

(412) 鋼中微量炭素の分析
(高周波加熱燃焼-赤外線吸収法)

住友金属工業(株) 中央技術研究所 猪熊康夫 ○ 楠元佑児

1. 緒言

絞り用冷延鋼板等, 鋼材の高純度化に伴ない, 鋼中ppオーダーの炭素分析が要求されるようになってきた。しかし, ppオーダーに信頼のおける鉄鋼標準試料の入手が困難だったので, 我々は抵抗加熱炉燃焼-電気伝導度法による化学量論に立脚した定量法を開発し, 鉄鋼標準試料の標準値を決定してきた。しかし, この方法には作業性及び高合金鋼への適用に難点があるので, 現在一般に使用されている高周波加熱燃焼-赤外線吸収法について微量炭素分析法の検討を行い, 精度, 迅速性, 操作性及び適用鋼種拡大化において優れた定量方法を確立し得たので報告する。

2. 実験方法

実験はLeco CS-144を用いて行った。本装置はC, Sとも0.1pp表示であるが, 炭素は数%まで定量するため, 微量分析の場合, SN比が劣りppオーダーの測定が困難だったので, 検出器を高感度用のものに取り換え, 試料燃焼用の酸素も高純度化(O₂ > 99.995%の充填ガス又は浄化装置による処理ガス)をはかった後, 下記条件で微量炭素を測定した。

- (1) 検量線: 改良カーモットの分析値(抵抗加熱炉燃焼-電気伝導度法)を基準にして作成,
- (2) 分析試料: 化学研摩〔H₂O₂ + HF(1%)溶液に5分浸漬〕を行い, 処理後10分以内に測定,
- (3) るつば: 1000℃空气中で空焼後, 直ちに使用,
- (4) 助燃剤(粒状Cu): 空焼炉から出した赤熱状態のるつば内に装入して加熱酸化処理を行う,
- (5) 試料燃焼時間: 50秒

3. 結果と考察

(1) 試料表面の付着炭素はFig. 1に示したように, 430℃の酸素気流中で加熱することにより除去できることを確認した。この方法を基準にして化学研摩法について検討を行った結果, H₂O₂-HF系溶液で処理することにより付着炭素を除去できることも確認した。

(2) CS-144のデータ処理方式では, Fig. 2に示したようにベースラインの取り方に問題があり, 定量結果は高めの値となっていることがわかった。この問題はデータ処理方式の改良と高純度酸素ガスの使用により解決できた。しかし, CS-144のデータ処理方式でも上記改良を行い, 改良カーモットの分析値を基準にしてブランク補正を行えば, 正確度は大幅に改善され実用可能なことも確認できた。

(3) 本法の実試料による再現精度は, 4pp水準の試料で, 変動係数にして4%以下と良好であった。次に, 各鋼種の試料を用いカーモットの値と本法の値の比較を行った結果, Fig. 3に示したように, バイアスはなく, 回帰精度も標準偏差で0.68ppと非常に良好であった。

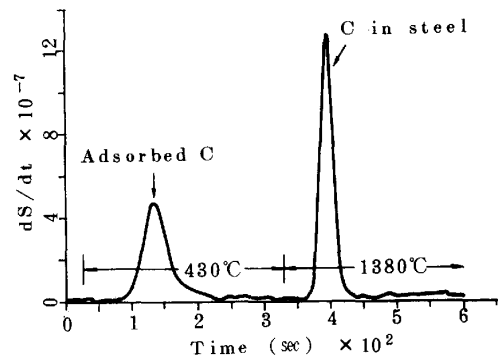


Fig. 1. Measuring result of adsorbed C and C in steel

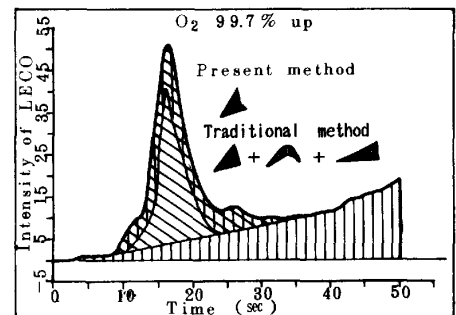


Fig. 2. Measuring result by CS-144

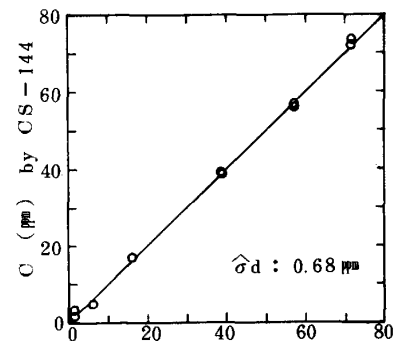


Fig. 3. Comparison of analytical results between Leco CS-144 and Wösthoff Carmomat (detector is improved)

1) 猪熊康夫, 落合崇: 鉄と鋼, 70, (1984) S 290