

I 緒言

近年の高純度鋼の開発に伴い極微量成分を分析する必要性が増えている。鋼中炭素については10ppm水準までの分析が要求されているが、現在一般に使用されている高周波加熱燃焼-赤外線吸収分析法では検出器の感度は十分にあるにもかかわらず、各種ブランクの管理が困難なために必要な分析精度が得られていない。このためブランク値の把握が容易な抵抗加熱炉燃焼法に電気伝導度検出器を付けて微量炭素分析法の検討を行い、微量分析を行う場合の2,3の知見を得たので報告する。

II 実験方法

試料燃焼部と吸収セルはWösthoff社製のCarmomatのものを用いた。Carmomatの導電率測定方法は吸収液の導電率測定セルと比較用の導電率測定セルとでKohlraush bridgeを作り、導電率の変化をサーボモータに連動したポテンショメータで検出しているが、機械的な素子が入っているために感度を上げるのは困難であった。そこでphase locked ampを用いるDionex社製Ino chromatograph用の導電率計を用いて吸収セルの導電率を測定した。導電率計からの出力信号はA/Dコンバータを介してマイクロコンピュータに取り入れ、スムージングや微分のデータ処理を行った。

III 結果

1. 燃焼ガスを吸収した時の導電率の変化はFig. 1に示すようにベースラインのシフト量でCO<sub>2</sub>量に対応する情報が得られる。このシフト量を求めやすくするために25点のスムージングを入れた微分信号を求め、ピーク面積から炭素量を求めた結果、1μg以下まで十分読取れる感度を得られた。
2. ショ糖標準溶液をガラスフィルターに付ける方法で検量線を作成した結果、Fig. 2に示すように良好な直線関係が得られた。
3. ブランクについては、分析する直前に試料ボートを空焼し、赤熱した状態のボートにCu助燃剤を入れることによりブランク値を1μg以下にできることを確認した。
4. 試料の付着物は430℃前後の低温部に試料ボートを置くことによりFig. 3に示すように確認できる。この方法で試料前処理法を検討した結果、有機溶剤で洗浄したのちさらにH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-HF系化学研磨液で処理することにより付着物が除去できることが判明した。
5. 本分析法で市販標準試料を分析した結果、大部分の試料で標準値に対して数ppm低値となることが判明した。

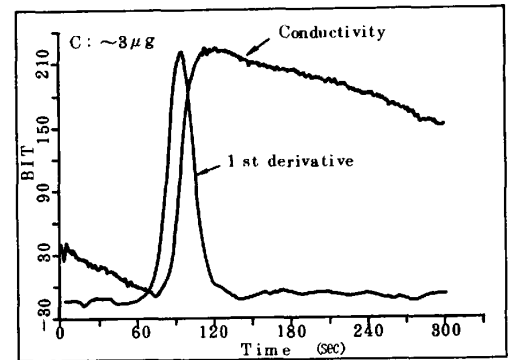


Fig. 1 Typical observed signal

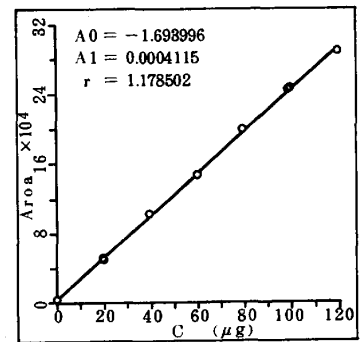


Fig. 2 Calibration curve of C with sucrose sample

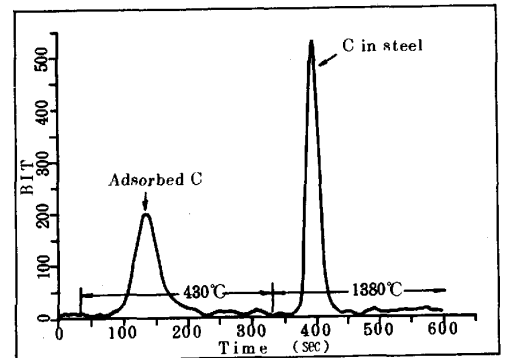


Fig. 3 Typical signal of adsorbed C and C in steel