

1 緒言

鉄鋼中の炭素定量は、高周波燃焼-赤外線吸収法(以下HF-IRと略記)が主に採用されている。本法は、絶対法でないで、正確な値を求めるには、化学量論的基準物質を用いて検量線を作成する必要がある。この場合、問題になるのは、基準物質の選定とその回収率、検量線の直線性、測定精度などが考えられる、これについて検討を行なつて最適測定条件を確立し、更に各種市販標準試料の定量を行なつて標準値について評価を加えた。本法は、ISO/TC17/SC1 国内委員会に提案しISO規格化の一環として検討していただく予定である。

2 実験方法

用いた装置は、LECO社製CS-144型である。基準物質は、サッカロース、炭酸ナトリウム、炭酸カルシウム、フタル酸水素カリウム、シュウ酸ナトリウムをそれぞれイオン交換水に溶解した溶液をスズカプセルおよびガラス繊維ろ紙に添加した。また基準物質をそのままスズカプセルに秤り取り、それらを供試料としてつぼに入れ、実際試料と同条件にするため純鉄および助燃剤を入れて燃焼し炭素量を測定した。

3 実験結果

(1) 基準物質の選定：10ppm以下については、サッカロース溶液、10ppm~20ppmは、シュウ酸ナトリウムをそのまま用いるのが最も良好であった。

(2) 検量線の直線性：水素の多量に含む基準物質から燃焼時発生する水および、溶液の乾燥不十分による水の影響によつて抽出曲線がテーリングを起し、検量線が湾曲するが、サッカロース溶液(10ppm/100μl)を100μl添加する時、乾燥条件をスズカプセルで80℃120分、ガラス繊維ろ紙で110℃30分乾燥すれば恒量となり、このサッカロース量の水素では影響は認められず、検量線の直線性も良好であった。また10ppm~20ppmでは、水素を含まない炭酸ナトリウム、炭酸カルシウム、シュウ酸ナトリウム共良好な直線性が得られたが、正確度の点からシュウ酸ナトリウムが最も良好であった。

(3) 測定精度：Table. 1 に示すように質量補正をすることにより繰返し精度が約2倍向上した。0.5ppm~10ppm Cでの検量線の回帰精度は、0.04~0.05であった。

(4) 市販標準試料の評価：0.05%~1.5%の炭素含有率の範囲において、JSSは $\bar{d} = -16.3$ ppm (n=20), BAMは $\bar{d} = -14.1$ ppm (n=8), BCSは $\bar{d} = -5.3$ ppm (n=15), NBSは $\bar{d} = 5.4$ ppm (n=15)とNBS以外は、全て若干低めであった。本法基準物質により求めた値と標準値との関係をFig. 1に示す。

Table 1 Repeatability of Calibration technique(n=10)

	Before correction	After correction
\bar{x}	7.594 mg	7.640 mg
R	0.190 mg	0.087 mg
σ	0.0564 mg	0.0282 mg
CV	0.74%	0.37%

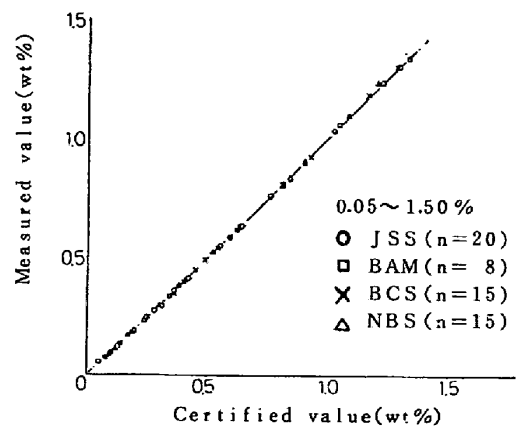


Fig.1 Comparison with measured and certified value