

(469)

赤外線吸収法による鉄鋼中遊離炭素の定量

住友金属工業(株) 製鋼所 浜崎 敦 ○赤崎勝彦
大村俊弘

1. 緒言

鉄鋼中遊離炭素の分析については、一般に試料を HNO_3 、 HF 等の酸溶液で分解後、焼アスベストでこし分け、遊離した炭素をアスベストと共に磁器燃焼ボートに移し、電量測定法により定量している。この方法は、精度の良い定量法であるが、燃焼によって生じた二酸化炭素を反応液に吸収させるため、吸収液の交換が必要で操作が若干煩雑である。そこで今回、発生した二酸化炭素ガスを直接検出でき、操作が簡易で、迅速な分析が期待できる赤外線吸収法による定量を種々検討した結果、正確度も良好で日常分析に十分実用できる方法を見出した。

2. 分析装置

LECO社製 CS-44
(炭素、いおう同時定量装置)

3. 試料および調査内容

(1) 試料：標準試料としては、JSSおよびNBS標準試料を用いた。表1にその代表的な化学成分を示す。

表1 代表的な標準試料の化学成分 (%)

標準試料	T.C	G.C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V
JSS 111-1	3.89	3.17	2.08	0.55	0.097	0.035	0.059	0.011	0.012	—	0.011
NBS 6f	2.91	2.19	1.85	0.499	0.530	0.106	0.252	0.060	0.442	0.009	0.032
NBS 82a	2.24	1.71	2.07	0.649	0.053	0.103	0.076	1.07	0.323	0.008	0.019
NBS 115a	2.62	1.96	2.13	1.00	0.086	0.065	5.52	1.449	1.98	0.050	0.014
NBS 341	1.81	1.23	2.44	0.92	0.024	0.007	0.152	20.32	1.98	0.010	0.012
NBS 342	2.45	2.14	2.85	0.369	0.020	0.014	0.14	0.023	0.032	0.009	0.005

(2) 調査内容：

- ① 試料の前処理条件の検討：分解時の最適 HNO_3 濃度、 HF 添加が装置におよぼす影響および分解後に用いる適正ろ過材について調査した。
- ② 高周波燃焼条件の検討：助燃剤として W 、 Cu 、純 Fe 、 Sn を用いて最適条件を調査した。
- ③ 標準化方法の検討：JSSおよびNBS標準試料を用いて遊離炭素分析の標準化方法を検討した。
- ④ 本法と電量測定法の比較：標準試料および実際試料を用いて両者の比較分析を行なった。

4. 結果

(1) 試料の前処理条件については、JIS法で規定されている通り HNO_3 (1+1)を使用し、分解困難な試料については、更に HF を添加した。

この HF は、その後入念な洗浄、乾燥により完全除去し、分析装置へ悪影響を及ぼさないことを確認した。

(2) 助燃剤としては、表2に示すように Sn キャップまたは、 Sn キャップ+ W + Cu が最も良好である。

これは、本装置の燃焼条件の特徴として、ルツボの上部より酸素を吹きつけ、試料の燃焼が高温で急激に行なわれるためと考えられる。

(3) 標準試料を用いて標準化方法を検討した結果、T.C値にて十分標準化できることを確認した。

(4) 本法と電量測定法との比較分析を行なった結果、表3に一例を示すように両者は殆ど差なく、日常分析に十分適用できることを確認した。

表2 助燃剤の設定

助燃剤の種類	燃焼状況	G.C 分析結果		
		標準値(%)	分析値(%)	評価
W	やや不良	1.96	1.83	不良
W+純Fe	不良	1.96	1.66	不良
W+Cu	良	3.17	3.07	やや不良
Sn	良	3.17	3.11	良
Sn+W+Cu	良	3.17	3.13	良

表3 本法と電量測定法の比較例 (%)

標準試料	標準値	本法	電量測定法
JSS 111-1	3.17	3.12	3.08
NBS 342	2.14	2.12	2.11
NBS 115a	1.96	1.95	1.95
NBS 82a	1.71	1.68	1.70
NBS 341	1.23	1.26	1.22