

(330) 鋼中炭化チタン抽出分離定量法の管理用試料について

(株) 神戸製鋼所 中央研究所 (工博) 成田貴一

宮本 醇 山本浩太郎 ○藤本孝彦 間嶋エミ子

1. 緒言：析出物を対象とした抽出分離定量法において最も重要なことは、析出物を精度よく、かつ再現性よく抽出し定量することであり、その1つの手段として、標準試料の調製が可能であれば、抽出分離定量法の管理が可能となり、さらにその抽出分離精度の向上が期待できる。

本研究では鋼中析出物の抽出分離定量法に関する研究の一環として、炭化物の抽出分離定量における管理試料を調製する目的で溶製方法および熱処理条件を吟味した Fe-Ti-C 系試料を作製し、管理用試料としての適否ならびに標準試料としての可能性を検討した。

2. 試料および方法：実験に用いた試料は 100kVA 高周波誘導真空融解炉によって溶製した鋼塊を、さらに消耗電極式真空アーク融解炉により再溶解し、厚さ 30mm の板状に圧延したのち、所定の熱処理をおこなった。

表1 試料の化学成分組成(%)および熱処理条件

	C	Si	Mn	P	S	Al	N	Ti	O	熱処理条件
Fe-Ti-C	0.051	0.005	0.005	0.004	0.005	0.014	0.0024	0.15	0.0007	(a) 1050°C×2h→WQ, 650°C×2h→WQ. (b) 1050°C×2h→WQ, 900°C×15h→WQ.

上記の試料について、(i)一般化学成分元素の偏析を調べ、(ii)試料中の析出物を電子顕微鏡で観察するとともに、X線回折および制限視野電子線回折によって、析出物の種類と形態をあきらかにし、(iii)従来の実験結果から化合物型 Ti ならびに N の定量的な抽出が可能と考えられる数種の方法について電位電流曲線および電位の依存性などの抽出諸条件を調べ、その結果から (iv) 10% AA-1% TMAC-MeOH を用いる定電位電解法によって、ほぼ鋼塊の Top, Mid., Bot., に相当する位置の試料について試料表面より内部にわたって繰返し数 14 回の抽出をおこない化合物型 Ti および N を定量し、その定量結果を分散分析によって解析して偏析状況を調べた。

3. 実験結果

(1)析出物は、その大部分が粒状の TiC (立方晶) であり、このほか、ごくわずかに FeS, TiN および AlN が存在している。

(2)試料中の各位置における C, Ti, Al, O および N 量の変動は、いずれも適用した定量法の誤差範囲内 (2.77σ) であり、偏析は認められなかった。

(3)化合物型 Ti および N はいずれも 10% AA-1% TMAC-MeOH を用いる定電位電解法で、また化合物型 N はこれ以外の方法、たとえば 4% SSA-1% LiCl-MeOH, ヨウ素-メタノール法などでも精度よく抽出することができる。

(4)化合物型 Ti および N の抽出分離定量法における推定の標準偏差ならびに変動係数は、熱処理(a)をほどこした試料では、化合物型 Ti は $\bar{X} = 0.170\%$, $\hat{\sigma} = 0.0044$, $C.V.(\hat{\sigma} \times 100/\bar{X}) = 2.56\%$, 化合物型 N は $\bar{X} = 0.0021\%$, $\hat{\sigma} = 0.0027$, $C.V.(\hat{\sigma} \times 100/\bar{X}) = 13.1\%$, 熱処理(b)をほどこした試料では化合物型 Ti は $\bar{X} = 0.167\%$, $\hat{\sigma} = 0.0034$, $C.V.(\hat{\sigma} \times 100/\bar{X}) = 2.03\%$, 化合物型 N は $\bar{X} = 0.0020\%$, $\hat{\sigma} = 0.00019$, $C.V.(\hat{\sigma} \times 100/\bar{X}) = 9.43\%$ である。この抽出分離定量法を適用し、試料の析出物の偏析調査をおこなった結果によれば、いずれの試料についても有意差は認められず偏析は認められない。

(5)試料の溶製ならびに熱処理方法を吟味し、現状の抽出分離定量にとりうる誤差要因を考慮すれば所期の目的が果せることがわかった。