

Ca処理鋼中Ca系介在物の形態別定量

蔵保 浩文*・高山 透*・日野谷 重晴*・城田 良康*

Phase Analysis of Ca-containing Inclusions in Ca-treated Steels

Hirofumi KURAYASU, Toru TAKAYAMA, Shigeharu HINOTANI and Yoshiyasu SHIROTA

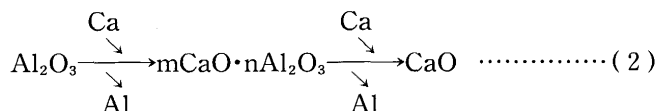
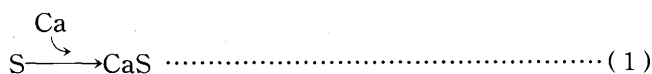
Synopsis : The determination and phase control of Ca-containing inclusions are important for the successful production of Ca-treated steels such as hydrogen induced cracking resisted steels. In this work, the quantitative isolation of calcium aluminate ($m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$), CaS and CaO in Ca-treated steels has been investigated. All operations of isolation procedure from matrix dissolution to filtration were carried out in a glovebox with an Ar atmosphere. The atmosphere was controlled to a relative humidity of 25% to prevent H_2O from attacking the inclusions. Using this protection, 10% bromine-methanol method was capable of the quantitative isolation of $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$, whose reactivity with H_2O was found to be increased with increasing the ratio of m/n . Constant current electrolysis in 10% acetylacetone-1% tetramethylammonium chloride-methanol electrolyte (AA electrolysis method) was capable of the quantitative isolation of $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ and CaS. However, CaO was not isolated. On the basis of these results, the method for evaluating the amounts of the Ca-containing inclusions has been developed. The amount of $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ was evaluated by converting the analytical values of metal elements in the residue isolated by 10% bromine-methanol method into oxide forms. The amount of CaS was calculated from the difference between the amounts of Ca isolated by AA electrolysis method and 10% bromine-methanol method. The amount of CaO was calculated from the difference between the amounts of total oxygen and oxygen as $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$.

Key words : Ca-containing inclusions ; calcium aluminate ; calcium sulfide ; calcium oxide ; Ca-treated steels ; separation of inclusions ; element analysis of inclusions ; phase analysis.

1. 緒言

ラインパイプ材等の耐水素誘起割れ鋼では、溶鋼にCaを添加することにより、圧延時に延伸して水素誘起割れ起点となるMnSの生成を抑制している¹⁻³⁾。しかし、Caの添加により生成するカルシウムアルミネート($m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$)も、その組成によっては圧延時に破碎し群落状に広がり、厳しい使用環境下では水素誘起割れの起点となることがある。したがって、耐水素誘起割れ鋼の高品質化に対応するには、 $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ を圧延時に破碎・延伸しにくいものに形態制御することも重要な課題となっている^{4,5)}。

CaはSとの親和力が強いので、溶鋼中のSと反応してCaSを生成する((1)式)。また、CaはOとの親和力も強いので、溶鋼中の Al_2O_3 も反応して $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ やCaOを生成する((2)式)。したがって、これらCa系介在物の生成量を求めてCa処理条件との対応を明確にすることは、Caによる介在物形態制御にとって重要である。



一方、Ca系介在物の定量分析に関しては、抽出分離法による検討がいくつか報告されており⁶⁻⁸⁾、さらに、日本鉄鋼協会鉄鋼分析部会の共同研究において統一的な見解が得られている。即ち、 $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ はCaO比率が低い場合には臭素-メタノール法あるいはよう素-メタノール法で定量的に抽出できるが、CaO比率が高い場合には定量的な抽出は難しいこと⁹⁾、また、CaSは4%サリチル酸メチル-1%サリチル酸-1%塩化テトラメチルアンモニウム-メタノール溶液を電解液とするMS系電解法で定量的に抽出できること¹⁰⁾が報告されている。なお、CaOについてはほとんど検討されていない。

本研究では、メタノールに無水のものを用い、大気を遮断したAr雰囲気グローブボックス中で抽出操作を行うという水分対策を施した抽出分離法を検討した。これにより、臭素-メタノール法でCaO比率が高いものも含めて $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ が定量的に抽出され、また、10%アセチルアセトン

平成8年5月27日受付 平成8年9月9日受理 (Received on May 27, 1996; Accepted on Sep. 9, 1996)

* 住友金属工業(株)総合技術研究所 (Corporate Research and Development Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-8 Fuso-cho Amagasaki 660)

-1%塩化テトラメチルアンモニウム-メタノール溶液を電解液とするAA系電解法で $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ とCaSが定量的に抽出されたため、 $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ 、CaS、CaOの形態別定量が可能となったので、以下に報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材は、Al脱酸後にCaを添加して溶製した低S試験鋼である。Table 1に化学成分を示すが、CaはICP発光分光分析法、Oは不活性ガス融解-赤外線吸収法、Sは硫化水素発生-エチレンブルー-吸光光度法¹¹⁾により分析した。なお、試料A~Dはスラブ材あるいは厚板材から、試料EはCa添加終了直後のポンプ試料から切り出し、AlNの溶体化処理(1200°C、15min、水冷)を行った後分析試片に調製した。

試料A~Dについては、予めエネルギー分散型X線検出器

Table 1. Chemical compositions of steels (mass%).

sample	C	Si	Mn	P	Ti	sol. Al	N	Ca*	O*	S*
A	0.053	0.09	1.46	0.010	0.014	0.027	0.0052	21.5	45.0	17.0
B	0.035	0.26	1.48	0.017	0.013	0.023	0.0054	24.5	18.5	10.0
C	0.059	0.23	1.43	0.009	0.007	0.018	0.0042	28.5	22.5	5.0
D	0.050	0.22	1.28	0.010	0.016	0.046	0.0030	27.0	12.0	4.5
E	0.120	0.17	0.50	0.008	<0.001	0.060	0.0032	95.0	20.5	9.5

* average of plural determinations, $\mu\text{g/g}$.

を備えた電界放射型走査電子顕微鏡(FE-SEM/EDS)により鋼中Ca系介在物の組成分析を行った。Fig. 1に示すように、試料AにはCaO比率が低い $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ 、試料BにはCaO比率が中程度の $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ 、試料CにはCaO比率が高い $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ 、試料DにはCaOも観察された。即ち、AからDの順にCa添加時の反応(2)式が右に進行した状態にある。なお、いずれの試料にもCaSが認められた。また、AlNは観察されなかった。

2.2 抽出分離分析法

2.2.1 臭素-メタノール法

試料1gに10%臭素-メタノール溶液200mlを加え、磁気式スターラーを用いて溶液を攪拌しながら室温で試料マトリックスを溶解した後、孔径 $0.2\mu\text{m}$ のフィルターを用いて残さをろ過した。 H_2SO_4 2mlを加えフィルターを分解した後、混酸($\text{HCl}:\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}=1:1:8$)3mlを加え、加圧酸分解法(220°C、8h)により残さを分解した。放冷後、定容(25ml)としてICP発光分光分析法により金属元素を分析した。なお、2.1節のFE-SEM/EDS分析で一部のCa系介在物に耐火物起因と推定されるMg、Zrが検出されたので、分析元素はCa系介在物の構成金属元素であるCa、AlとMg、Zrの4元素とした。また、Tiが検出されたCa系介在物もあったが、Tiの信号が微弱であったこと及び臭素-メタノール法では供試材に析出しているTiNが同時に抽出されCa系介在物との分離が難しいことから、Tiは分析元素に含めなかった。

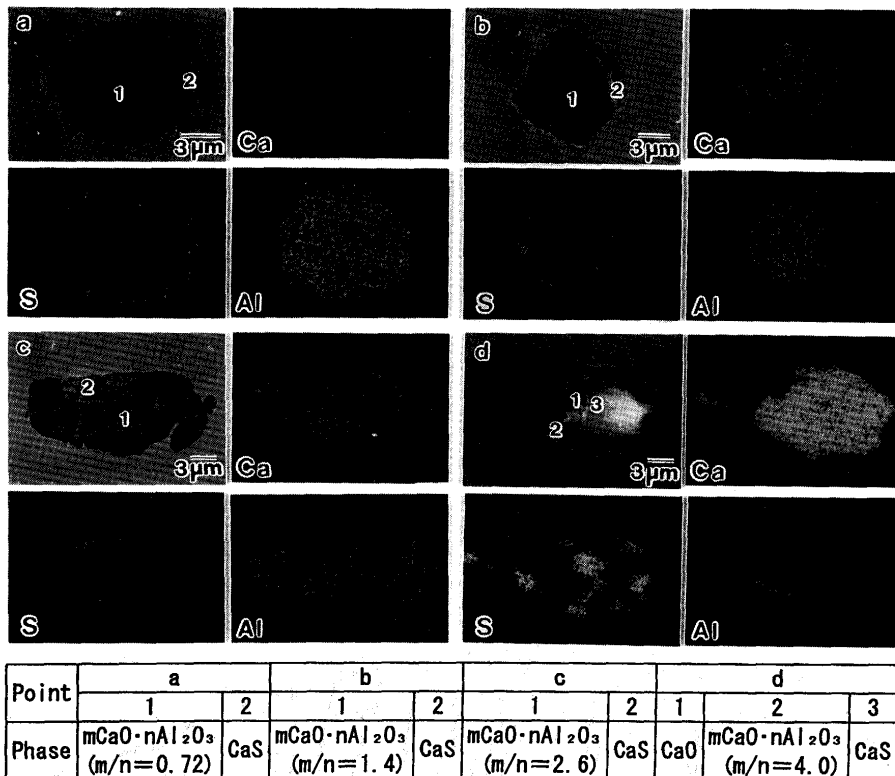


Fig. 1. Scanning electron micrographs and elemental mapping images of Ca-containing inclusions in (a) sample A, (b) sample B, (c) sample C and (d) sample D.

今回の検討では、水分対策として、試料マトリックスの溶解からろ過までの操作をAr雰囲気グローブボックス中(相対湿度約25%)で実施し、メタノールには無水メタノール(H₂O含有率0.05%以下)を使用した。

また、一部の試料については抽出残さのS分析(硫化水素発生-エチレンブルー吸光度法)及びFE-SEM/EDS分析を実施した。

2・2・2 AA系電解法

アセチルアセトン100mlと塩化テトラメチルアンモニウム10gをメタノールに溶解し、メタノールで希釈して1000mlとした。この溶液500mlを電解液として定電流電解(電流密度20mA/cm²)により試料0.8gを溶解した後、孔径0.2μmのフィルターを用いて残さをろ過した。H₂SO₄ 2mlを加えてフィルターを分解した後、混酸(HCl:HNO₃:H₂O=1:1:8) 3mlを加え、加圧酸分解法(220°C, 8h)により残さを分解した。放冷後、定容(25ml)としてICP発光分光分析法によりCaを分析した。なお、抽出操作は臭素-メタノール法と同様に水分対策を施して行った。また、一部の試料については、抽出残さのS分析及びFE-SEM/EDS分析を実施した。

2・2・3 MS系電解法

サリチル酸メチル40ml, サリチル酸10g, 塩化テトラメチルアンモニウム10gをメタノールに溶解し、メタノールで希釈して1000mlとした。この溶液を電解液として定電流電解(電流密度20mA/cm²)を実施した。なお、操作手順はAA系電解法と同様である。

3. 結果及び考察

3・1 水分対策の効果

臭素-メタノール法及びよう素-メタノール法はCaO比率のあまり高くないmCaO・nAl₂O₃の定量的な抽出法であるが、CaO比率が高くなると定量的な抽出は困難となることが知られている⁹⁾。この原因として、mCaO・nAl₂O₃はCaO比率が高くなるにつれて化学的性質がCaOに近づき水との反応性が強くなり、メタノール中や大気中の水分と反応して分解することが疑われた。そこで、水分対策として、メタノールには無水のものを用い、試料マトリックス溶解から残さをろ過までの操作を大気を遮断したAr雰囲気グローブボックス中で行うことを試みた。なお、以下の実験では、よう素-メタノール法と比べて若干操作性のよい臭素-メタノール法を用いて検討を進めることにした。

Table 2に、試料Dの臭素-メタノール抽出残さ分析結果に及ぼす水分対策の効果を示す。なお、分析値は鋼試料量に対する重量比率で表した。水分対策を行わない通常の抽出に比べて、水分対策を施した抽出の方がCa, Alの分析値が安定して高い。これは、水分によるmCaO・nAl₂O₃の分解が水分対策により抑制されたため、mCaO・nAl₂O₃の抽出率が向上したためと推定される。

Table 2. Analytical results of the residus of sample D isolated by bromine-methanol method in a glovebox and in air (μg/g in steel).

in a glovebox (in Ar)				in air			
Ca	Al	Mg	Zr	Ca	Al	Mg	Zr
5.3	3.0	0.7	0.6	3.8	2.4	0.8	0.5
5.3	3.5	0.7	0.7	3.2	2.5	0.7	0.6
4.7	3.1	0.7	0.6	4.8	2.6	0.5	0.6
5.1	3.0	0.8	0.7	3.3	2.3	0.7	0.6

Table 3. Analytical results of the residues isolated by bromine-methanol method and AA electrolysis in a glovebox (μg/g in steel).

sample	bromine-methanol method					AA electrolysis	
	Ca	Al	Mg	Zr	S	Ca	S
A	11.0	44.1	3.3	0.2	1.5	22.6	16.1
B	10.0	11.4	2.9	4.7	0.1	23.3	10.1
C	21.3	13.2	2.6	0.2	0.4	29.0	5.7
D	5.1	3.2	0.7	0.7	0.3	12.1	5.4
E	0.9	2.8	0.9	0.3	-	13.4	-

- not determined.

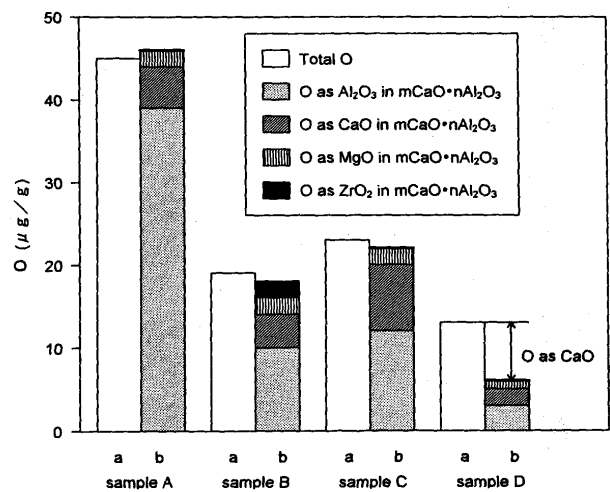


Fig. 2. Comparison of (a) total O with (b) O as mCaO·nAl₂O₃ [O as mCaO·nAl₂O₃ is the total amount of oxygen in the oxides calculated from the amounts of Ca, Al, Mg and Zr in the residue isolated by bromine-methanol method in a glovebox].

3・2 mCaO・nAl₂O₃の抽出

Table 3に、各試料について水分対策を施した臭素-メタノール抽出残さの分析結果を示す。試料A~Dについて、抽出残さ中の金属成分を酸化物に換算したとき(Ca→CaO, Al→Al₂O₃, Mg→MgO, Zr→ZrO₂)の酸素量の和と鋼中酸素量の比較をFig. 2に示す。試料A, B, Cについては、両者の値がほぼ一致し、酸化物系在物が定量的に抽出されている。さらに、Ca, Al分析値よりmCaO・nAl₂O₃のm/nを求めると、試料A, B, Cの値はそれぞれ0.3, 1.2, 2.2となり、

CaO比率の高い $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ も定量的に抽出されていることがわかる。なお、試料Dについては m/n は2.1となり、試料Cと同等のCaO比率の高い $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ が抽出されているが、鋼中酸素量に比べて酸化物換算酸素量の方が低値を示した。これについては3・4節で述べる。

3・3 CaSの抽出

臭素-メタノール法では一般的に硫化物は抽出されないが、 $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ に固溶している $\text{S}^{3,12,19}$ が存在すれば臭素-メタノール抽出残さ中にSが検出されるはずである。しかし、Table 3に示すように臭素-メタノール抽出残さのS分析値は低く、 $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ に固溶しているSはほとんど存在していない。したがって、今回の検討ではこの形態のSは無視することにした。

Table 3に、水分対策を施したAA系電解抽出残さの分析結果を合わせて示す。S分析値は鋼中S量にほぼ等しく、硫化物は定量的に抽出されている。ここで、試料中の硫化物が全てCaSとして存在し、且つ、AA系電解法で $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ とCaSが定量的に抽出されるものと仮定すると、AA系電解抽出残さ中Ca量と臭素-メタノール抽出残さ中Ca量との差はCa as CaSとみなすことができ、さらにS as CaSを計算すれば鋼中S量と一致するはずである。Fig. 3に、試料A~DのS as CaSと鋼中S量の比較を示す。試料B, C, Dについては両者の値がほぼ一致し、AA系電解法で $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ とCaSが定量的に抽出されていることがわかる。

試料Aについては鋼中S量に比べてS as CaSの方が低い。しかし、AA系電解抽出残さ中Ca量は鋼中Ca量にほぼ等しいので、CaSの抽出が不十分なのではなく、Sの一部がCaS以外の硫化物(MnS)として存在しているものと考えられる。なお、試料Aに存在している硫化物の形態としてはCaS, MnSの外に(Ca, Mn)Sの可能性があり、この場合には上述のCa as CaSは硫化物型Ca[Ca as CaSとCa as (Ca, Mn)Sの和]を表すことになる。

CaSの抽出に関しては、水分対策を行わない通常のAA系電解法では定量的な抽出が難しくMS系電解法が推奨されている^{8,10}。しかし、水分対策を施した抽出ではAA系電解抽出残さ中Ca量(試料C: 29.0 $\mu\text{g/g}$, 試料D: 12.1 $\mu\text{g/g}$)と

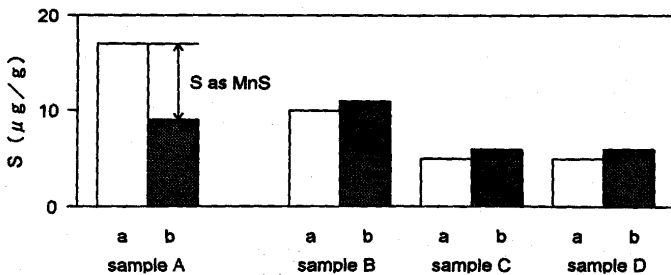


Fig. 3. Comparison of (a) total S with (b) S as CaS [S as CaS = {(Ca in the residue isolated by AA electrolysis in a glovebox) - (Ca in the residue isolated by bromine-methanol method in a glovebox)} $\times 32.06/40.08$].

MS系電解抽出残さ中Ca量(試料C: 28.7 $\mu\text{g/g}$, 試料D: 12.2 $\mu\text{g/g}$)に差はなかったため、3・7節に示すCa系在物の形態別定量ではAA系電解法を用いることにした。なお、水分対策を行わない通常のMS系電解法においても、CaO比率の高い $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ は定量的には抽出できないので、Ca系在物の形態別定量を行うためには水分対策を施した抽出が必要である。

3・4 CaOの抽出

試料Dについては、Fig. 4に示すように水分対策を施した臭素-メタノール抽出残さにはCaO比率の高い $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ が、また、Fig. 5に示すように水分対策を施したAA系電解抽出残さにはCaO比率の高い $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ とCaSが観察された。しかし、鋼中で観察されたCaOはいずれの残さ中にも認められず、水分対策を施した抽出でもCaOは抽出されなかった。したがって、Fig. 2の試料Dにおける鋼中酸素量と酸化物換算酸素量の差は、抽出されていないCaO型酸化物によるものと推定される。

Fig. 6に、試料A~D及びEについて、析出型Ca量[Ca as $m\text{CaO}\cdot n\text{Al}_2\text{O}_3$ (臭素-メタノール抽出残さ中Ca量), Ca as CaS(AA系電解抽出残さと臭素-メタノール抽出残さのCa量の差), Ca as CaO(鋼中酸素量と臭素-メタノール抽出残さ中金属成分の酸化物換算酸素量の差をO as CaOとみなして計算したCa量)の和]と鋼中Ca量との比較を示す。試料A~Dについては両者がほぼ一致したが、試料Eは析出型Caの方が低値を示した。鋼中Ca量と析出型Ca量との差は固溶Ca量と

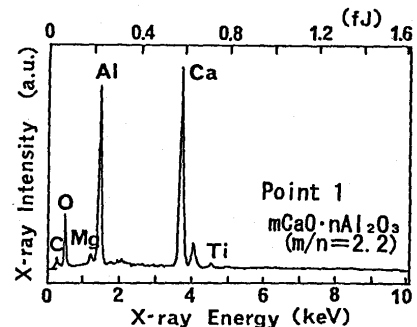
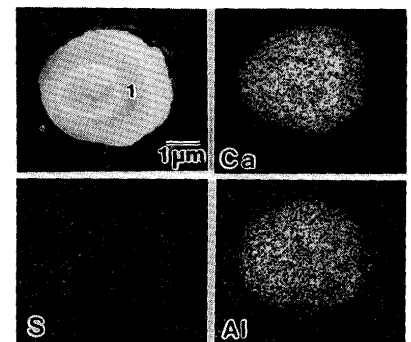


Fig. 4. Scanning electron micrographs, elemental mapping images and X-ray spectra of Ca-containing inclusions in the residue of sample D isolated by bromine-methanol method in a glovebox.

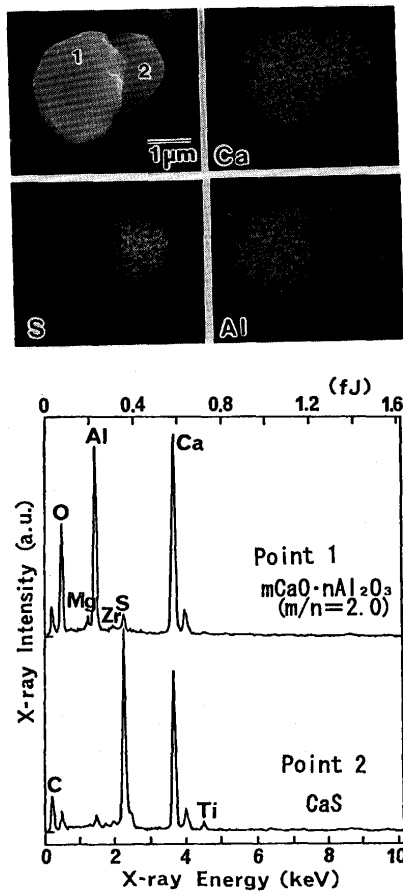


Fig. 5. Scanning electron micrographs, elemental mapping images and X-ray spectra of Ca-containing inclusions in the residue of sample D isolated by AA electrolysis in a glovebox.

みなすことができるので、試料A～Dについては固溶Caがほとんど存在していないことになる。

Ca添加時には(1)、(2)式の反応を右に進める駆動力として溶鋼中に溶存Caが存在するが、Caは溶鋼温度で蒸気圧が高く溶解度も低いため、添加終了後凝固するまでの間に介在物を形成しない溶存Caはしだいに揮散して、凝固後には固溶Caはほとんど存在しなくなるものと推定される。したがって、上述のようにCa添加終了直後のポンプ試料である試料Eにのみ固溶Caが認められたのは妥当な結果と考えられる。

3.5 mCaO·nAl₂O₃の水との反応性

Table 4に、試料A～Dについて水分対策を施した臭素-メタノール抽出残さ(mCaO·nAl₂O₃)を水で洗浄した残さの分析結果を示す。水洗浄しないときの結果(Table 3)と比較すると、CaO比率の低いmCaO·nAl₂O₃(試料A)の場合には水洗浄による変化はあまりなく、CaO比率が中程度のmCaO·nAl₂O₃(試料B)の場合にはCa分析値が低値を示し、さらにCaO比率の高いmCaO·nAl₂O₃(試料C, D)の場合にはCa, Al分析値に著しい減少が認められた。即ち、mCaO·nAl₂O₃はCaO比率が高くなるほど水との反応性が高くなり分解しやすくなることを示している。なお、試料Bについては、mCaO·

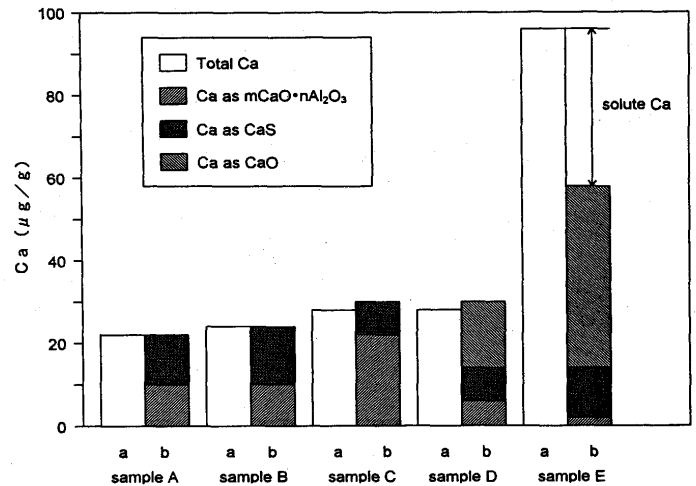


Fig. 6. Comparison of (a) total Ca with (b) precipitated Ca [precipitated Ca is the sum of Ca as mCaO·nAl₂O₃, Ca as CaS and Ca as CaO].

Table 4. Analytical results of the residues rinsed by H₂O after the isolation by means of bromine-methanol method in a glovebox (μg/g in steel).

sample	Ca	Al	Mg	Zr
A	10.4	41.8	3.2	0.3
B	5.7	10.5	2.0	4.9
C	1.8	4.2	1.9	0.2
D	0.8	1.6	0.9	0.6

nAl₂O₃が分解した後Alが加水分解してフィルター上に残るため、見かけ上Caのみが低値を示しているものと考えられる。

3.6 抽出条件の検討

水分対策を施した臭素-メタノール抽出残さ中Ca, Al, Mg, Zr分析値に及ぼす臭素濃度の影響及びAA系電解抽出残さ中Ca分析値に及ぼす電解電流密度の影響を調査した。検討した臭素濃度範囲8～12%、電流密度範囲15～25mA/cm²では影響は認められなかった。

3.7 Ca系介在物の形態別定量法

以上の検討結果より、水分対策を施して抽出操作を行えば、臭素-メタノール法によりmCaO·nAl₂O₃が、また、AA系電解法によりmCaO·nAl₂O₃とCaSが定量的に抽出できることがわかった。これによりCa系介在物(mCaO·nAl₂O₃, CaS, CaO)の形態別定量が可能になる。即ち、mCaO·nAl₂O₃量は臭素-メタノール抽出残さ中の金属成分を酸化物換算することにより、また、CaS量はAA系電解抽出残さと臭素-メタノール抽出残さのCa分析値の差をCa as CaSとして求めることができる。CaOは抽出できないが、3.4節で述べたように、鋼中酸素量と臭素-メタノール抽出残さ中金属成分の酸化物換算酸素量(O as mCaO·nAl₂O₃)との差をO as

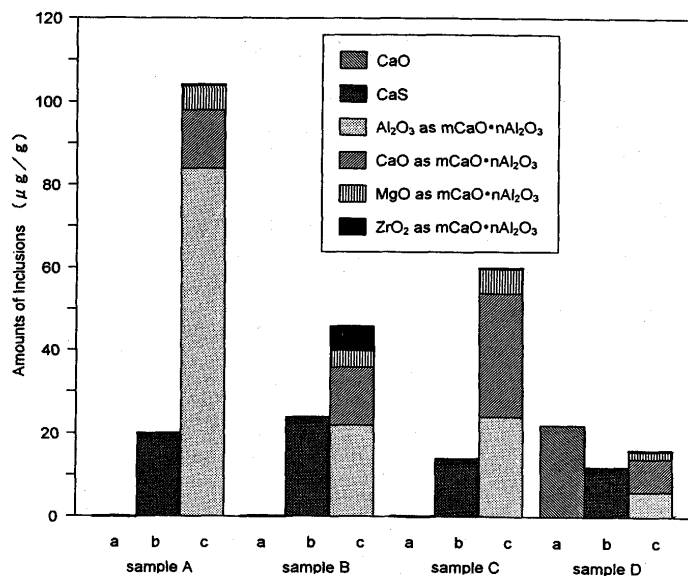


Fig. 7. Amounts of (a) CaO, (b) CaS and (c) mCaO·nAl₂O₃ in sample A, B, C and D.

CaOとして算出することができる。具体的な計算方法は下に示す通りである。なお、試料中にAlNが析出しているとCa系介在物と同時に抽出され分析誤差を生じるので、分析試料には2・1節に示したようなAlN溶体化処理が必要である。

$$\begin{aligned}
 [\text{mCaO} \cdot \text{nAl}_2\text{O}_3] &= [\text{Ca}(1)] \times 56.06/40.08 \\
 &+ [\text{Al}] \times 101.96/53.96 + [\text{Mg}] \times 40.31/24.31 \\
 &+ [\text{Zr}] \times 123.22/91.22 \\
 [\text{CaS}] &= ([\text{Ca}(2)] - [\text{Ca}(1)]) \times 72.14/40.08 \\
 [\text{CaO}] &= \{ [\text{Total O}] - ([\text{Ca}(1)] \times 16.00/40.08 \\
 &+ [\text{Al}] \times 48.00/53.96 + [\text{Mg}] \times 16.00/24.31 \\
 &+ [\text{Zr}] \times 32.00/91.22) \} \times 56.08/16.00
 \end{aligned}$$

ここで、

[mCaO·nAl₂O₃] : 鋼中mCaO·nAl₂O₃含有量[μg/g in steel]

[CaS] : 鋼中CaS含有量[μg/g in steel]

[CaO] : 鋼中CaO含有量[μg/g in steel]

[Ca(1)], [Al], [Mg], [Zr] : グローブボックス中臭素-メタノール抽出残さ中Ca, Al, Mg, Zr量[μg/g in steel]

[Ca(2)] : AA系電解抽出残さ中Ca量[μg/g in steel]

[Total O] : 鋼中酸素量[μg/g in steel]

Fig. 7に、試料A~DのCa系介在物形態別定量結果を示す。このようにCa処理鋼中のCa系介在物が定量的に把握できるため、今後、本方法はCa添加時の反応解析あるいはCa処理の適正条件把握等の有効な手段として期待される。

4. 結言

Al脱酸Ca添加低S鋼についてCa系介在物(mCaO·nAl₂O₃, CaS, CaO)の形態別定量法を検討し、以下の結果を得た。

(1)無水メタノールの使用及び大気を遮断したAr雰囲気グローブボックス中で抽出操作を行うという水分対策を施せば、臭素-メタノール法によりmCaO·nAl₂O₃が、AA系電解法によりmCaO·nAl₂O₃とCaSが定量的に抽出された。しかし、CaOは抽出されなかった。

(2)水分対策を行わない通常の抽出に比べて、水分対策を施した抽出の方がmCaO·nAl₂O₃の抽出率が高い。これは、水分対策によりCaO比率が高いmCaO·nAl₂O₃の水分による分解が抑制されたためと推定される。

(3)(1)の結果に基づいて、Ca系介在物の形態別定量が可能となった。即ち、mCaO·nAl₂O₃量は臭素-メタノール抽出残さ中の金属成分を酸化物換算することにより、また、CaS量はAA系電解抽出残さと臭素-メタノール抽出残さのCa分析値の差をCa as CaSとして求めることができる。CaOは抽出できないが、鋼中酸素は酸化物として存在し酸化物はmCaO·nAl₂O₃とCaOであることを利用して、鋼中酸素量と臭素-メタノール抽出残さ中金属成分の酸化物換算酸素量(O as mCaO·nAl₂O₃)との差をO as CaOとして算出することができる。

(4)上述したCa系介在物の形態別定量法により供試材中のCa系介在物の違いが定量的に把握できた。

文 献

- 1) 拜田 治, 江見俊彦, 三本木貢治, 白石利明, 藤原昭敏: 鉄と鋼, **64** (1978), 1538.
- 2) 中杉 甫, 松田浩男, 杉村重幸, 村田朋美: 製鉄研究, **297** (1979), 72.
- 3) 池田隆果, 藤野允克, 市橋弘行: 鉄と鋼, **66** (1980), 2040.
- 4) 伊藤陽一, 戸澤宏一, 加藤嘉英, 反町健一: 材料とプロセス, **8** (1995), 63.
- 5) 樋口善彦, 沼田光裕, 真目 薫: 材料とプロセス, **8** (1995), 67.
- 6) 川村和郎, 渡辺四郎, 古川 洸: 鉄と鋼, **56** (1970), 1268.
- 7) 鈴木節夫, 渡辺四郎, 安田 浩, 佐藤秀之: 鉄と鋼, **64** (1978), S362.
- 8) 吉田良雄, 船橋佳子, 神野義一: 鉄と鋼, **68** (1982), 162.
- 9) 日本鉄鋼協会鉄鋼分析部会 鋼中非金属介在物分析小委員会: 鋼中酸化物系介在物の抽出分離定量法(鋼中酸化物系介在物の抽出分離定量法に関する共同実験結果), (1987).
- 10) 成田貴一: 鉄と鋼, **73** (1987), 67.
- 11) 遠藤 丈, 猪熊康夫, 日野谷重晴, 栢植信二: 材料とプロセス, **6** (1993), 1268.
- 12) 竹之内朋夫, 鈴木是明: 鉄と鋼, **63** (1977), 1653.
- 13) 北村信也, 宮村 紘, 福岡功博: 鉄と鋼, **73** (1987), 677.