

(301) 塗素化-真空昇華法による酸化物率の在物定量法.

(鋼中非金属の在物定量法に関する研究一Ⅱ)

神戸製鋼所 中央研究所

成田貴一, 宮本 駿

○松本 洋

1. 緒 言

鋼中非金属の在物定量法に関する研究の一環として、前報に引続ぎ 直接塗素化-真空昇華法による酸化物率の在物定量法について検討を行つた。

該科の直接塗素化-真空昇華法では、炭化物、窒化物をうじて塗化物などの分解、除去が 容易であり、適用範囲が比較的に広く、口渴清浄そのため操作による在物の損失がなく、しかも酸化物の抽出誤差ならびに個人差が小さい、などの長所を有してはるがゆえに、特殊な装置が不要であり、一回の処理個数が少なく、生成塗化物と酸化物を完全に分離することができやすく、また塗素とのもの互換性もなければならぬ、などの問題点を含むため、あまりおこなわれていらないのが現状である。

そこで本報ではこのような点を改良した装置を用ひて、最適塗素化条件、炭素鋼上に低合金鋼への適用性、個々の在物および析出物の反応性、などについて基礎的な検討を行つた結果を記述する。

2. 実験方法ならびに実験結果

装置は微型塗素化装置を使用した。この装置で同時に5個の試料を処理することができます。

塗素の流量は、2時間塗素化後の試料分解量および分析値、塗素の精製などの要より、 450 ml/min とし、塗素化温度は分解所要時間、分析精度などをより 500°C とした。主な真空昇華条件は、温度-塗化物の昇華圧のデーターより 10^{-4} mmHg 以下で 900°C で 10 分間保持するところとした。

このよどみをうなじて塗化物はほとんど完全に除去できることを確認した。

在石真空昇華に関しては、塗化物の著激な酸化を伴う昇華、ヒート・ショックなどによく在物が不定形変性とともに解散しやすいため、昇温速度を遅くすることあるいは試料を前にて熱処理し、塗化物を活性化しておくことによって避けられる。

上述の条件下で、炭素鋼 (RS-12, SS-41, S10C, SF-60), 低合金鋼 (SCM-21, SCr-4, SNCM-2, SNC-2) について酸化物率の在物の抽出ならびに定量を行った結果、(1) SiO_2 , Al_2O_3 は鋼種か如何にかかわらず完全に抽出できること、不安定とされる FeO 成分が比較的安定に抽出できること、(2) MnO は完全に分解するが比較的不安定な Mn Oxide や Silicate など存在する MnO 成分はかなり抽出できること、(3) Cr の炭化物は完全に除去できること、(4) アルカリや錯化物等などによる残渣の処理は必要としないこと、などを確認した。

また單純系試料による検討結果によれば、従来塗素に対する比較的不安定であると稱される TiN , ZrN , ならびに AlN などは、ほぼ完全に分解、除去できることを認めた。

在石塗素化反応によく在物の組成ならびに形態の変化とX線回折、顕微鏡などによつて調べられ。