

川崎製鉄

技術研究所

吉田良雄

○船橋佳子

神野義一

1. 緒言

ほう素系析出物の状態分析の一環として赤外線吸収スペクトル法による鋼中BNの定量が神森ら¹⁾及び松本ら²⁾により試みられたが、スペクトル測定妨害となるFe₃C及びろ過に使用するフィルターの処置など解決すべき多くの問題点が残されている。演者らは電解法により鋼中のBNを抽出し、電解残さに共存するFe₃Cの分解方法及びフィルターを低温灰化する方法について検討し、精度、再現性とも良好なBNの分析方法を確立した。

2. 実験と結果

- (1) 検量線は波数1390cm⁻¹付近のBNの赤外吸収スペクトルの吸光強度(面積法)を求めて作成する。
- (2) 電解法抽出残さに共存するFe₃Cは、4%サリチル酸-2%塩化リチウム-メタノール溶液(SA系溶液と略記)に浸漬して分解する。Fe₃C粒子が粗大で難溶性の場合には、棒磁石の先端に白金キャップを介して残さを磁着させ、10%アセチルアセトン-1%テトラメチルアンモニウムクロライド-メタノール溶液(AA系溶液と略記)中で定電位電解法により通電して分解する。両法による結果は表1に示すようにBN定量値に差はなかつた。
- (3) 試料溶解残さのろ過採集に用いる有機質マイクロフィルターを灰化するため、空气中で灼熱灰化した場合、BNの一部が酸化して低値を示した。このため、低温灰化装置を用いて水素プラズマ雰囲気中で灰化することを試み、BNの酸化もなく良好な結果が得られることを見出した。(表2参照)
- (4) Fe-B-N 3成分系実験鋼(B 0.0047%, N 0.0056%)を用い、硫酸(1+6), 90℃溶解法による残さについてB, N及びBNをそれぞれ定量し、N定量値をBに換算(化学種をBNと仮定)し、BN定量値からBを計算した結果、これらの値はB定量値とよく一致した。
- (5) Fe-B-N 3成分系(B 0.0047%, N 0.0056%)及びFe-B-C-N 4成分系実験鋼(B 0.0055%, N 0.0034%, C 0.0044%)のBNを電解法(AA系電解液), ほう素メタノール法(室温)及び硫酸(1+6), 90℃溶解法によつて抽出し、定量した結果、前二者ではほぼ一致した値が得られ、硫酸法では低値を示した。

3. 確立した方法

鋼試料をAA系電解液を用いて定電位電解法により電解し、Fe₃CをSA系溶液に浸漬して分解し、またはAA系溶液を用いて電気分解法にて分解し、不溶の残分をニュークリポフィルター(0.2μ)でろ別採集しフィルターと共に石英るつぼに入れて低温灰化装置を用い水素プラズマ雰囲気中で灰化したのち、KBrとよく混合して成型し、赤外線吸収スペクトルの1390cm⁻¹付近の吸収帯の吸光強度を測定する。

4. 結言

本法は炭素鋼, 低合金鋼など実用鋼に適用し、満足すべき結果を得た。

表1 Fe₃Cの分解方法及BN定量値 (Fe-B-C-N系試料, 電解法抽出残さ)

鋼試料履歴	BN定量値(%)	
	電気分解法	浸漬法
1200℃×10h, WQ →650℃×15h, WQ	0.0048	0.0043
" →750℃×15h, WQ	0.0050	0.0052
" →850℃×15h, WQ	0.0052	0.0053

表2 フィルターの灰化方法及BN定量値 (Fe-B-N系試料, 電解法抽出残さ)

灰化条件		BN定量値(%)
灼熱灰化法	450℃, 50min	0.0053
	650℃, 20min	0.0053
	750℃, 20min	0.0038
	850℃, 20min	0.0015
H-低温灰化法	4.5h	0.0063

文献1) 神森, 田口, 佐藤, 黒沢: 日本金属学会誌, 32(1968)8, 779.

文献2) 松本, 山口, 岩切, 原: 鉄と鋼, 58(1972)1, 142.