

(446) 鉄鋼中微量硫黄定量における試料燃焼条件の検討

川崎製鉄(株) 技術研究所 針間矢宣一 内山弘一

1. 緒言: 脱硫技術の進歩に伴って、極低硫鋼が製造されるようになり、微量硫黄の高精度分析の要求が強くなっている。鉄鋼中微量硫黄定量の標準的方法には、還元蒸留メチレン青吸光度法が規格化されつつあるが、工程管理分析法としては作業性に欠ける難点がある。近年、赤外線吸収法の高感度な分析装置も市販されているが、燃焼法による硫黄定量を確度よく行うには、助燃剤の種類と量、発生ダスト、鋼種による影響など分析精度に関する種々の問題がある。助燃剤にWを用いた高周波・高圧燃焼による赤外線吸収法における試料燃焼条件について検討し、種々の知見が得られたので報告する。

2. 実験方法: LECO社IR32SP型を使用して実験した。W及びるつぼはLECO社製を用いた。硫黄の燃焼法は、標準試料との比較法であり、実験試料には規格化される還元蒸留法で定量した試料を用いた。

3. 結果と考察: (1) 高周波燃焼炉を用いた試料燃焼による硫黄定量値は、試料中C含有率の影響を受け、C含有率に応じた助燃剤(W)量を十分検討する必要がある。その関係を図1に示した。設定した装置校正条件での定量値を100%とした場合、0.1% C未満の試料では、Wを添加しなくてもほぼ100%の発生率を示す。また、0.1% C付近の試料はW量の影響が最小となり、ほぼ100%の発生率であって、硫黄定量用標準鋼は、この付近のC含有試料を選択すべきである。試料: W = 1 : 2 とすれば、1% C鋼まで比較的安定した発生率を示すが、1% C以上の試料ではW量を増量する必要がある。

(2) Wを助燃剤として試料を燃焼させた残渣中にFeとWの合金片が生成することは、炭素定量における前報¹⁾で詳細に述べたが、硫黄定量においても同じ影響があり、その結果を表1に示した。低C試料ほどまたW量が多いほど合金片は大粒となり、硫黄定量値も低下する。合金片中の硫黄量を補正すれば含有量に一致する。この結果は、図1の結果とも一致している。0.1% C以上の場合は、合金片生成量は考慮する必要はない。

(3) その他、鋼種による燃焼ダスト発生量と硫黄吸着量の関係、分析精度などにも言及する。

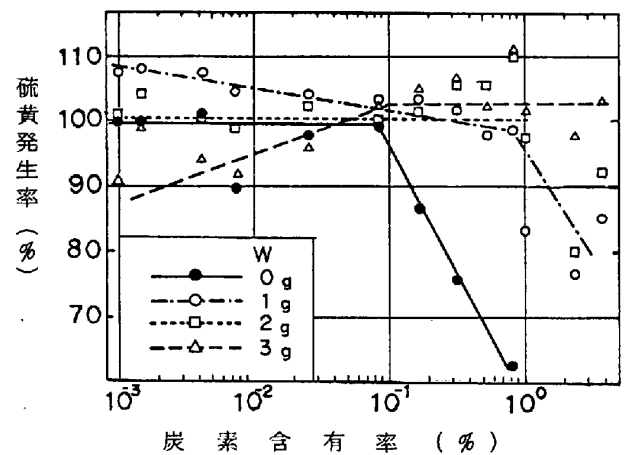


図1 S発生率と試料中C量及びW添加量の関係

表1 助燃剤(W)量と合金片生成量の関係

Sample (%)	W (g)	S found (μg)	residual metal		Total S (μg)
			(mg)	S (μg)	
A (0.001)	1	49.2	174	-	49.2
	2	46.3	597	1.2	47.5
	3	41.6	1492	5.2	46.8
B (0.002)	1	80.8	127	-	80.8
	2	77.7	552	2.5	80.2
	3	73.9	1266	6.2	80.1
C (0.09)	1	88.5	60	-	88.5
	2	86.2	248	1.8	88.0
	3	88.0	-	-	88.0
D (0.17)	1	62.0	70	-	62.0
	2	61.0	300	0.9	61.0
	3	62.9	-	-	62.9
E (0.32)	1	77.2	53	-	77.2
	2	80.5	232	0.8	81.3
	3	80.8	-	-	80.8

(文1) 針間矢, 岡野: 鉄と鋼, 66(1980)552