

(268) 非水溶媒滴定による鋼中微量炭素分析法の研究

富士製鉄 中央研究所 川村和郎 工博渡辺四郎
O内田虎男

1 目的

最近高純度鋼の研究に伴い鋼中の微量炭素量を迅速かつ正確に定量することが要求されている。一般に炭素定量法は燃焼法が広く用いられ、その測定方法の違いにより電気伝導度法、熱伝導度法、電量法等があり操作も簡便化し大部分が半自動化された装置で能率よく定量されている。しかしこれらの装置で微量炭素を定量する場合、その分析試料に見合う標準試料が入手し難いことあるいは装置の違いにより定量値に偏差を生じることが多々ある。そこで我々は微量炭素の絶対測定の一歩を認め非水溶媒滴定法について検討をおこなった。

2 装置

(1)燃焼装置 空実験値を減少させかつ一定に保つたため従来の酸素ガス洗淨装置に若干の改良を加えさらに空焼後の燃焼ボートの冷却装置をつけ加えた。燃焼炉は横型管状炉を用い試料挿入口から過剰の酸素ガスを放出することにより大気中の炭酸ガスの妨害を除いた。

(2)吸収セル 内容積約30ml、外径25mm中の円筒形セルに白金電極および塩化カリウム飽和メタノール溶液を含むカロメル電極をそれぞれ極間約50mmの間隔でとりつけた。

3 実験方法

鉄鋼試料を1350℃酸素気流中で燃焼させ発生する炭酸ガスを適当な有機溶媒と反応させて捕集し、テトラ- α -ブチルアンモニウムヒドロオキサイド標準溶液でPHメーターを用いて滴定する。この消費量より炭素量を求める。

以上の定量操作により基礎実験として各種溶媒に対する炭酸ガスの吸収率と酸素ガス量、燃焼促進剤空実験値、炭酸ガス発生率等について検討した。

4 実験結果および考察

(1)炭酸ガス吸収剤としてアセトン、ピリジン、ジオキサン、ジメチルホルムアミド等の種々の有機溶媒で吸収率を調べた結果アミン化合物が最も適当であることがわかった。

(2)酸素ガスは吸収セル中の炭酸ガス通過層の長さや燃焼ガス出口の径に依存するが本装置では毎分150mlで充分であった。

(3)燃焼促進剤は普通炭素定量法で使用する鉛とその酸化物、銅とその酸化物、および錫について空実験値の大小や燃焼後の残渣の溶融状態或いは発生率などを調べたところ酸化銅が極めて良好な結果をあらわした。

(4)全操作を通じて空実験値(酸素ガス、ボート、燃焼促進剤)は3 μ gであり実際試料の分析結果は炭素量0.0011%でC.V. 7.3%, 0.0043%でC.V. 1.6%であった。これよりわかるように空実験値の大きさを考慮して定量下限は0.0005%程度である。

(5)テトラ- α -ブチルアンモニウムヒドロオキサイド標準溶液の検定は安息香酸-ベンゼン溶液を用いて行う。この理論力価で実際試料を分析すると約10%程度低値を与えることがわかった。この原因については先づ発生率が考えられるが定電位電解により炭素を分離定量した場合と比較した結果或る種の試料では20%程度差を生じたが全般的にはなお明確にし得ないところがある。