

(222) C含有量についての考察

(燃焼法によるいおう分析値に関する研究 - II)

新日本製鐵 八幡技術研究所 ○田中徳幸, 徳部春雄
松本 弘

1. 緒言

前報では、燃焼中和滴定法によるSO₂の回収率低下の原因および対策について検討した結果、回収率の低下が主として燃焼管末端部での硫酸塩の生成に起因しており、したがってその対策としては、分解温度の低い硫酸塩を生成する錫を助燃剤として用いるのが効果的であることを明らかにした。さらに現行分析値の誤差量についても検討した結果、補正式で評価できるような明確なCの影響が存在することを指摘した。しかしこのような誤差量も燃焼中和滴定法の測定原理からすれば、すべて力価に集約されるはずであるから本報では力価と定量条件の関係を調査することにした。一方、いおうの定量法としては、燃焼法や重量法のほかに、これらとは全く異った測定原理にもとづく光電式発光分光分析法(以下カントバック分析法と略称)がある。したがってこの方法による計測値には前報で述べたような燃焼法にまつわる誤差要因は介入しないはずである。このような見地から本報では燃焼中和滴定法による定量値(現行定量値および補正定量値)とカントバック計測値の対応性についても調査することにした。

2. 実験経過ならびに結果

(1) 力価と定量条件の関係

まず標準物質として適切な試料を調製するため電解鉄に一定のいおうを加えC含有率を5段階に変えた純鉄系シリーズを溶製して基礎条件の検討を行なうとともに、S含有率と力価の関係、さらにはC含有量と力価の関係について調査した結果、つぎの諸点を明らかにした。

(i) Sの含有レベルと力価の間には、 $F = -0.0350 \log S + 0.0674$ なる相関性が認められた。

(ii) 力価とC含有率の間には、つぎに示すような特異な相関性のあることが立証された。

$$C < 0.1\% \text{領域では } \Delta F = 0.0092 \log C + 0.0038$$

$$C 0.005 \sim 0.1\% \text{領域では } \Delta F = -0.080 C + 0.002$$

(iii) 純鉄系試料を分析した場合の力価といおう含有率および炭素含有率の関係は次式で与えられる。

$$C > 0.10\% \text{領域の場合 } F = -0.0350 \log S + 0.0092 \log C + 0.0712$$

$$C 0.005 \sim 0.1\% \text{領域の場合 } F = -0.0350 \log S - 0.0080 C + 0.0695$$

(iv) 普通鋼、銑鉄試料に関しては、上記補正式にもとづいて力価を補正することによって高精度な定量値を求めうることを明らかにした。

(2) カントバックにおけるS検量線の較正

現行燃焼中和滴定法による定量誤差を明らかにし、併せて補正手段を確立するために、カントバック計測値と中和滴定法による定量値の関係を調査することにした。対象試料としてはいおう含有量が同一水準で、炭素含有率の異なった試料を選らぶことにし、試験転炉の吹錬過程で得られた銑鉄系試料およびFe-C-S三元系試料について検討を進めた結果、つぎの諸点を明らかにした。

(i) カントバック分析でのS検量線は他の成分に較べると格段にバラツキが大きいのが、これも化学分析値の定量精度を改善することにより格段に寄与率が向上することを立証した。

(ii) 以上の事実および前報の結果から現行の燃焼法によるS分析値には合金成分起因の負誤差が介入していることが立証された。