

(358)

543.42°669.14°669.775

カントバックによる鉄鋼中微量Sの分析

日本鋼管(株)技術研究所

○秋吉孝則

富田知旨

1. 緒言

近年鋼材の高品質化につれ、鋼中のS含有量は低減されてきている。しかし炉前急速分析手段であるカントバックの鋼中S定量下限は0.003% (JIS-G1253)とされ、鉄鋼中0.005%以下のS量の分析については信頼性に乏しく、他の方法による分析を必要とした。よってカントバックにおけるS分析の問題点について検討し、他の分析法と同程度の信頼性が得られるよう対策を講じたが、その結果について報告する。

2. 共存元素の影響

(1) スペクトル線の重なり Sの分析線180.7 nmにスペクトル線が重なる元素としてはMn、Al、Ni、等が知られているが、これらの元素について二元系試料により重なり係数を求めた。表1に結果を示す。

表1

共存元素の重なり係数

元 素	重なり係数
Mn	0.0017%/%
Al	0.0021
Ni	0.0003
Cr	0.0004
Mo	0.0006

(2) Mnの影響 Mnはスペクトル線の重なりに加え、MnSの形成による影響がある。MnSの形成による影響はSの発光強度の経時変化(i (強度) - t (時間) 曲線)の違いとなって現われる。Sの i - t 曲線はS含有量が微量の場合は他の元素と同様に一定強度を保つが、S量が増加するかMn量が増加するとS特有の減衰曲線となる。図1にMn量、S量の違いによる i - t 曲線の変化の例を示す。実際のカントバック読取値に対してMnの及ぼす影響の大きさを、S量を変えた試料について調べた結果を図2に示す。Mnの影響補正はS量により層別して行なうことにより良好な結果が得られた。

3. 分析操作における問題点

分析の再現精度に影響する要因のうち、試料そのものの偏析以外に、標準化試料の偏析と発光時の試料温度の変動が、微量S分析においては特に問題となる。標準化試料はそのバラツキを1~2 ppm程度に抑える必要があり、特に高濃度側標準化試料の選定に注意を要す。試料温度は研磨等により容易に変動するが、温度が10℃変動するとCV値で5%程度の変動が生じる。よって検量線作成時、分析時とも常に試料温度を一定に保つ必要がある。

4. 実際試料における分析結果

実際の低硫鋼の分析結果として、20 ppm程度の試料に対し、化学分析値とのバイアス2 ppm以内、日間精度2 ppm以内という良好な結果が得られた。

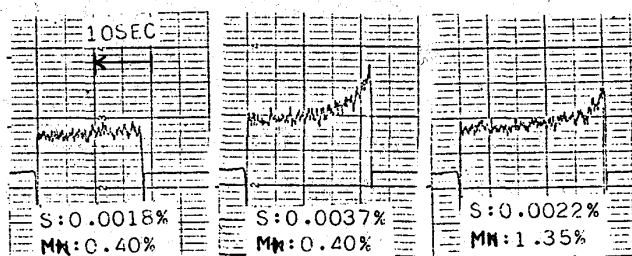
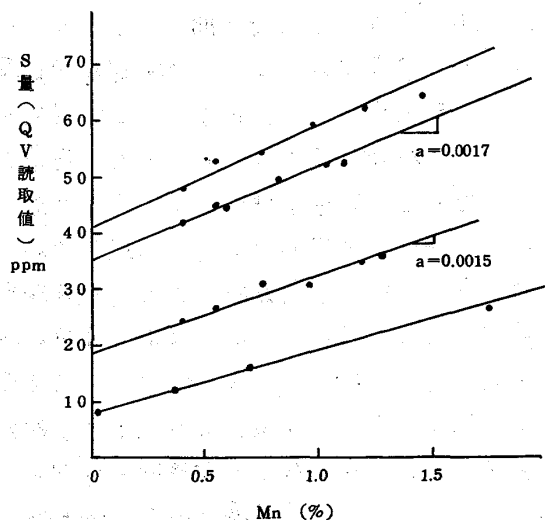
図1. Sの i - t 曲線のS量、Mn量による変化

図2. MnのS分析に及ぼす影響