

(346) 543.5: 536.2: 543.422.4: 543.22: 546.26: 546.22: 546.17:  
546.21: 546.11 鉄鋼中の C, S, N, O, H の定量

川崎製鉄(株) 水島製鉄所

遠藤芳秀 ○坂尾則隆  
松村泰治

1. 緒言

高周波燃焼・赤外線吸収法による鉄鋼中の C, S 同時定量, インパルス炉溶融・熱伝導度法による N, O の同時定量ならびにインパルス炉溶融・熱伝導度法による H の定量法について検討した。用いた装置はすべて LECO 社製のものである。これらの定量法は従来の方法と比較して極めて簡易、迅速に定量でき、精度、正確さも良好で作業分析に十分実用できる。

2. 結果と考察

(1) C, S の同時定量: 本法は試料を高周波炉で酸素気流中において約 1800°C に加熱燃焼させ、発生した SO<sub>2</sub> および CO<sub>2</sub> を赤外線分析計で C, S の含有率を求める方法である。C については鉄鉄、鋼とも標準値とよく一致した。定量下限は 0.01% である。S についての回収率は図 1 に示すように約 90% で 0.004% 以下ではさらに低下する。また正確な値を得るためには 4~5 件の試料の空焼を必要とする。本法によれば Se, Mo 等の共有元素の影響を受けない特徴がある。

(2) N, O の同時定量: 本法は黒鉛ルツボ中の試料をヘリウム気流中でインパルス炉により約 2700°C に加熱溶融させ、発生した N<sub>2</sub> と CO<sub>2</sub> をモレキュラシーブカラムで分離し、熱伝導度法により N<sub>2</sub> と O<sub>2</sub> の含有率を求める方法である。N の定量は一般鋼種を対象としたとき特に問題ないが、微量のときは検量線の直線性に欠ける。市販の標準試料を用いたときの検量線例を図 2 に示す。O の定量も一般鋼種を対象としたとき特に問題がなく精度も良好であった。しかし鎮静に Al を用いたものは従来法と比較して低値を示したが、Sn の添加により解決することができた。しかし Sn を添加したときは N の回収率が悪くなるので同時定量には適用できない。

(3) H の定量: 本法は黒鉛ルツボ中の試料をアルゴン気流中でインパルス炉により約 2000°C に加熱溶融させ、N<sub>2</sub> をクロマトカラムで H<sub>2</sub> と分離し、熱伝導度法で H の含有率を求める方法である。一般鋼種については標準鋼とよく一致した。この方法によれば従来の抽出法では困難とされたジルカロイも定量でき、融解法とよく一致した。ただし試料の形状が入きいほど、H の含有率が高いほど H の回収率は低値を示す傾向がある。また検量線の標準化は水素を用いたときと、標準鋼を用いたときとほぼ等しいが前者の勾配が高い。したがって試料形状を一定にし、標準鋼による標準化が望ましい。C, S, N, O, H の定量結果の一例を表 1 に示す。所要時間は C, S では 1 分、N, O では 4 分、H では 8 分である。

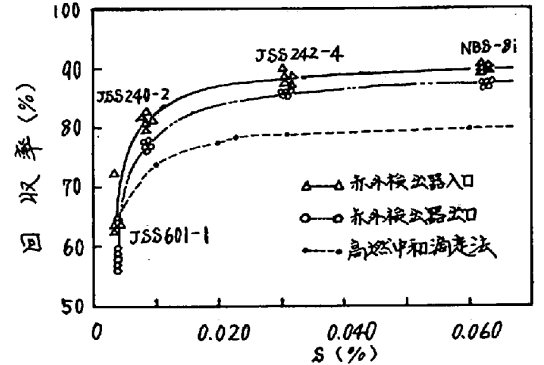


図 1. S 回収率

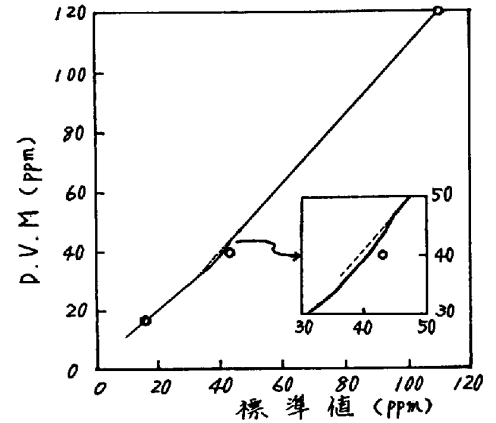


図 2 N の検量線例

表 2. C, S, N, O, H の定量結果

試料	標準値		C, S (%) N, O, H (ppm)			本法による値		C, S (%) N, O, H (ppm)		
	C	S	N	O	H	C	S	N	O	H
JSS 420-3	0.091	0.0340				0.088	0.0340			
JSS 461-3	0.785	0.0134				0.792	0.0129			
JSS 503-1	0.332	0.0200				0.338	0.0203			
JSS 111-3	3.939	0.0289				3.985	0.0283			
NBS 124 b	0.094	0.2210				0.090	0.2235			
BAM-0N-1			53	31				52	31	
BAM-0N-3			29	113				30	111	
SUS27(溶融炉) 添加(標準鋼)					1.8					1.77
					17.4					24.0