

(411) ブロック試料打抜き・電解研磨による鋼中酸素と窒素の分析

日本钢管株京浜製鉄所 ○高橋隆昌 近藤隆明 濑野英夫

1 緒言

鋼の清浄化の進展とともに鋼中酸素の微量域の分析が一段と必要とされてきている。しかしながら現状の分析においては分析試料の不健全さ、分析試料調製方法のあいまいさ等の要因によって、分析の精度や正確さは充分には満たされていない。そこで筆者らは酸素分析の精度向上のためには現状の石英管吸上げ試料をブロックサンプルよりの打抜き試料にかえることで分析試料の健全性を高め、さらに分析試料調製に電解研磨法を用いることで従来の調製のあいまいさを低減する新しい手法の確立を試みた。また上記方法による窒素同時分析も試みた。

2 実験

ブロック試料を採取するためにリケン工業㈱と共同で開発したサンプラー(モールド用)の概略をFig. 1に示した。サンプラーは溶鋼採取時にホルダに挿着後、1mmHg以下の真空とし無酸化で試料を採取する。分析試料は、ブロック試料より円板状(3~5mm厚, 33mmØ)とした後ポンチにて打抜き(3~6mmØ)あるいは切り出し(4mm角)によって採取した。また電解研磨法は既に報告¹⁾した方法によったがこれは操作が煩雑であるので、多試料(最大12試料)を自動で調製できる装置を試作し、使用した。

3 結果と考察

- (1)通常のピン(石英管吸上げ、押し込み)試料は黒皮除去後も目視では検出しづらいようなピンホールが残ることもあり、分析用試料としては必ずしも健全とは言い難い。
- (2)従来使用されている吸引型ブロックサンプル(モールド用)及び浸漬型サンプル(炉中用)はピン試料にくらべ酸素分析値は高値となり(前者で平均約30ppm、後者で10ppm)、またSol Al値は酸素の増加が Al_2O_3 を生成したと仮定した場合の減少分だけ低値を与えることから(Fig. 2)サンプリング時に弱い酸化を受けていると推察された。したがって従来のブロックサンプルより酸素、窒素及びSol Alの分析を行なうには問題があることがわかった。

- (3)開発したブロックサンプラーによれば酸素、窒素、分析値はピン試料の値とよく一致し、本サンプラーによればガス分析が通常金属成分と同一試料で分析ができる。
- (4)試作した電解研磨装置によれば多試料をほぼ均等に研磨でき、Fig. 3で示すようにベルターレ磨後超音波存在下で2分程度研磨することによって分析値は約3ppm低値となり、分析精度(σ)は1ppmまで低減化できることがわかった。

4 参考文献

1)高橋、土田、井樋田、鉄と鋼 60、S 411 (1974)

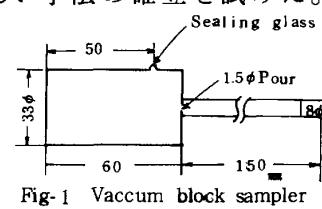


Fig. 1 Vacuum block sampler

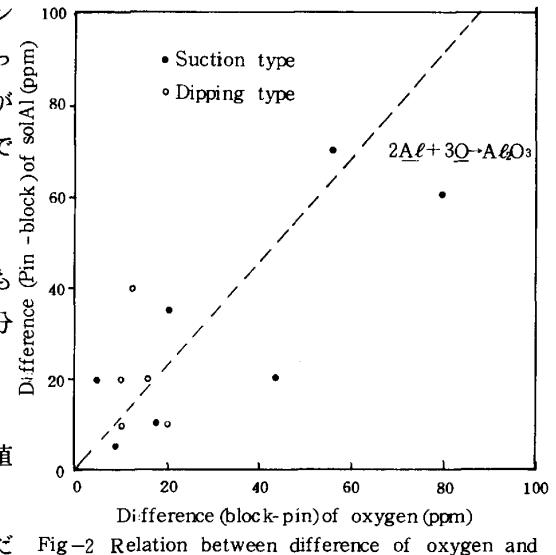


Fig. 2 Relation between difference of oxygen and difference of sol Al

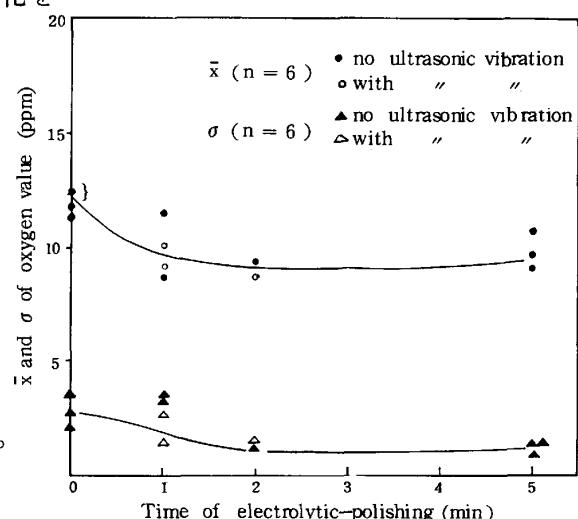


Fig. 3 Relation between time of electrolytic-polishing and mean values, standard deviations of oxygen values