

川崎製鉄・水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 松村泰治
○ 坂尾則隆

1. 緒言

鉄鋼中の水素の定量法には種々の方法があるが、最近では迅速性の面から黒鉛るつばを用いる高周波融解あるいはインパルス炉融解による水素の定量法が用いられることが多い。しかしながらこれらの方法で実際試料を定量するとき時として異常に高値を与える場合がある。標準試料(ステンレス系)では黒鉛るつばを用いない他の方法、例えば加熱抽出法等とは標準値とよく一致することから、この異常値を生ずる原因は銅モールドあるいはシリカチューブ等で試料採取後ドライアイス・アルコール等での冷却過程、水あるいは冷媒を用いての試料調製時に試料中の微細なクラック、ブローホールに水が可在し融解時黒鉛るつばと水とが反応し、水性ガス反応により生ずる水素が水素の定量値に加算されるためである。本報告ではこの影響除去に関する対策について述べる。

2. 実験および考察

装置はLECO社製RH-1Eを用いた。本装置はインパルス炉融解・ガスクロマトグラフ法で添加剤には錫を用いた。図1に本装置を用いた場合と加熱抽出法(不活性ガス加熱・パラジウム透過法)との実際試料の比較を示した。用いた試料は実際試料(炭素鋼, 合金鋼)とステンレス鋼のJSSおよび社内標準試料である。この図からわかるようにステンレス鋼ではいずれの方法でも標準値に一致するが、実際試料では黒鉛るつばを用いる方法の方が高値を示すものが多い。この原因は標準試料は板状の製品から調製したものであり、実際試料は銅モールドから採取した試料で緒言で述べたように試料中に可在した水により高値を生じたものである。銅モールドで採取した試料のブローホール、クラックは調製時肉眼でわからないものも多く、従って水が可在する危険性が高い。以上述べたように異常値を生ずる原因は試料中の水によるもので黒鉛るつばを用いる融解法では用いない方法と比較するとその傾向が大きい。そのため試料中の水分を除去する目的で約300°C~350°Cで予備加熱することにした。このとき試料中の水素の一部も逸散されるのでその水素を捕集し、以後のインパルス炉で加熱定量したときの水素に加算した。水素定量のために改造したブロック・ダイアグラムを図2に示す。水分除去のための加熱による水素の逸散の状態は温度約350°C-90秒間で約75%、150秒間で約80%である。図1の○印は改造後の結果であり加熱法とはほぼ近似した値が得られた。本改造装置を用いれば試料に若干のブローホール、クラックがあり冷却時あるいは調製時水が混入しても水分の影響を受けることなく定量できる。LECOインパルス炉に水分除去装置を取り付けたとき予備加熱時間90秒、融解90秒で所要時間は約8分で定量できる。本装置での実際試料の繰り返し精度は約2.5ppmでσ=0.10ppmである。

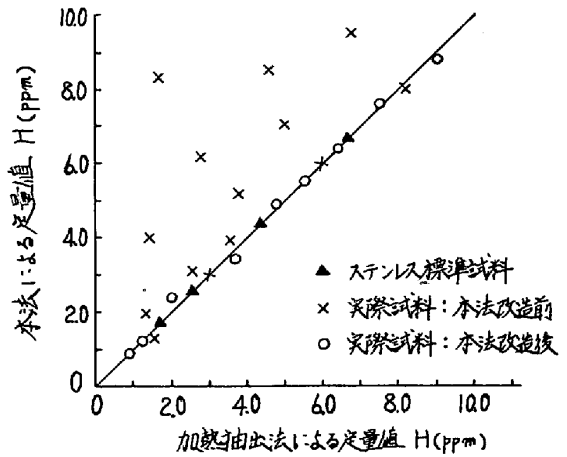


図1. 本法と加熱法水素定量値との対比

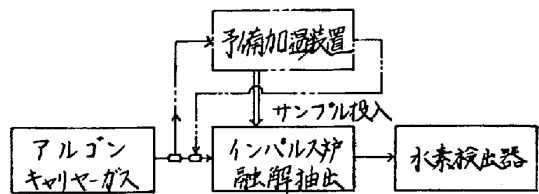


図2. 本改造装置のブロック・ダイアグラム