

# SUS310S と SUS430 の混合粉末を用いたオーステナイトの定量について

## 1. はじめに

X線回折による残留オーステナイトの定量は、マルテンサイト相 ( $\alpha$  相) とオーステナイト相 ( $\gamma$  相) の回折 X 線強度分布 (以降、回折線と呼びます) の積分強度と定数から求める方法 (直接比較法) が知られています。この方法から得られる定量値は、用いる定数 (K 値<sup>1)</sup>) や回折線の積分強度を求める回折角の範囲によって変わるため、得られた値の妥当性を検証するための標準試料があると便利です。ここで、オーステナイトの標準試料は National Bureau Standards<sup>2)</sup> などが知られていますが、国内において標準試料は販売されていないようです。

ここでは、文献<sup>3)</sup> で紹介されているフェライトとオーステナイトの混合粉末の測定を参考にして、種々の割合で混合させた SUS430 と SUS310S の粉末について、オーステナイトの定量を試みました。

## 2. 実験

### 【実験条件】

実験には市販の SUS310S と SUS430 の粉末を用いました。粉末の 50% 粒径は SUS310S が  $9\mu\text{m}$ 、SUS430 が  $10\mu\text{m}$  です。これらの粉末のミルシートから Cr 当量および Ni 当量を計算したところ、SUS310S は 25.96 および 21.41、SUS430 は 17.48 および 1.14 となりました。これらの値をシェフラの状態図<sup>4)</sup> に当てはめると、SUS310S はオーステナイト ( $\gamma$ ) 相 + ごく少量のフェライト ( $\alpha$ ) 相が存在し、SUS430 はフェライト ( $\alpha$ ) 相のみが存在することが予想されます。

実際に、CrK $\alpha$  線でこれらの粉末の回折線を測定した結果を図 1~図 4 に示します。ここで、CrK $\alpha$  線で回折線を測定すると、 $\alpha$  相は回折角 156deg 付近に (211) 面のピークが見られ、 $\gamma$  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。これと図 1~図 4 を比較すると、SUS310S には  $\alpha$  相のわずかなピークと  $\gamma$  相の大きなピークが見られるため  $\gamma$  相とごく少量の  $\alpha$  相からなり、SUS430 には  $\alpha$  相の大きなピークのみが見られるため  $\alpha$  相のみからなるという、上記の予想は正しいことが確認できます。なお、SUS310S の  $\alpha$  相と  $\gamma$  相の回折線から得られたオーステナイト定量値は、3 回の平均値で 98.5vol% となりました。

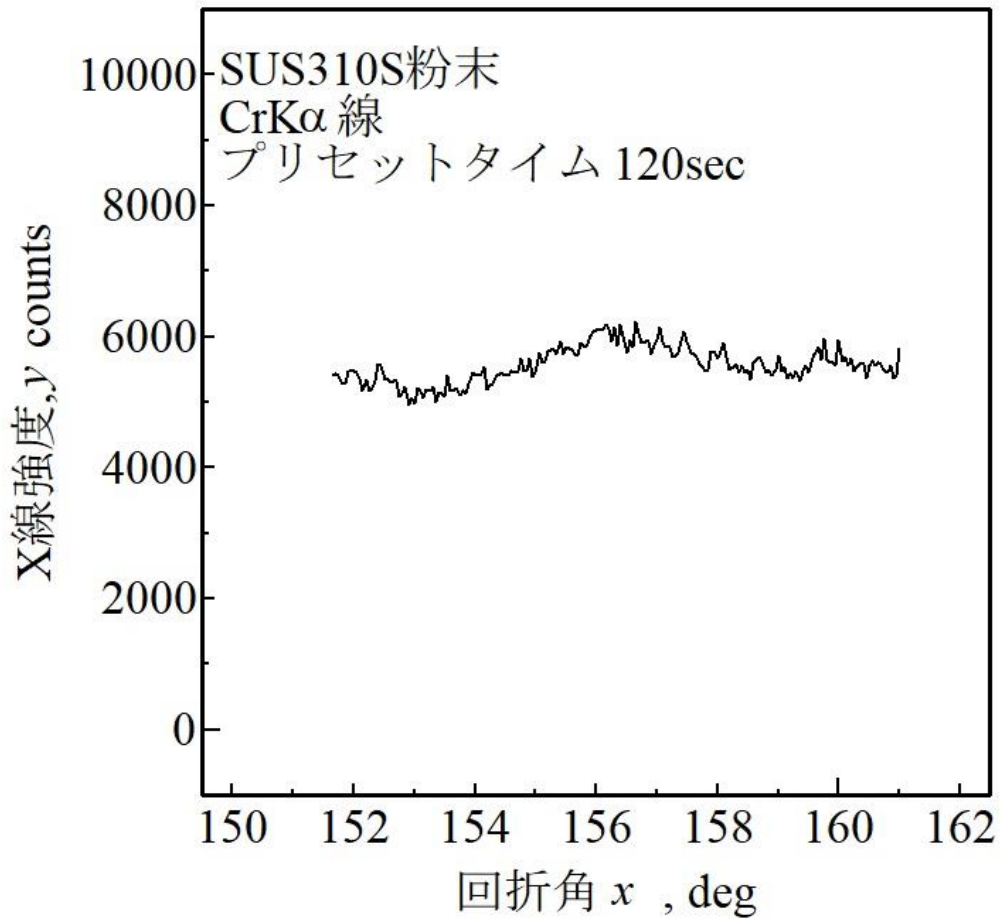


図1 SUS310S 粉末の CrK $\alpha$  線による回折線 (回折角 156deg 付近)

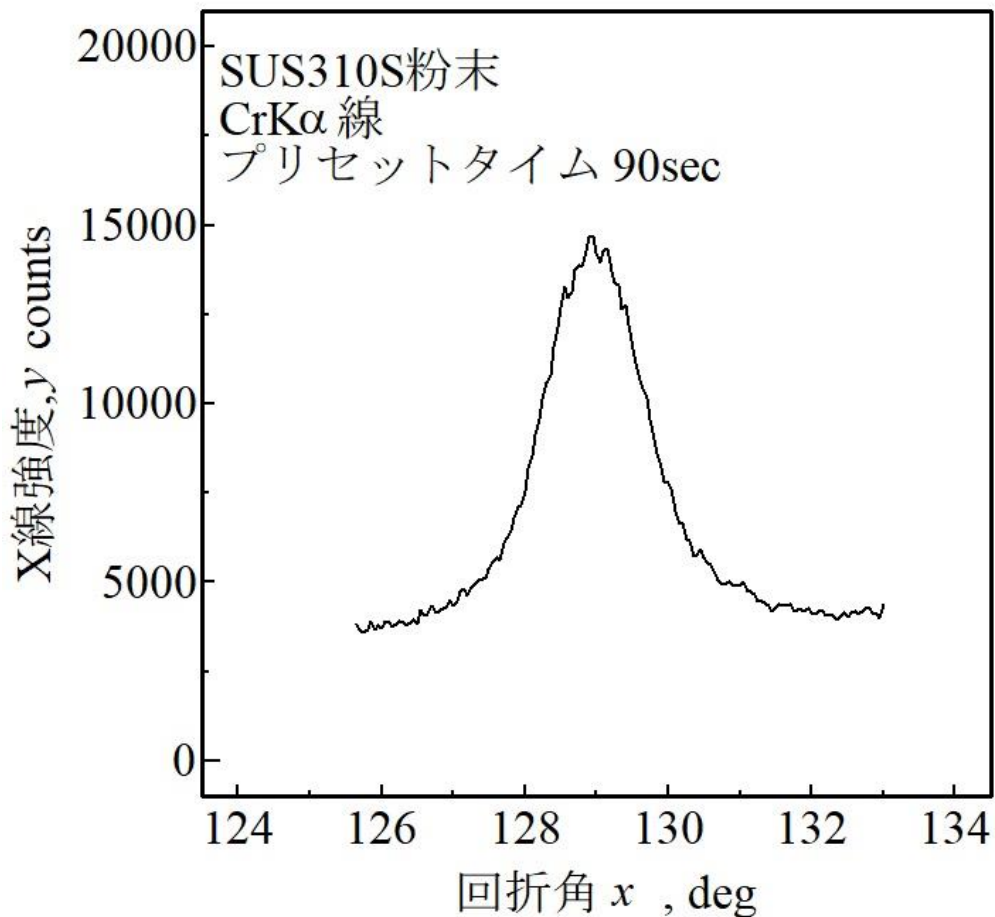


図2 SUS310S 粉末の CrK $\alpha$  線による回折線 (回折角 129deg 付近)

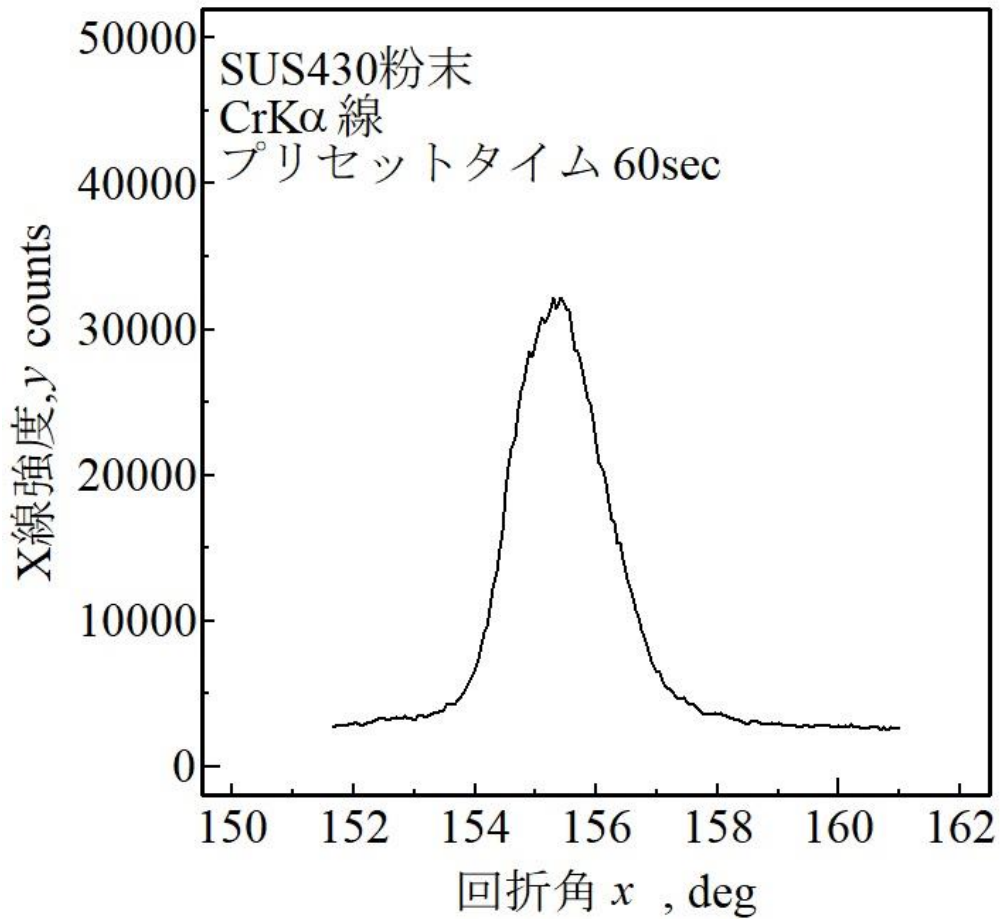


図3 SUS430 粉末の CrK $\alpha$  線による回折線 (回折角 156deg 付近)

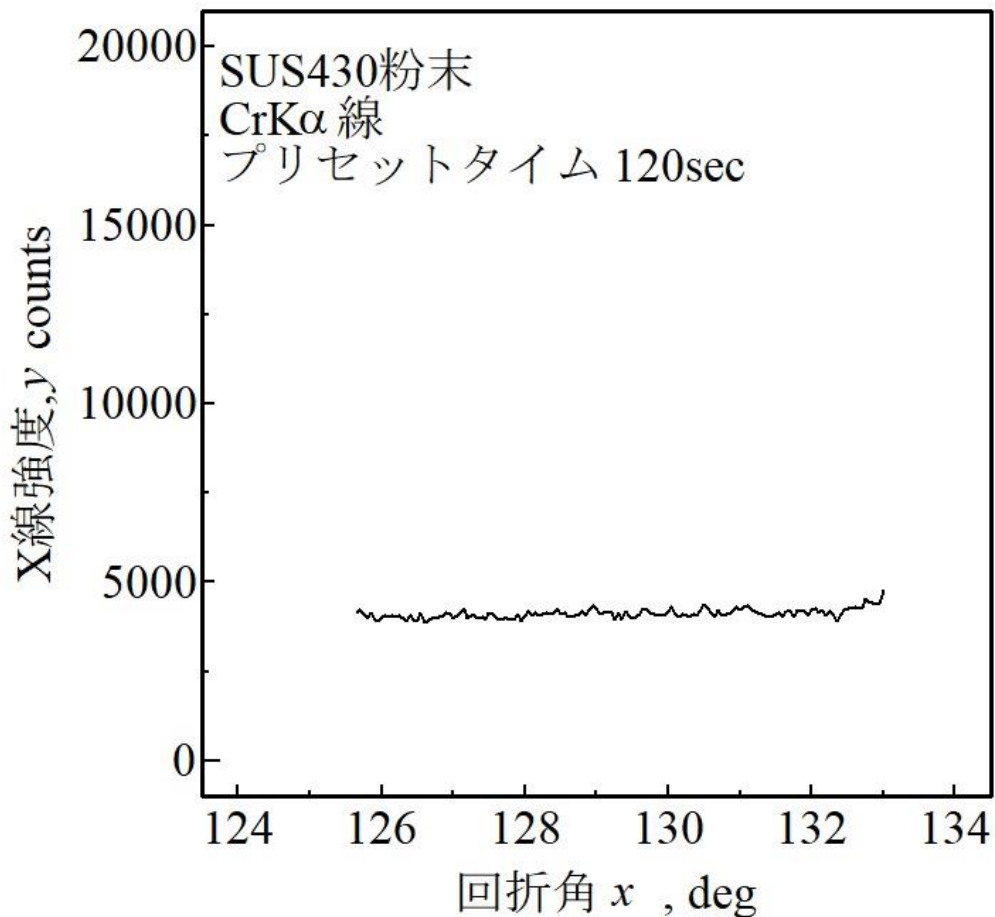


図4 SUS430 粉末の CrK $\alpha$  線による回折線 (回折角 129deg 付近)

このような相をもつ SUS310S と SUS430 の粉末について、SUS310S の配合率を 10、20、30、・・・、80、90wt%となるように調合したものを試料としました。この配合率を SUS310S および SUS430 の密度 7.98 および 7.70 ( $\times 10^{-3}\text{kg/cm}^3$ )<sup>5)</sup> を使って wt% から vol% に変換し、さらに上記で得られた SUS310S 粉末のオーステナイトの定量値 98.5% を使って試料のオーステナイト量 (vol%) を求めました。その結果を表 1 に示します。以下の実験では、試料のオーステナイト量と X 線回折によるオーステナイト定量値を比較しています。

X 線回折による測定は、(株)リガク製 X 線応力測定装置 PSPC-MSF-3M を用いて、CrK $\alpha$  線で  $\alpha$  相の (211) 面と  $\gamma$  相の (220) 面の回折線を表 2 の条件で行いました。プリセットタイムは、 $\alpha$  相は 60~120s、 $\gamma$  相は 60~240s の範囲にとりました。各試料とも 10 箇所についてオーステナイト定量を行い、平均と標準偏差を求めました。

ここで、オーステナイト定量値には回折線の積分範囲や K 値が大きく影響します。回折線の積分範囲については、回折線のすそ野付近にある隣接する低強度のピークをできるだけ拾わないように決めました。また、K 値については、あらかじめ測定した SUS430 粉末の (211) 面の回折線ピーク位置と SUS310S 粉末の (220) 面の回折線ピーク位置を使って、文献<sup>6)</sup> から算出しています。このようにして求めた回折線の積分範囲 ( $\alpha$  相: 152~160deg、 $\gamma$  相: 126.5~132deg) と K 値 (0.27) をオーステナイト定量に用いました。

表 1 試料のオーステナイト量

SUS310S の配合率		試料のオーステナイト量
(wt%)	(vol%)	(vol%)
10.0	9.7	9.5
20.0	19.4	19.1
30.0	29.3	28.8
40.0	39.1	38.6
50.0	49.1	48.4
60.0	59.1	58.3
70.0	69.2	68.2
80.0	79.4	78.2
90.0	89.7	88.3

表2 X線回折によるオーステナイト定量の測定条件

	$\alpha$ 相	$\gamma$ 相
K $\beta$ フィルタ	V	
管電圧	30 kV	
管電流	10 mA	
コリメータ	2×2 mm	
回折面	(211)	(220)
$\sin^2\psi$	0	
2 $\theta$ 角	151.0-161.0 deg	125-133 deg
ステップ角	0.05 deg	

【実験結果】

各試料について、X線回折によるオーステナイト定量を行った結果を示します。図5に、種々のオーステナイト量  $\gamma_{\text{powder}}$  に対するオーステナイト定量値  $\gamma_{\text{X-ray}}$  を示しました。図には、各試料の10か所の定量値の平均値を○で、t分布による95%信頼区間をエラーバーでそれぞれ示しました。図に示した  $\gamma_{\text{X-ray}} = \gamma_{\text{powder}}$  の直線上に定量値が乗っていることから、X線回折によるオーステナイト定量値は試料のオーステナイト量とほぼ一致する結果が得られました。

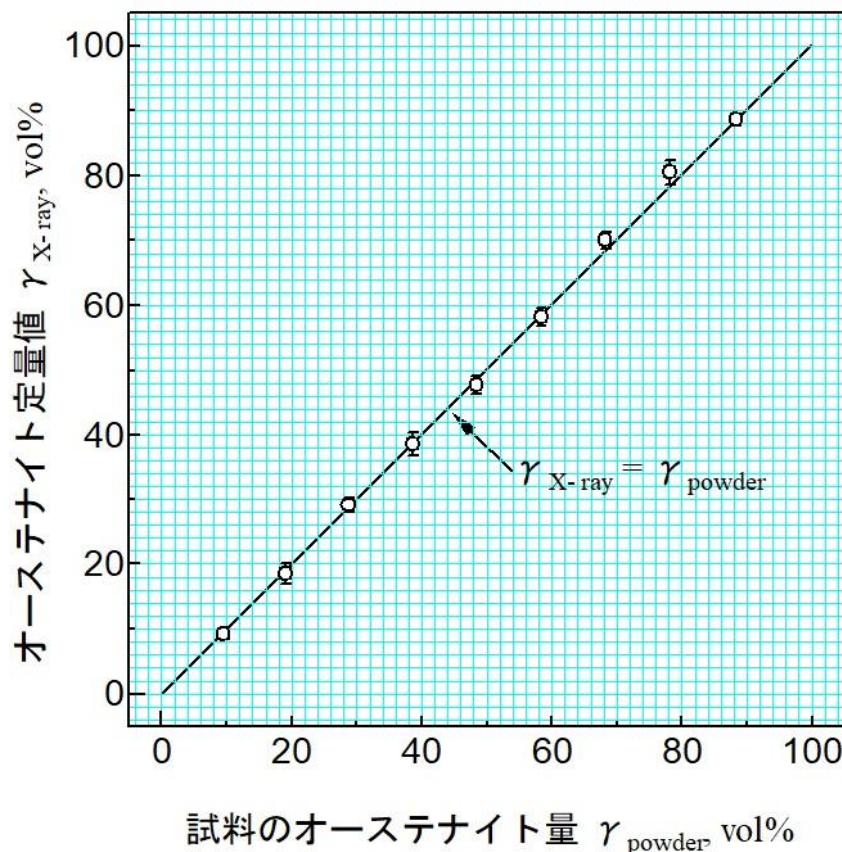


図5 試料のオーステナイト量に対するX線回折によるオーステナイト定量値

## 参考文献

- 1) 例えば 円山, 熱処理, 17 巻 4 号(1977), 198-204 ページ
- 2) 例えば G. E. Hicho and E. E. Eaton, A Standard Reference Material Containing Nominally Five Percent Austenite (SRM 485A), NBS Special Publication 260-76 (1982)
- 3) 内藤, 残留オーステナイトの測定用標準片, 熱処理, 17 巻 4 号(1977), 211-214 ページ
- 4) 例えば 田中編, JIS 使い方シリーズ ステンレス鋼の選び方・使い方 改訂版, 2010 年, 29 ページ
- 5) ステンレス協会編, ステンレス鋼便覧 第 3 版, 1995 年, 1427-1428 ページ
- 6) 高橋, X 線回折法による残留オーステナイトの定量と炭素濃度測定, 東北工業技術研究所 技術資料, 第 23 号( 1999), 130-138 ページ

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