

(321)

住友金属工業(株)中央技術研究所 猪熊康夫 ○落合崇
 楠元佑児

I. 緒言

鋼質改善のためには鋼中の水素の低減が重視されている。溶鋼及び溶着金属中の水素含有量は主として製鋼スラグ及び溶接フラックスなどに含まれている水素に由来していると考えられている。したがって、鋼材ならびにその溶接構造物の品質向上にはこれら化合物中の水素量を正確に把握し、鋼材への侵入を抑制する対策を講ずることが必要である。従来これらの水素量は黒鉛、Al、Tiなどを還元剤に用いて高温(1200~1600°C)で水素を抽出する方法が行なわれてきたが、試料採取量が少ないためバラッキが大きい、さらにふっ化物含有率の高い試料には適用できないなどの問題があった。そこで、ふっ素含有スラグ中水素定量の精度向上をはかるため、酸素気流中で加熱して水として抽出し、CaO炉を用いてふっ化物や硫黄化合物の影響を除去する方法について検討を行なった結果、精度の良好な分析方法を確立することができたので報告する。

II 分析方法

磁性ボートに秤取した試料(3~10g)を図1に示す様に酸素気流中で1200°Cに加熱し、スラグ中の水素をすべて水として酸化抽出する。抽出ガス中に含まれる妨害成分はCaO炉(500°C)で除去し、酸素気流中の水をカールフィッシャー滴定法により定量し、試料中に含まれる水素量を算出する。

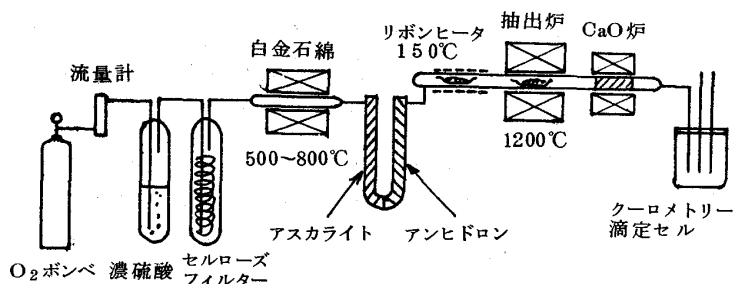


図1. スラグ中水素分析装置

III 検討結果

1. 抽出温度の影響

スラグ及びCa(OH)₂を用いて抽出温度と分析値との関係を調査した結果、Ca(OH)₂は400°C、電気炉スラグは500°C、転炉スラグは800°C以上で一定の値を示した。(図2)

2. 分析用ボート材質の影響

磁性ボートと高アルミナボートを比較した結果、前者は試料と反応して比較的低温で溶解し高値を示す傾向があるため、1200°C以上の高温で分析する場合は高アルミナボートを使用すべきである。

3. CaO 炉の効果

F及びSの影響を調査するため、CaF₂及びSを加えたCa(OH)₂の水素分析をCaO炉付とCaO炉無しの状態と比較した結果、CaO炉無しでは低値を示すことが判明した。(表1)

4. 精度及び正確度

転炉スラグを用いて本法と真空還元抽出法とを比較した結果、H₂50ppm水準において後者は3.2ppmの再現精度であるのに対し、本法は1.9ppmと良好な精度を示した。正確度についてもKH₂PO₄の水素回収率で99.24%と良好であった。

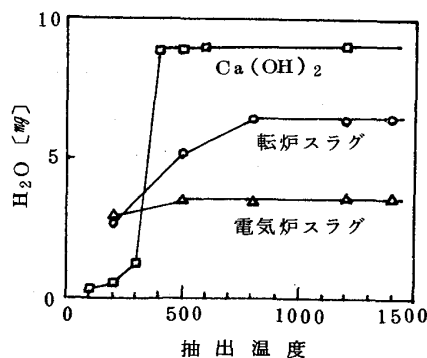


図2. 抽出温度の影響

表1. 水素分析結果 [μg]

試料	CaO炉無し	CaO炉付
CaF ₂ 2.0g	100	170
Ca(OH) ₂ 20mg	545	560
Ca(OH) ₂ 20mg+S 0.1g	504	611
S 0.1g	-100	50