

作製試料への離型剤成分混入についての検討

○野村明子、菅原孝昌、伊藤 俊、成田一生、湯蓋邦夫、宍戸統悦
東北大学金属材料研究所

1. はじめに

発表者らが所属する東北大学金属材料研究所では、新たな素材の開発を目的とする母合金作製等で高周波溶解炉を用いている。そこでの溶解 → 鋳込みが完了した時点でのインゴットと Cu 鋳型間の固着を避けるため BN の離型剤が一般的に利用されている。これまでに高周波溶解を利用した研究者の一部から、離型剤を構成する成分の一つである B が試料に混入しているとの報告が寄せられており、研究用試料の作製において、不純物の混入を可能な限り低減する対応策が望まれていた。本発表では、離型剤由来の成分混入について Fe を被溶融体とし高周波溶解を行い、ICP-OES 法、吸光光度法、EPMA 等を用いて分析を行い、不純物混入量のデータを収集した結果を示す。また、不純物の混入を可能な限り低減するための対策として、離型剤を塗布後にガスバーナーで焼き付ける工程を加えた場合に、不純物成分の混入量がどう変化したか、その結果について報告する。

2. 実験

溶解には高周波溶解炉（大亜真空製）を用い、溶解のルツボは二重ルツボ（内ルツボ（ニッカトー社製：CP ルツボ（ Al_2O_3 : 99 %））、外ルツボ（TEP 社製：EN ルツボ（ SiO_2 : 97 %））とし、内・外ルツボの隙間の上部にアルミナセメントを充填した。被溶融体としてレアメタル社製、99.99 %の Fe を使用した。Cu 鋳型に対して、離型剤のボロンコート白（オキツモ社製：BN+ 無機バインダー）を塗布し、BN 定着条件は、①：自然乾燥のみ、②：自然乾燥後にガスバーナーで表面を加熱、の 2 種類とした。Fe を加熱し、メルトダウン後 7 分保持し、ルツボを傾斜し Cu 鋳型へ鋳込んだ。押し湯なしのため、上部から 1/4 ～ 1/3 に発生した引け巣部分を切除し、通常利用者が試料として使用可能なインゴットの形になるよう、旋盤を用いて表面を切削除去して整えた。むき出したインゴット側面の下部および中央部分を表面から 0.2 mm ほど削り取り、化学分析用の試料とした。ICP-OES 法での分析後、更に B の検出感度の高い吸光光度法でも分析を行った。また、下部および中央部分から厚さ 6 mm の試料を輪切りにして取り出し、鏡面研磨処理したものを試料として、EPMA による分析を行った。

3. 結果および考察

表 1 化学分析結果

化学分析の結果を表 1 に示す。原料では検出下限以下で見出せなかった B が、BN 定着条件①②両方で検出された。ICP-OES 法、吸光光度法ともに同様の傾向がみられる。BN 定着条件②の方が比較的 B 検出量は少なく、BN 塗布後にガスバーナーで

		原料	BN 定着法①		BN 定着法②	
			下部	中央部	下部	中央部
B 検出量 (μg/g)	ICP－OES	<2	10.0	9.0	5.0	7.0
	吸光光度法	<0.1	12.0	11.4	6.0	7.0

加熱したことで、B の混入量が低減できたことがわかる。これは、塗布された BN 粒がガスバーナーによる加熱で、定着の度合いがより高まり、定着条件①より剥離などが起きにくくなった結果によると推測できる。また、下部と中央部の B 検出量には、さほど大きな差はなく、上下方向の分布はほぼ一定であることがわかる。EPMA による分析の結果では、BN 定着条件①、②の下部、中央部ともに B は検出されなかったが、これは装置の検出下限が 1000 $\mu\text{g/g}$ (1000 ppm) のためであり、EPMA での B 混入の評価は難しいことが分かった。

本発表は、テクニカルセンター平成 30 年度技術開発助成を受けて実施した技術開発および金属材料研究所テクニカルセンター技術研究報告 29 号（2020 年 9 月発行予定）に掲載予定の内容となる。