

1. 緒言

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、極微細析出物・介在物のろ過もれや溶解などにより抽出率を低下させるという難点を有する。これに対してHHE法は鋼試料を水素気流中で加熱し、各非金属元素の存在状態による抽出温度差により分別定量するもので、既に鋼中窒素、炭素の状態分析法として適用可能であることを報告している<sup>(1)~(3)</sup>。本報告では鋼中非金属元素のHHE法に関する研究の一環として鋼中硫黄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

測定には既報<sup>(4)</sup>と同じ装置を使用した。実験試料にはTable 1に示した社内基準試料を使用した。鋼中硫黄を存在状態別に定量するために、鋼試料の粒度、昇温速度等の抽出条件によるHHEピーク間分離とHHE開始温度を電顕観察ならびに硫化物の標準自由エネルギー等から考察し、最適抽出条件を決めた。

3. 結果

1)試料粒度44~47 μm, 昇温速度30~100 °C/hrの条件下で最適のHHEパターンが得られる。

2)試料Aでは500 °C, 試料Bでは880 °Cおよび1050 °C, 試料Cでは500 °C, 880 °Cおよび1150 °Cに、それぞれ硫黄のHHEピークがある。(Fig 1)

3)硫化物のHHE開始温度を鋼中硫化物の標準自由エネルギー/温度 (Fig 2) 上のHT線 (硫化水素の定量下限0.03 ppmを硫黄ポテンシャルに換算しプロット) と交差する温度で見ると、FeSは110 °C, MnSは590 °C, TiSは900 °Cであり、実験での抽出開始温度に対して多少の差がある。これは試料表面の酸化層の水素還元温度および鋼中硫黄の拡散速度などの影響と考えられるが、基本的には一致している。

文献

- (1): 川村, 大坪, 森 鉄と鋼, 60 (1970), 108
- (2): 大坪, 宮坂, 安田, 吉田 鉄と鋼, 66 (1980), S 399
- (3): 大坪, 古川, 宮坂 鉄と鋼, 67 (1981), S 1099
- (4): 大坪, 宮坂, 安田 鉄と鋼, 65 (1979), S 357

Table 1. Chemical composition of specimens (%)

specimen	C	Si	Mn	P	S	Ti	sulfide formula
A	0.003	0.002	0.002	0.005	0.019	-	FeS
B	<0.01	0.17	0.15	0.001	0.019	-	α-MnS
C	<0.01	<0.01	<0.01	0.001	0.097	0.098	FeS, Fe <sub>1.2</sub> Ti <sub>0.2</sub> S <sub>2</sub>

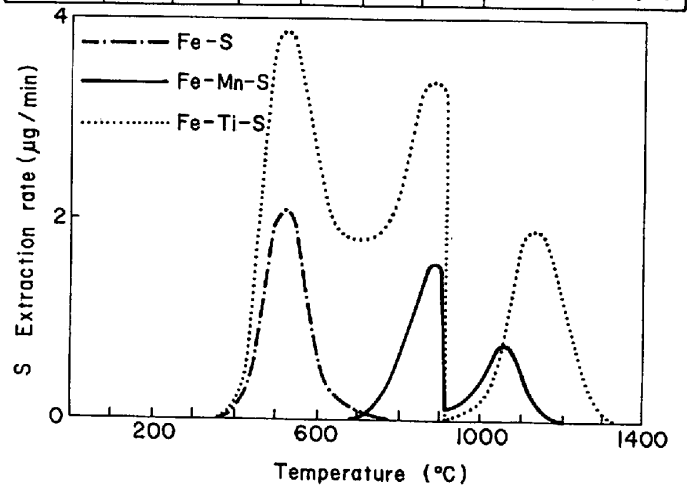


Fig. 1 Hot extraction curve of sulfur in various samples.

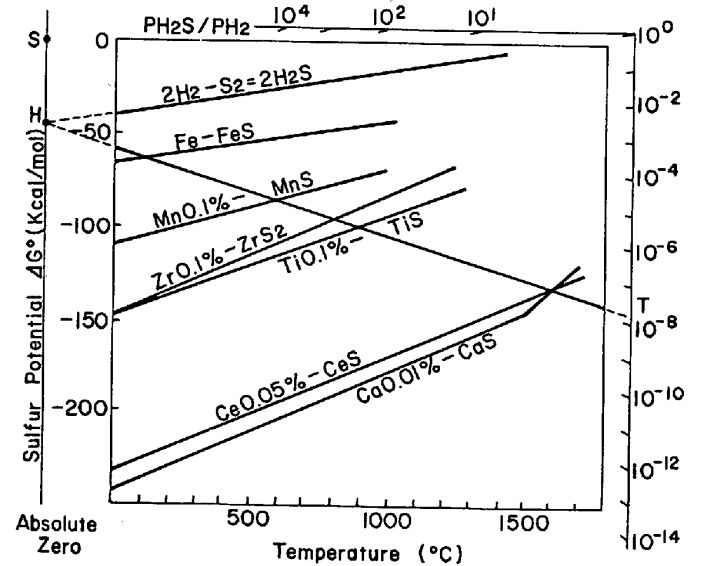


Fig. 2 Free energy-temperature diagram for sulfides in steel.