

(329) 水素気流中加熱抽出法による鋼中非金属元素の状態分析

新日本製鐵(株) 製品技術研究所 大坪 孝至 ○宮坂 明博
安田 浩

1. 緒言

従来鋼中の析出物・介在物の状態分析に用いられている電解抽出分離法などの湿式分離法は、極微細粒の溶解やろ過もれなどにより誤差を生ずるといった難点を有する。これに対し、水素気流中加熱抽出法は鋼試料を水素気流中で加熱し各元素の存在状態による抽出温度の差により分別定量するもので、既報において窒素について述べたようにこれらの難点を有さず地鉄から非分離で分析可能であり、複雑な操作を必要としない。この方法は窒素のみならず他の非金属元素の状態分析にも非常に有効である。

本報告では炭素・イオウの状態分析への適用性について述べる。

2. 実験装置および方法

図1に今回使用した装置のブロック・ダイアグラムを示す。精製装置により精製された水素ガスを流した中で鋼試料(微細切粉あるいは薄板)を等時昇温加熱し、試料中の炭素、イオウ、窒素などを各々の水素化物として抽出し定量する。水素中の微量複数成分ガスを同時に、しかも時間的変化とあわせて測定するために定量系として4重極型質量分析計を用い、被測定ガスの一部を連続的に直接導入する方式とした。測定およびデータ処理(フラグメント補正など)はコンピュータによりオンライン実時間で行なわれる。

3. 結果

(1) 図2に加熱抽出曲線の例を示す。鋼中の複数の非金属元素を同時に定量分析することが可能である。

(2) Fe-S系試料では500°C付近、Fe-Mn-S系試料では850~900°Cおよび1100~1150°C付近にそれぞれイオウの抽出ピークがある(図3)。後者ではMn/S比により2つのピークの比は変化するがピーク温度は変化しない。

(3) 炭素は200°C以下から抽出が開始され350~400°C、600~700°Cに顕著なピークがある。他にもいくつかのピークがあり、これらの量は熱処理により変化する。

(4) 加熱抽出後の試料中の残留量はC < 5 ppm, S < 1 ppm, N < 5 ppmでほとんど完全に抽出することができる。

1) 川村, 大坪, 森: 鉄と鋼, 60 (1974), 108

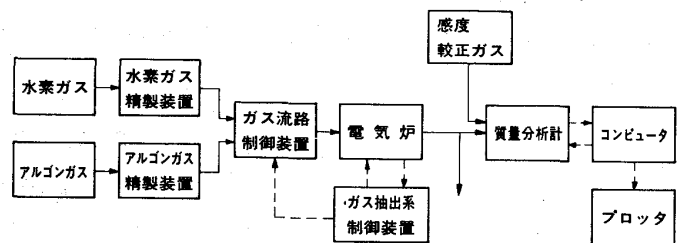


図1 装置のブロック・ダイアグラム

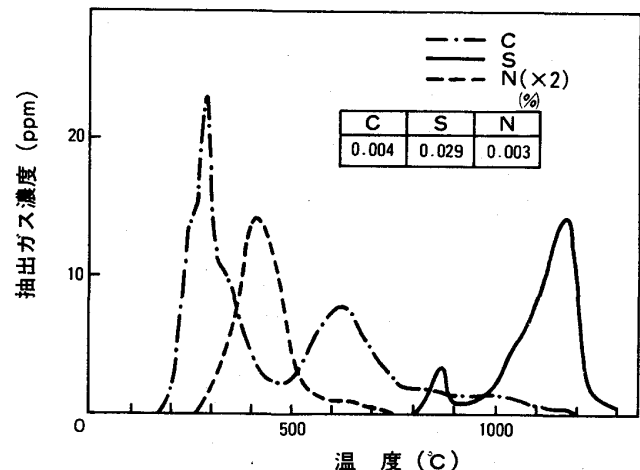


図2 加熱抽出曲線の測定例

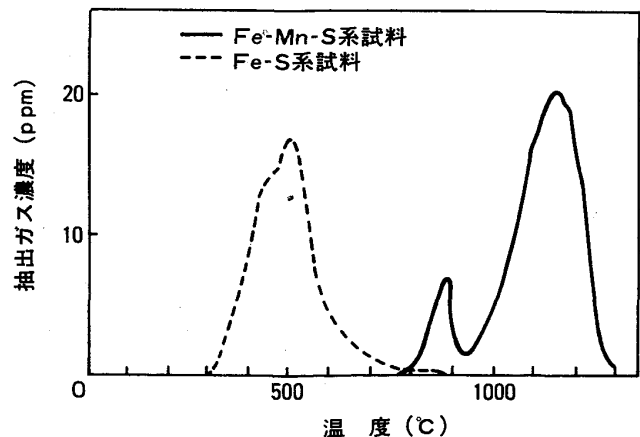


図3 鋼中イオウの加熱抽出曲線