

(338) 高周波燃焼-赤外線吸収法による鉄鋼中のC・S同時定量装置の実用化試験

大同製鋼 (株) 中央研究所 ○成田正尚

1. 緒言

高周波燃焼-赤外線吸収法によるC・S同時定量装置を導入し鉄鋼中のC・S分析の実用化のための検討を行ない、その知見を得たのでその内容を報告する。なお装置はL E C O製CS-44を使用した。

2. 検討結果

- (1) 分析終了後のテーリング現象について高C・高S試料について検討したが、両元素共無視出来た。
- (2) 高周波燃焼部のダストサール交換直後のS分析値は低値を示すので空分析を必要とする。
- (3) アルミナ系破砕ルツボについて空焼きの効果を微量C・微量S鋼を用い検討したが、空焼きの効果は認められなかった。
- (4) ボール盤切削試料を高張ったままルツボへ挿入した時と挿入後鉄棒で押しつぶした場合とで比較した結果前者では試料が完全に溶融しないことがありC・S共バラツキは大きい。後者では試料の溶融の状態も良好でバラツキも小さかった。
- (5) 鉄粉・粒状 Sn ・W粉末の各助燃剤について比較検討したが外観検査では試料の溶融状態には差がなかったが連続くり返し精度としてはW粉末使用の場合が一番バラツキが小さく、鉄粉・粒状 Sn 使用の時のバラツキは大きかった。
- (6) 装置を分析可能な状態にし1時間放置後での再現性としてCについては連続くり返し精度と同程度であったがSについては連続くり返し精度よりもバラツキが大であった。しかし2試料目からの分析値については問題がなかった。
- (7) 0.5g秤量の時鉄鋼標準試料を用いて標準値とカウント値との関係を求めた結果、Cは0.01~3.5%の範囲内で良い直線性を示した。Sは0.01~0.35%の範囲内で0.13%以下と0.13%以上とではそれぞれ底度的に異なる直線性を示すことが判った。次に微量C・微量Sの分析を考慮して0.5g秤量-0.5g重量ダイヤル目盛、1.0g秤量-0.5g重量ダイヤル目盛について比較した結果再現性は多少後者の方が良好である。しかしカウント値としては1:2の関係が得られなかった。
- (8) 0.5g秤量での定量下限を推定した結果C:0.003% S:0.0003%であった。
- (9) 実際試料による日間再現精度および正確度は表Iに示す通りで従来のクーロンC・クーロンSによる精度と同程度であった。

3. まとめ

高周波燃焼-赤外線吸収法によるC・S同時定量装置についての実用化試験を行ない精度・正確度共良好であった。また従来の電量滴定法に比べ分析時間が短縮出来、能率が向上した。

表1 精度・正確度

C					S				
含有率範囲 (%)	n	平均含有率 (%)	日間再現性 σ_R (%)	正確度 σ_a (%)	含有率範囲 (%)	n	平均含有率 (%)	日間再現性 σ_R (%)	正確度 σ_a (%)
<0.1	13	0.04	0.002	0.0021	<0.02	20	0.008	0.0002	0.0043
0.1 ~ 1.0	17	0.40	0.004	0.0104	0.02 ~ 0.10	10	0.055	0.0013	0.00242
1.0 ~ 3.0	8	1.90	0.019	0.0271	0.10 ~ 0.30	9	0.179	0.0028	0.0041