

(266) Na-アルコラート添加、ヨウ素メタノール法によるリムド鋼中の 酸化物系介在物の抽出分離法

八幡製鐵所 技術研究所 工師 武井格道 O 島田春夫
大羽信夫

1. 緒 言

リムド鋼中の酸化物系介在物の抽出分離法としては、現在主としてヨウ素メタノール法が用いられているが、この方法を用いる場合は、とくに (Mn, Fe)O のような化学的に不安定な酸化物の分解が著しく、真空溶融法による酸素分析値に比較して低値をしめしていた。したがってこれら化学的に不安定な酸化物の溶失を防止するための検討を行ない、あらたにヨウ素メタノール溶液中に少量の Na-アルコラートを添加することによってこれら (Mn, Fe)O を完全に地鉄から分離する方法を見出した。

2. 実験方法ならびに結果

(1) 供 試 料

実験に供したリムド鋼の化学組成は第 1 表にしめす通りである。

第 1 表 試料の化学組成

(2) Na-アルコラート溶液の調製

金属 Na 1 g をメタノール 100 ml に溶解し、ポリエチレン製瓶にうつし、ソーダライムを付した栓をして保存した。

C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	O (%)
0.07	0.01	0.34	0.011	0.014	0.027

(3) 基礎実験

ヨウ素メタノール溶液中に添加する Na-アルコラート溶液の添加量は、1 ml で充分効果が認められ、MnO の溶失が防止できた。この際、ヨウ化鉄の一部が分解し、水酸化鉄を生ずるが、この沈澱はクエン酸ナトリウム水溶液 (2%) で洗浄すれば容易に溶解し去ることができる。なお洗浄液にクエン酸アンモニウムや、酒石酸ナトリウム溶液を使用すれば、FeO, MnO がかなり溶失することがわかった。試料の溶解温度については 60~70℃ でほぼ一定した分析値がえられ、50℃ 以下では、セメントイトや硫化物の分解が不完全となる。また試料の分解後の攪拌時間は 60℃, 70℃ のいずれの温度においても、1~3 時間の間ではほとんど分析値に変化は認められなかった。

(4) リムド鋼中の酸化物系介在物の抽出分離操作概略

あらかじめ Na-アルコラート溶液 1 ml を加えて調製したヨウ素メタノール溶液 (I₂ 1.4%) を溶解フラスコにとり、アルゴンガスを通気して脱空気したのち、試料約 5 g および回転子を投入し、環流冷却器を付したキャップをはめ、約 70℃ の湯浴中で攪拌溶解する。試料が分解したならばさらに約 1 時間以上攪拌を継続したのち、冷却し、ろ紙 (NO50) でろ過する。残サはメタノールで洗浄したのち、クエン酸ナトリウムで 3~4 回、水で 1~2 回洗浄し、以下分析に供する。

(5) リムド鋼の熱処理温度と介在物分析値との関係調査

本法で実際試料の分析を行なった結果、

第 2 表 熱処理温度と介在物分析値との関係

真空溶融法の酸素の分析値とよく一致した結果がえられたので、ついで第 1 表のリムド鋼試料をアルゴンガス雰囲気中で 600~1100℃ の各温度で 24 hr 保定後水冷し、これより分析試料を採取して、本法により介在物の分析および真空溶融法により酸素の分析を行なった。

その結果は第 2 表にしめすように、700℃ と 800℃ の間 ($\alpha \rightarrow \gamma$) で FeO, MnO が

減少する傾向が認められ (Mn, Fe)O がこの温度範囲で変化することが推定された。

熱処理温度 (°C)	残サ中の各成分 (鋼中%)					介在物 O (%)	VF 法 O (%)	VFO%-介在物 O (%)
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	残留率 S			
600	0.0018	0.0024	0.0337	0.0732	9.30	0.0259	0.0273	0.0014
700	0.0026	0.0028	0.0342	0.0720	8.90	0.0262	0.0276	0.0014
800	0.0023	0.0028	0.0260	0.0654	8.20	0.0228	0.0278	0.0050
900	0.0024	0.0024	0.0280	0.0570	4.30	0.0213	0.0273	0.0060
1000	0.0016	0.0024	0.0217	0.0630	6.60	0.0207	0.0273	0.0066
1100	0.0028	0.0033	0.0280	0.0664	1.82	0.0236	0.0281	0.0045