

(336) フェロアロイの水素分析における試料調製の影響

日本鋼管(株) 技術研究所

○土田 正治

// //

工博 井樋田 睦

1. 緒 言

フェロアロイ中のガス分析は試料の採取位置や調製法の違いによって分析値が大きく異なるが、試料調製や分析法についての系統的な検討による明確な結論は得られていない。最近、高級鋼の溶製が盛んになりその水素が問題となるにつれ、原料であるフェロアロイの水素分析の要望も多いので、試料塊中の水素の代表値を精度よく分析するため、主として試料調製について行なった検討結果を報告する。

2. 検討に用いた分析方法

- (1) アルゴン送気加熱パラジウム透過法(ストレーライン社製): 現在日常法として使用中
- (2) アルゴン送気溶融ガスクロマトグラフ法(国際電気製窒素分析装置を改装転用)
- (3) 真空溶融定容測圧法(自社製酸素分析装置を利用)

3. 検 討 結 果

(1) Fe-Ti の水素: Fe-Ti のような難抽出性の粒状試料はアルゴン送気加熱法では抽出が不完全で低値となるが、16メッシュ通過($<990\mu\text{m}$)の微細な試料に調製し水素の拡散径路を短かくすることによって、アルゴン加熱法でも溶融法と同等の妥当値が得られることがわかった。

(2) 実用フェロアロイの水素: 製鋼現場で最もよく使用されるFMnM, FMnH, Si-Mn, FSiについて各種の検討を行なった。

i) まず、塊状の原試料を破碎し最大15mm以下の粒状部分と16メッシュ通過の粉末とに篩別したものについて各方法で分析した結果、いずれも粉末部分は粒状部に対し2~4倍の異常高値を示した。粒の部分さらに粉末して分析しても粒状で分析したものと同等の値が得られるので、粉末部と粒部分との異常な差は粉末の吸湿などによるものではなく、原試料内の組織的な相違に起因するものと考えられる。さらに粉末試料の吸湿の影響を調査するためにFMnを用い吸湿しないよう注意して破碎した試料をデシケーターのシリカゲル上に数か月保存し十分乾燥したのち、分析室大気中に放置して経時的に水素量の変化を調査したが、吸湿のための影響と思われるような増大傾向は認められなかった。

ii) 次に、試料内の組織的な偏析を避けるためなるべく粉末を出さないように破碎した原試料を二分して、一方は20mm以下の粒状に、今一方は全部を20メッシュ通過($<833\mu\text{m}$)の粉末試料に調製した。この両種の試料について分析した結果、i)とは違ってほぼ同一水準の値が得られた。

しかしフェロアロイ中の水素は前記のような内部の組織的な偏析のほか位置によって差があり、粒状試料では表面層と内質部で大差の出ることが多かった。

4. 確立した試料調製法と分析精度

以上の検討結果から、実用のフェロアロイは内部組織や位置によって水素含有量にかなりの差があるので、試料塊中の水素の代表値を精度よく分析するためには、破碎した試料から所定量を均等に分取して16メッシュ以下に粉碎調製した試料を、測定系の許容範囲でなるべく多量に(2~10g)用いることにした。

このようにして調製した粉末試料と粒試料について、日常法のアルゴン送気加熱法で再現精度を比較した結果、右表の一例に示すとおり、粉末試料が明らかに良好な結果を示した。

試料形状による水素分析値の再現精度の比較

分 析 法	Ar 送気加熱法	
品 名	FMnH	
試料形状	粉 末	粒 状
※ $\bar{x}$ ppm	21.7	20.9
σ ppm	1.66	3.60

※ n = 6