

543,272/1,669,15,780
 (213) Fe-Si 合金の酸素定量について

東北特殊鋼

○杉内 昭元・松本 二郎

金属材料技術研究所 工博 郡 司 好 喜

Determination of Oxygen in Fe-Si Alloy.

No. 64375
 Terumoto SUGIUCHI Jirō MATSUMOTO,
 and Dr. Kōki GUNJI.

I. 結 言

従来 Fe-Si 合金中の酸素定量に関する研究は少なく、最近では B. MARINCEK らの研究¹⁾が見られる程度で、その分析法はまだ確立の域に達していない。しかし Fe-Si 合金は、周知のように鉄鋼その他の金属に広く使用されており、最近では球状黒鉛鑄鉄製造^{2)~4)}の主要添加合金にまで使用されるようになった。これら各種金属の溶製における Si 添加の目的は、単なる合金化にとどまらず、一般に脱酸も加味されている。なかんづく前述の球状黒鉛鑄鉄の製造においては、極度な脱酸を目的としている。著者らは、以上のことから Fe-Si 合金中の酸素定量法確立の重要性を認識し、その研究を行なった。

II. 分 析 装 置

本分析装置は、真空溶融法ガス分析装置を使用し、抽出ガスはマイクロオルザットで定量した。

III. 予 備 実 験

予備実験に使用した試料は 2~4 メッシュの粒状試料で、試料重量は 0.3g~0.5g である。分析温度は 1500°C~1900°C で行なった。

i) 鉄浴、ニッケル浴使用分析法

浴使用による実験を行なったが、分析値に再現性がなく、満足する結果はえられなかった。分析後、試料を取り出し、ルツボ内試料表面を観察したところ Photo. 1 (A) に示すように、ガラス状物質で、試料表面がおおわれていた。このような現象については、黒鉛の接触が不十分なため、湯表面に SiO₂ 皮膜が発生すると報告されている⁵⁾。著者らは、SiO₂ 皮膜の発生を防止する目的で、黒鉛チップを投入して分析したところ、Photo. 1 (B) に示すように、Photo. 1 (A) の表面とは全く異なった浴面を観察した。さらに(A)、(B)表面から試料を採取して、X線回折を行なったところ、(A)においては SiO₂ の存在が認められたが、(B)においてはその存在を認めることはできなかった。

ii) 浴表面黒鉛チップ投入分析法

前項の結果から、黒鉛との接触面積を十分与えること

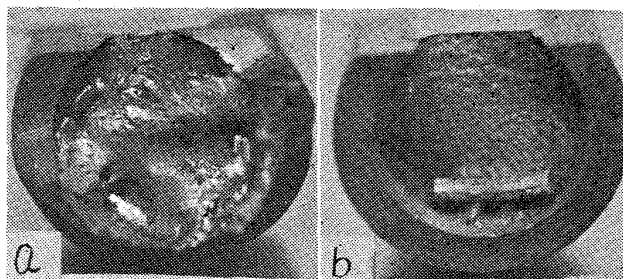


Photo. 1. a) : Case without carbon chip.
 b) : Case with carbon chip.

によつて SiO₂ 皮膜によるガス抽出率低下の問題が解決できると推定し、ニッケル浴において、投入試料と同量の、前もつて脱ガス処理を行なった黒鉛チップを投入しつつ分析を行なった。この結果、連続 2 回目まで分析値に差がない結果が得られるようになったが、2 回以後に投入する試料については、まだ信頼できない値を示した。この原因としては、ニッケル浴の蒸着物により、黒鉛チップが汚れ、十分な接触効果が得られていないものと推定した。

IV. 本実験分析法

前項の結果から、ニッケル浴の存在は、むしろ、試料と黒鉛チップの接触効果を妨げると考えられたので、黒鉛チップのみを使用して分析を行なうこととした。この方法は、前もつて黒鉛チップを充填しておき、その上に試料を投下する方法で、試料は溶融して黒鉛チップ層を浸透流下するので、黒鉛チップとの間に十分な接触効果が得られる。

i) 供試料

実験に使用した試料内容は、A-1~8, B-1~8 Fe-Si 合金で、成分は Table 1 に示す。各試料は、ブロック状の Fe-Si 合金から採取した試料で、ブロック上下面のスラグなどの付着物を除去した上、その上層部、中間部、下層部の位置から採取して試料とした。

ii) 分析方法とその検討

2mm 角状の黒鉛チップを、ルツボ内深さの 1/2 程度まで充填したのち、脱ガス処理を 2000°C で行ない、完了後、試料を投入してガス抽出を行なう。この後、常に清浄な黒鉛と接触させる目的で、試料と交互に試料重量と同量の黒鉛チップを投入する。

(1) 再現性の検討

Table 1 の A-4 試料を検定試料として、その試料ブロック中心部から採取し、これを 2 分して、塩素法と比較する試料とした。検討結果は Fig. 1 に示す。なをこ

Table 1. Chemical composition of specimens. (%)

No.	C	Si	Al	Ca	No.	C	Si	Al	Ca
A-1	0.02	76.40	0.13	2.07	B-1	0.04	75.40	2.05	0.32
// 2	0.01	76.80	0.19	2.34	// 2	0.06	63.40	1.27	0.16
// 3	0.01	77.20	0.15	1.86	// 3	0.03	76.48	0.51	0.05
// 4	0.02	76.60	0.11	1.60	// 4	0.04	75.27	1.18	0.16
// 5	0.02	65.00	0.20	2.37	// 5	0.03	77.36	2.25	0.53
// 6	0.02	58.10	0.26	5.28	// 6	0.02	75.24	1.23	0.26
// 7	0.02	59.00	0.24	4.20	// 7	0.15	75.76	1.98	0.26
// 8	0.03	62.40	0.41	2.34	// 8	0.35	77.77	2.23	0.58

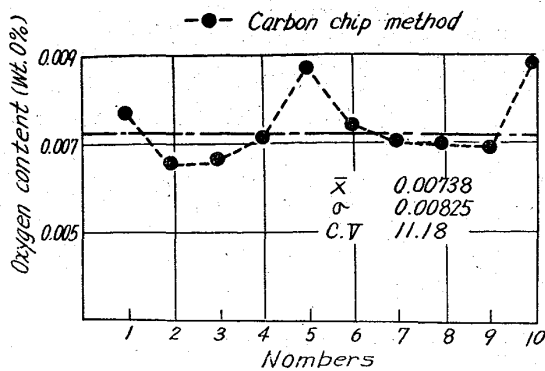


Fig. 1. Reproducibility test of carbon chip method.
Chlorinemethod 0% 0.0067.

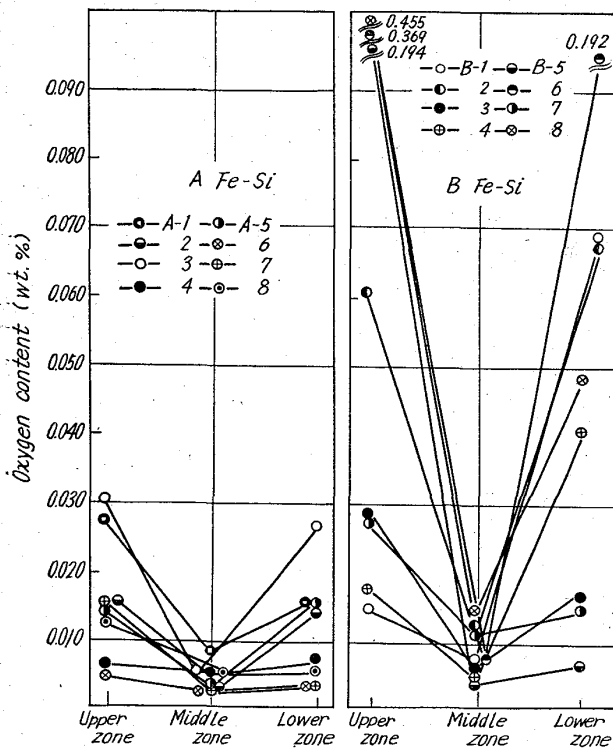


Fig. 2. Oxygen distribution of B ferro-silicon and A ferro-silicon.

の検討値は、実験ごとに得られた分析値の中から、ランダムに取って検討したものである。この結果、再現性もよく、塩素法の分析値ともよく一致し、連続分析個数も6~9個となった。

(2) 分析温度と試料重量の検討

分析温度を 1500°C, 1700°C および 1800°C の3水準、試料重量は 0.3g, 0.5g および 0.7g の3水準として、これらの因子の影響を調べた。

その結果 1700°C および 1800°C の分析温度においては試料重量 0.3g の場合が収量、再現性ともよいことがわかった。

(3) 試料における酸素の偏析

試料ブロック別に、各上層部、中間部および下層部より採取し、採取場所別に分析した。この結果 Fig. 2 に示す結果が得られ、各試料に含有する酸素は、一般に上

Table 2. Comparison of oxygen in the vacuum fusion method and the chlorine method for Fe-Si reproducible.

Sample No.	Vacuum fusion method 0%	Chlorin method 0%
A-1	0.018	0.019
// 2	0.015	0.011
// 3	0.025	0.021
// 4	0.006	0.007
// 5	0.005	0.011
// 6	0.003	0.005
// 7	0.007	0.007
// 8	0.008	0.011
B-1	0.039	0.043
// 2	0.113	0.093
// 3	0.025	0.023
// 4	0.042	0.079
// 5	0.108	0.142
// 6	0.123	0.103
// 7	0.025	0.028
// 8	0.118	0.155

下層部で多く、中間部で少ないことがわかった。

(4) 試料粒度の検討

本分析法においては、粒状試料を使用するので、粒度別に区分して分析を行なった。この結果、粒度 4~20メッシュの範囲においては、粒度によるバラツキはなかつた。

(5) 塩素法との分析比較

本分析法による分析酸素値と、塩素法による酸素値を比較するため、上層部、中間部および下層部の各場所から、規定条件にしたがつて採取し、分析比較した。この結果 Table 2 に示すように、塩素法による値とほぼ一致した。

V. 結 言

以上のように、Fe-Si 合金中の酸素定量法の研究を行ない、工業的精度で再現性のある方法を見いだした。しかし Al, Ca などの混入元素の影響や、試料と所要黒鉛チップとの重量比などの研究がまだ充分でないので、これらについてはさらに研究を続けたい。

文 献

- 1) B. MARINEK, R. LIMPACH: Kongress-Vorträge (27. International Giesserei-Kongress Zürich (1960), p. 153~165
- 2) 音谷, 丸山, 松本, 和泉, 柏原: 鋳物, 36(1964) 4, p. 161~165
- 3) 音谷, 丸山, 松本, 和泉: , 鋳物, 36(1964) 4, p. 162~164
- 4) 音谷, 丸山, 松本, 和泉, 柏原: 鋳物, 36(1964) 4, p. 164~165
- 5) 的場, 万谷: 分析化学, 5 (1956) 3, p.171~188