

(375) 表面積変化法を用いた鉄鋼中微量酸素の定量

東京理科大学 ○重田喜太郎 工博 菊地 正 工博 古谷圭一

1: 緒言 近年、酸素含有量の極めて少ない鉄鋼が要求され、その定量法の確立が必要とされている。試料中の微量酸素(内部酸素)をより正確に求めるためには、試料表面に存在する酸素(表面酸素)の影響を考慮する必要がある。本研究では、真空融解法を用いた表面積変化法により表面酸素と内部酸素を区別し、鉄鋼中の10 ppm以下の酸素の正確な定量を試みた。尚、試料表面処理方法は、炭化ケイ素紙研磨及び電解研磨を用いて比較検討を行い、適切な微量酸素分析の検討を行った。

2: 実験方法 実験に用いた試料は低炭素鋼であり、溶製脱ガス後10mmφに鍛造し、それぞれ8mmφ、5mmφに切削加工した棒状試料A及びBであり、

Table 1 Chemical composition. (wt %)

C	Si	Mn	Ni	Cr	P	S	Cu	Mo	Sn
<0.01	0.57	0.55	0.03	0.03	0.019	<0.003	0.01	0.03	-

その化学組成をTable 1に示した。表面処理としては、試料を水冷式高速カッターを用いて種々の比表面積のものに切断し、炭化ケイ素紙研磨(#800)と電解研磨(酢酸:過塩素酸=4:1の溶液中で5V、2分間)をそれぞれ行った後分析に供した。分析条件としては従来の検討結果より、スズ浴を用いて、ガス抽出温度を1850°Cに、ガス捕集時間を10分間とした。これより得られた結果を用いて、比表面積-酸素測定値のグラフを求め、1)直線の傾きより表面酸素量を、2)切片より内部酸素量を、それぞれ求めた。尚、分析装置は離合社製定容測圧式金属中ガス成分定量装置(SHO-II)を用いた。

3: 結果及び考察 炭化ケイ素紙研磨を行った場合、通常の真空融解法(試料の比表面積1cm²/g)の酸素測定値は10~15 ppmの値を示し、試料Aと試料Bとの間に有意な差が認められなかった。さらに同試料について、表面積変化法による酸素分析を行ったところ、Fig. 1の結果を得た。炭化ケイ素紙研磨を行った場合、A試料の内部酸素量は10.4~11.0 ppm、B試料の内部酸素量は4.8~5.4 ppmの値を示し、A試料及びB試料の内部酸素量がそれぞれ異なって求められた。又、電解研磨を行った場合、A試料の内部酸素量は10.9 ppm、B試料の内部酸素量は5.2 ppmの値を示し、炭化ケイ素紙研磨を行った場合の内部酸素量の測定値と良好な一致を示した。又、電解研磨処理を行った試料は、炭化ケイ素紙研磨を行った試料に比べ表面酸素量が小さいことがわかった。以上の結果より、表面処理によらず、表面積変化法を用いることにより正確な内部酸素量を求めらるることが明らかとなった。

4: 結言 鉄鋼中の10 ppm以下の微量酸素の定量において、異なる表面処理(炭化ケイ素紙研磨と電解研磨)にかかわらず、表面積変化法を用いて試料表面に存在する汚染酸素の影響をこうむらずに、正確な定量を行うことが可能となった。

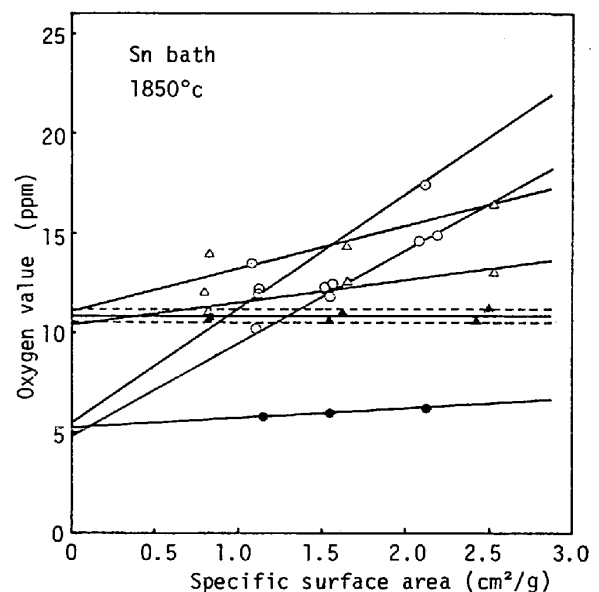


Fig. 1 Oxygen values by a surface area variation method.
 ▲ sample A, silicon carbide polishing
 ● sample A, electropolishing
 ○ sample B, silicon carbide polishing
 ● sample B, electropolishing