

(779) 水素還元法による鋼中微量酸素定量用試料の前処理方法

日本鋼管(株) 福山製鉄所 石井照明 徳永寿巳
石橋耀一 ○吉岡 豊

1. 緒言 近年製鋼技術の高度化により清浄鋼が大量に生産され、これにともない鋼中微量酸素の正確な定量が必要になっている。微量酸素定量における問題点として、試料前処理過程で磨擦熱により試料表面に酸化層が発生し定量値に影響を与えることは良く知られており、例えば金やすり研磨法は数ppm高値を与える。この表面酸化層を除去する方法としては電解研磨法が最適であることが報告¹⁾されているが、処理時間が長く大量処理するには問題がある。この作業性を改善することを目的として本実験では表面酸化層を迅速かつ作業性良く除去する方法として水素還元法を検討した。

2. 実験方法 1) Table 1に示す条件で0.5gのブロック状供試料を水素還元し、酸素値の定量にはLECO製TC-136型酸素分析装置(不活性ガス溶融-赤外線吸収法)を用いた。2) 供試料は、水素還元の際の初期表面酸化層の水準を変化させるため、実用鋼を金やすり研磨の後、マッフル炉(600℃, 大気雰囲気)に入れて時間を変えて酸化させて作った。

Table 1 Conditions for the reduction by hydrogen .

Furnace		Infrared heating
Reactor tube	Size	Inner diameter ; 26 mm Length ; 600 mm
	Material	Quartz
Hydrogen gas flow rate		1 l/min

3. 実験結果 1) 30ppmの初期表面酸化層をもった試料の場合の還元時間と還元率の関係をFig. 1に示す。これより還元温度が600℃の場合は還元により表面酸化層が完全に除去される時間は30秒間であり、また時間を60分間に延長しても還元され過ぎることはなかった。2) 600℃で60秒間の水素還元をおこなった場合の定量結果を、金やすり研磨法の場合とともにFig. 2に示す。本法によれば電解研磨法と比べて同等の結果が得られた($\bar{d}=+0.2\text{ppm}$, $\sigma_d=1.6\text{ppm}$ 但し $n=20$, 酸素 $\leq 40\text{ppm}$)。3) 本法による前処理は有機溶媒などを使用することなく、10試料当り10分程度で処理可能である。

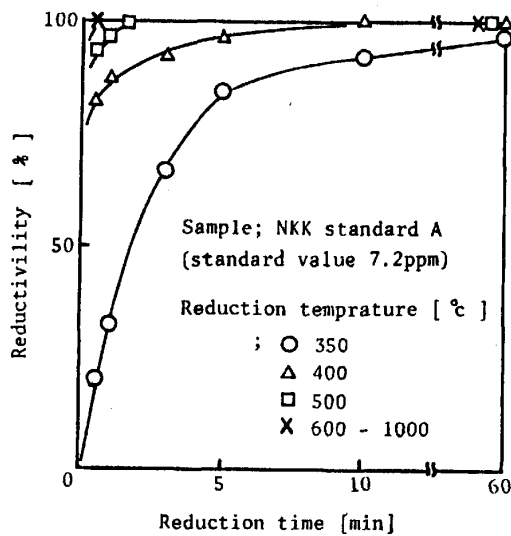


Fig. 1 Relation between reduction time and reductivity.

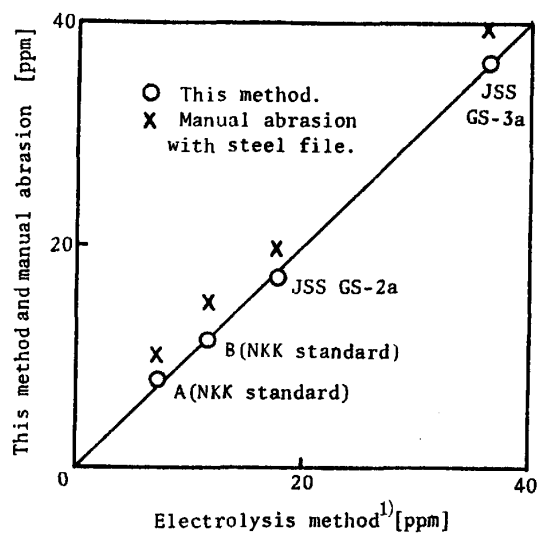


Fig. 2 Analytical results.

文献 1) 井樋田睦ほか: 鉄と鋼, 67(1981), S411