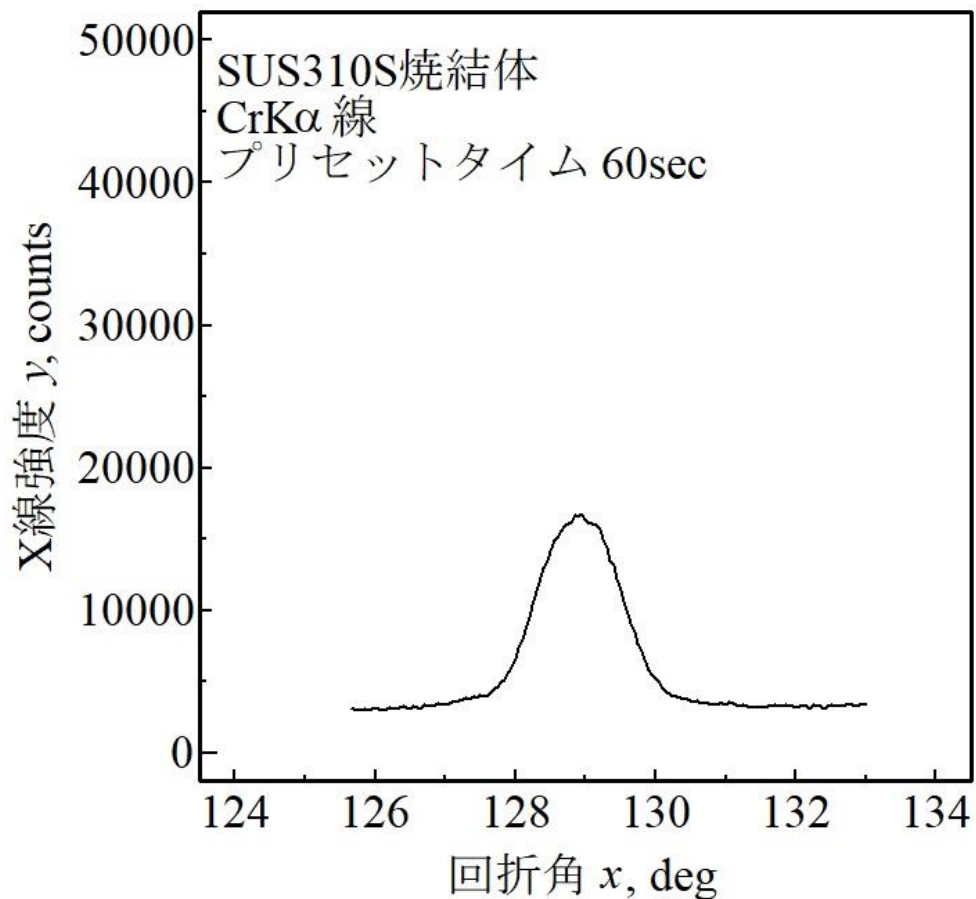


図6 SUS310S 焼結体の CrK α 線による回折線 (回折角 129deg 付近)

次に、SUS430 と SUS310S の混合粉末の焼結体について、回折線を測定した結果の一例を図7と図8に示します。図7に見られるピークは α 相の (211) 面のもので、図8のピークは γ 相の (220) 面のものとなります。

このような回折線から求めた三個の焼結体のオーステナイト定量値を表3に示します。表においてオーステナイト配合率（見込み）は、焼結体中の SUS310S が全てオーステナイト組織であるとみなして、SUS310S の混合率と、SUS430 および SUS310S の密度¹⁾ ($7.7 \times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$ および $7.98 \times 10^{-3} \text{kg/cm}^3$) から求めた計算値です。また、表中の X 線回折による定量値には、10 箇所の平均値とばらつきを表す t 分布の 95% 信頼区間を示しました。X 線回折による定量値は、90:10 焼結体では見込み値より小さく、95:5 と 80:20 焼結体では見込み値に信頼区間の範囲で一致していることが分かります。

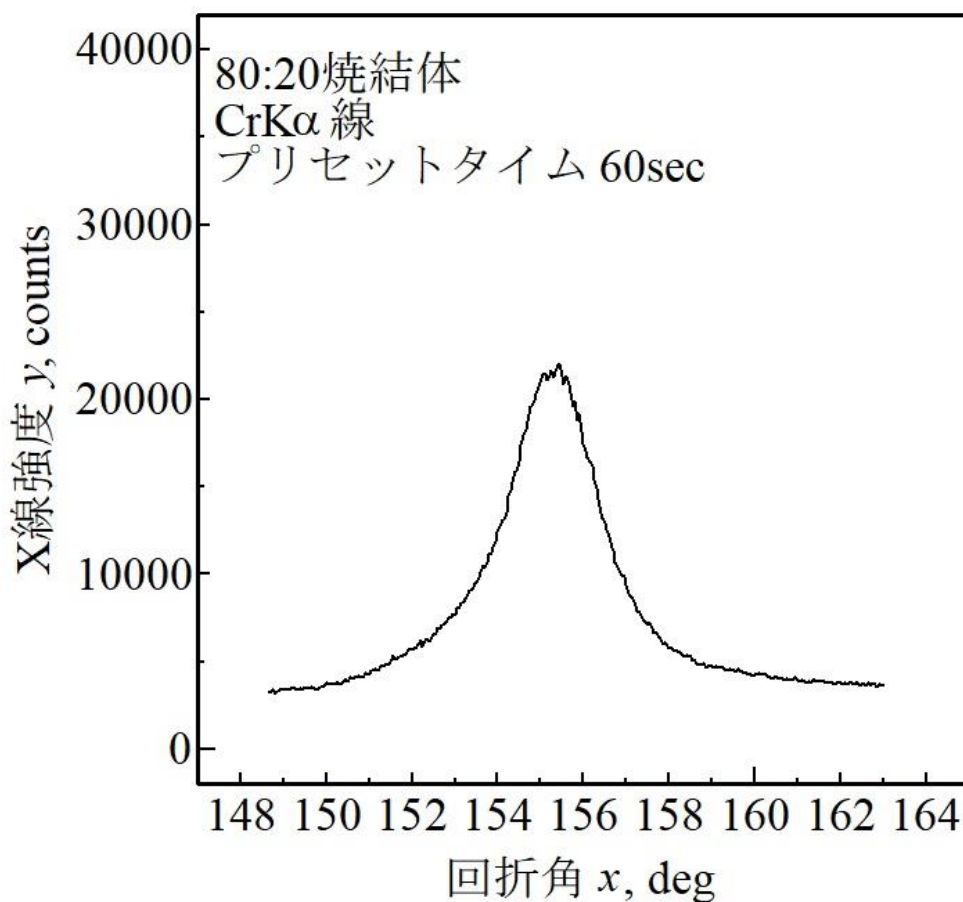


図7 80:20 焼結体の CrK α 線による回折線

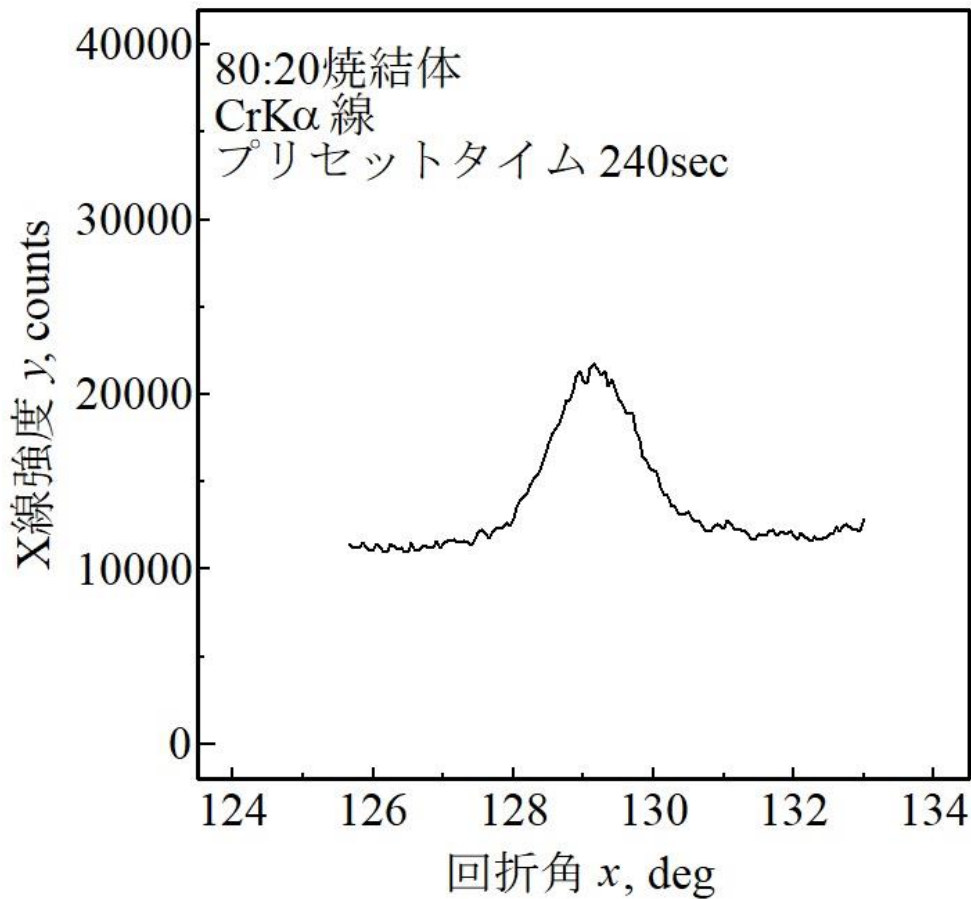


図8 80:20 焼結体の CrK α 線による回折線

表3 焼結体の X 線回折による定量値と 95%信頼限界

| 焼結体 | SUS310S の 混合率, wt% | オーステナイト配合率 (見込み) , vol% | X 線回折による 定量値, vol% |
|-------|-----------------------|----------------------------|-----------------------|
| 95:5 | 5.0 | 4.8 | 4.9 \pm 1.2 |
| 90:10 | 10.0 | 9.7 | 8.5 \pm 1.0 |
| 80:20 | 20.0 | 19.4 | 20.1 \pm 1.5 |

文献

1)ステンレス協会編, ステンレス鋼便覧-第3版-, pp.1427-1428, (1995), 日刊工業新聞社.

問い合わせ：新潟県工業技術総合研究所

中越技術支援センター 齋藤 雄治

TEL：0258-46-3700 FAX：0258-46-6900