

## (299) 臭素メタノール法による鋼中の酸化介在物の定量

住友金属 鋼管製造所 東出秀雄 ○老田昭夫

## I 緒言

鋼中の酸化介在物の定量法としては種々の方法があるが、従来から酸溶解法が操作の簡易なことから広く用いられている。しかしこの方法は酸化介在物の回収率が悪いことが大きな欠点である。そこで酸化介在物の回収率がよく、適用範囲、作業性も優れていると思われた臭素メタノール法について検討した。

## II 分析法の概要

試料(17% $\phi$ ×1.2% $\phi$ )約10gをフラスコに秤取し、試料1gにつきメタノール20ml、臭素2.4mlを加え、約60℃の水浴中で攪拌分解する。試料分解後さらに30分間攪拌した後、抽出残渣をろ紙(5種C)でろ別する。残渣は灰化後、炭酸ナトリウムと硼砂で融解したのち、塩酸溶液とし、溶液発光分光分析法によって酸化物を定量する。

## III 検討結果

1 試料の前処理；試料は下記の熱処理を行なうことにより、炭素化合物の固溶及び試料の分解時間や抽出残渣のろ過時間を短縮することができる。

炭素鋼及び低合金鋼：1200℃×20分、空冷、ステンレス鋼：1200℃×20分、水冷

2 抽出残渣のアルカリ処理；上記熱処理条件では低合金鋼のみ試料分解中にシリカゲルが析出することがわかった。このシリカゲルについては約90℃に加温した水酸化ナトリウム溶液(5%)50mlをろ過器内の分離残渣に注いで、10分間処理することにより除去することができる。

3 抽出残渣の分析；溶液発光分光分析法の確立により、多成分同時分析が可能となり、分析時間の短縮を図ることができた。

4 分析結果；表1の試料について分析した結果を表2に示す。炭素鋼及びステンレス鋼については抽出残渣のアルカリ処理をしなくても、酸素分析値とよく一致した結果が得られる。低合金鋼についてはアルカリ処理を行なって、シリカゲルを除去すれば、酸素分析値とよく一致した結果が得られる。

表1. 試料の化学組成

(%)

| 符号 | 鋼種                 | C    | Si   | Mn   | P     | S     | Ni   | Cr    | Mo   | Cu   | sol Al | N <sub>2</sub> |
|----|--------------------|------|------|------|-------|-------|------|-------|------|------|--------|----------------|
| A  | 炭素鋼                | 0.14 | 0.29 | 0.46 | 0.020 | 0.010 | —    | —     | —    | —    | 0.003  | 0.0054         |
| B  | モリブデン鋼             | 0.14 | 0.26 | 0.45 | 0.007 | 0.017 | 0.02 | 0.02  | 0.56 | 0.03 | 0.002  | 0.0046         |
| C  | クロム<br>モリブデン鋼      | 0.10 | 0.39 | 0.48 | 0.012 | 0.006 | 0.07 | 2.23  | 0.95 | 0.05 | 0.005  | 0.0039         |
| D  | 18Cr-8Ni<br>ステンレス鋼 | 0.05 | 0.43 | 0.47 | 0.014 | 0.009 | 9.00 | 18.20 | 0.22 | 0.03 | 0.003  | 0.0306         |

表2. 分析結果

(%)

| 符号 | 鋼種                 | アルカリ<br>処理の有無 | 抽出残渣の分析結果        |                                |       |       |                                |                  | O <sub>2</sub><br>Cal. | O <sub>2</sub><br>Anal. |
|----|--------------------|---------------|------------------|--------------------------------|-------|-------|--------------------------------|------------------|------------------------|-------------------------|
|    |                    |               | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | MnO   | FeO   | Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | TiO <sub>2</sub> |                        |                         |
| A  | 炭素鋼                | 無             | 0.010            | 0.008                          | 0.004 | 0.002 | —                              | —                | 0.0103                 | 0.0099                  |
| B  | モリブデン鋼             | 有             | 0.008            | 0.006                          | 0.004 | 0.001 | —                              | —                | 0.0081                 | 0.0078                  |
|    |                    | 無             | 0.012            | 0.006                          | 0.004 | 0.001 | —                              | —                | 0.0103                 |                         |
| C  | クロム<br>モリブデン鋼      | 有             | 0.001            | 0.007                          | Tr    | Tr    | Tr                             | —                | 0.0038                 | 0.0039                  |
|    |                    | 無             | 0.007            | 0.007                          | Tr    | Tr    | Tr                             | —                | 0.0070                 |                         |
| D  | 18Cr-8Ni<br>ステンレス鋼 | 無             | 0.004            | 0.001                          | 0.009 | 0.002 | 0.021                          | Tr.              | 0.0116                 | 0.0122                  |