

日本鋼管(株) 技術研究所 ○高橋隆昌 千野 淳  
工博 井樋田 睦

1. 緒言

金属フィルターを用いる超音波濾過法により鋼中に存在する数ミクロン以上の介在物の分級技術が確立されて久しい。しかしながらそれ以下の析出物についての粒度別抽出の必要性は叫ばれつづけているものの実用的にはいまだ知られていない。そこで筆者らはマイクロフィルターを用いる超音波濾過法を数ミクロン以下の析出物に適用し、ほぼ実用化に達したので報告する。

2. 方法

用いた超音波濾過法の概略を図1に示した。装置は国際電気製超音波ふるい分け装置UB-100を用いた。分級フィルターにはニュークリポアフィルター(47mmφ, 孔径0.05~2μ)を、さらにその下にフロロポアフィルター(47mmφ, 孔径10μ)を分級フィルターの補強用として使い、ステンレス製金網ホルダーにより保持させた。なお濾過条件等については大きさの異なる数種のポリスチレン標準粒子を用いて検討し、さらにこの結果を確認するために2種類の鋼試料(Nb-N系: C=0.01%

Nb-C-N系: C=0.1%, その他Nb=0.045%, N=0.01%, Si=0.3%

Mn=0.3%を同一に含有)を熱処理し、非水溶媒電解により抽出した析出物をも使用した。

3. 結果

(1)分級フィルターとして用いたニュークリポアフィルターを電顕観察した結果、その孔径はほぼ表示孔径に等しく、ロット間、ロット内における差はほとんど認められなかった。

(2)分級フィルターを単独で超音波濾過に用いると破損するが、フロロポアフィルターにより補強するとまったく破損しなくなった。

(3)2種の標準粒子をあらかじめその量を変えて混合し、分級回収する場合、分級フィルターを通過した粒子のフロロポアフィルターへの捕捉および濾過回数にともなう洗浄溶媒(メタノール約70ml)の追加の回数の影響を調べた。(図2)その結果フロロポアフィルターに数%の粒子が捕捉されるが、これを超音波洗浄し、下段フィルターに分に加えればほぼ全量回収でき、また粒子量の増加にともない分級されにくくなるのでさらに2~3回の溶媒の追加が好ましいことがわかった。

(4)鋼試料中の析出物の分級も上記(3)の方法で分級すれば精度よく粒度別分離できた。表1はNb-N系試料中の化合物型Nbを分級定量した結果であり、熱処理温度の増加によりNb析出物がより生成し、成長していることが示されている。

4. 結言

分級ニュークリポアフィルターに補強用フィルターを用い、超音波濾過法によって鋼中微細析出物の粒度別抽出法をほぼ確立できた。

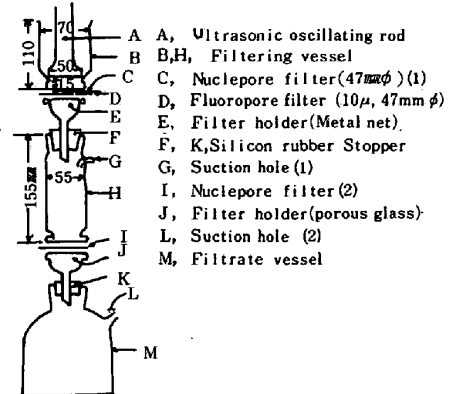


Fig.1 Schematic diagram of ultrasonic filtration apparatus

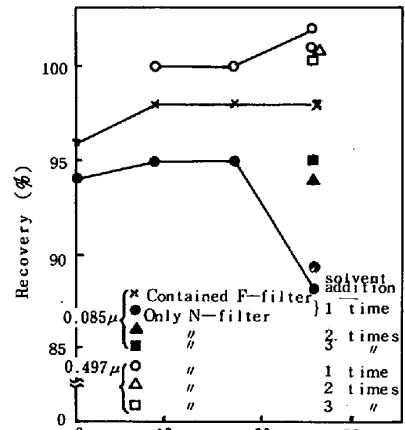


Fig.2 Separation of mixed two standard particles  
\* 0.085μ particle: 10mg

Table.1. Fraction of compound type Nb(%) after size separation

Heat* treatment	Compound type Nb (%)	Size of Separation(μ)			
		~0.2	0.2~0.4	0.4~0.6	0.6~
700°C×2hr →WQ	0.022	7	26	49	20
800°C×2hr →WQ	0.038	0	9	20	74
700°C×2hr →WQ	0.045	0	0	7	93

Specimen: Nb-N steel  
\* After 1200°C×2hr solution treatment