

早稲田大学理工学部

工博 加藤 栄一
○ 福部 義人

金属を真空溶融した際に放出される分子種を追究するために、質量分析計のイオン源に近接して $0.3\text{mm}\phi$ のタンクステン線を直径 $3\text{mm}\phi$ 長さ 4mm のルツボ状に巻き、アルミナ被覆した抵抗加熱装置をつけ、その中で試料を溶解し質量スペクトルを得た。加熱装置は一度真空加熱脱ガス後、試料を入れイオン源につけ排気した後、分析管内の真空度が 10^5mmHg 以上にならないように徐々に加熱した。質量スペクトルの記録は溶融直前から始め、各温度にてペン記録計を用いて $m/e = 10 \sim 100$ の範囲で行なった。試料の温度は分析管につけたガラス窓を通して光高温計を用いて測定した。今回の実験における温度範囲は $1000 \sim 1400^\circ\text{C}$ の間であった。測定条件は多くの場合、電子加速電圧 70V 、イオン加速電圧 1000V 、全電子電流 0.3mA 、貫通電子電流 20mA 、フィラメント電流 30A であった。試料は Fe-C-Si-S 合金では、組成の知られた筆石鉄、金属ケイ素と結晶イオウ(特級)を配合し、Fe-C-S 合金では電解鉄、黒鉛と結晶イオウ(特級)を配合し、それぞれタンマン炉にて溶解し、 $2\text{mm}\phi$ の石英管で

吸い上げ、その一部約 100mg を質量分析計内の炉に挿入した。組成は Fe-C-Si-S 合金は C: 3.42% 、Si: 2.73% 、S: 0.51% 、Fe-C-S 合金は C: 2.70% 、S: 1.92% であった。実験結果は以下のようになった。ちなみに Fe-C-Si-S 合金では質量スペクトル中に、 S^+ 、 Si^+ 、 CS^+ 、 SiS^+ が見出された。(Fig. 1) このことからこの合金の脱硫は $\text{S} = \text{S}(\text{g})$ 、 $2\text{S} = \text{S}_2(\text{g})$ 、 $\text{C} + 2\text{S} = \text{CS}_2(\text{g})$ 、 $\text{Si} + \text{S} = \text{SiS}(\text{g})$ の反応により行なわれると考えられる。これらのうちで SiS^+ はイオン強度が他のイオンに比し大きかった。これは熱力学データによる SiS の蒸気圧が非常に高いことと一致している。また上記のイオンのほか高温 (1300°C 以上) では SiS^+ が見出された。Fe-C-S 合金では S^+ 、 Si^+ 、 CS^+ 、 CS_2^+ が見出された。(Fig. 2) このことからこの合金の場合においては脱硫は $\text{S} = \text{S}(\text{g})$ 、 $2\text{S} = \text{S}_2(\text{g})$ 、 $\text{C} + \text{S} = \text{CS}(\text{g})$ 、 $\text{C} + 2\text{S} = \text{CS}_2(\text{g})$ などの反応によって行なわれると考えられる。またイオン強度は S^+ が最大で他のイオン強度はとれに比較して小さかった。

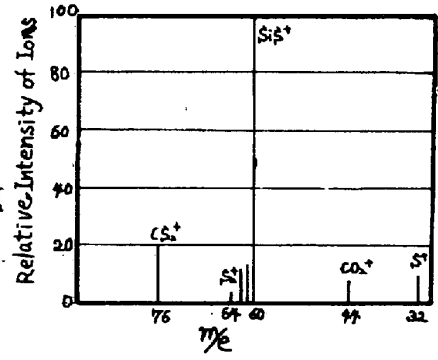


Fig 1 Mass Spectrum of the vapor from Fe-C-Si-S melt at 1170°C .

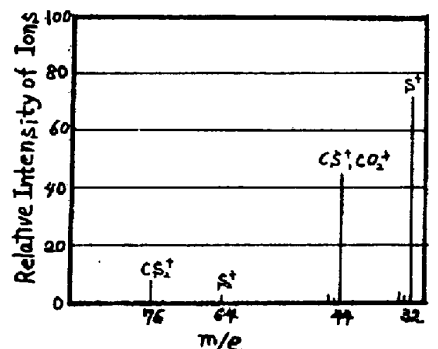


Fig 2 Mass Spectrum of the vapor from Fe-C-S melt at 1110°C .