

(456)

鋼中酸素分析の標準化に関する一考察

川崎製鉄(株)水島製鉄所 工博 遠藤芳秀 ○滝沢佳郎

- 1. 緒言** 鋼中酸素分析には信頼できる化学量論的な絶対法がないため、一般には標準鋼を用いた相対的な方法を採用している。そのため標準鋼の確度評価が重要な意味を持つている<sup>1)</sup>。また、鋼の高級化に伴い微量域での酸素定量が要求されているが、これに対処できる標準鋼が現在見当たらない。これらの問題について筆者らは、標準ガスによる標準化を試み、標準値の確認および微量域での(標準ガス)検量線の適用について検討した。
- 2. 実験** 市販の装置には標準ガス校正用セルを装着したものもあるが、それらのセルを校正する事は不可能である。そこで、まずサンプリングバルブを作製し装置の校正を行つた。また、サンプリングバルブは水銀重量での容積を測定した。実験に使用した装置はLECO製RO-17酸素分析装置(インパルス炉融解—赤外線吸収法)およびLECO製TC-30窒素酸素同時分析装置(インパルス炉融解—熱伝導度法)である。標準ガスはCO<sub>2</sub>(99.999%)およびCO(99.9% up)を用い、RO-17はCO抽出・CO測定用、TC-30はCO抽出・CO<sub>2</sub>測定用である。すなわち、前者はCO標準ガスについて、後者はCO、CO<sub>2</sub>両標準ガスについての標準化検討に用いた。試料は1g(RO-17)および0.5g(TC-30)とし、助燃剤として同量のスズ(LECO製)を加えた。試料として用いた鋼の標準酸素値を表1に示す。
- 3. 結果および考察** RO-17の結果を図1に、CO<sub>2</sub>標準ガスで校正した場合のTC-30の結果を図2に示す。後者についてはCO標準ガスで校正した場合も同様な結果が得られた。これらの結果から、定量値は標準値との等価線上に分布し、よい相関を示すことが明らかとなつた。また、RO-17とTC-30の定量値間に僅差があり、TC-30で分析した試料をRO-17で再分析したところ、差分程度の酸素が抽出された。これは装置の抽出条件の違いによるものと考えられ、このような場合には標準鋼で抽出部を含めた標準化を行い、分析する必要がある。これらの結果から以下の結論を得た。(1)JSS・GS・BAM各試料間に酸素値レベル上の差はほとんどなく、各標準値はほぼ正確である。(2)標準ガスによる校正は可能であり、特に標準鋼のない微量域での標準化には有効な方法である。なお、試料定量時には成分の類似した標準鋼による装置全体のチェックが必要である。
- 4. 参考文献** 1) 吉森ら:鉄と鋼, 65(1979)2, 281

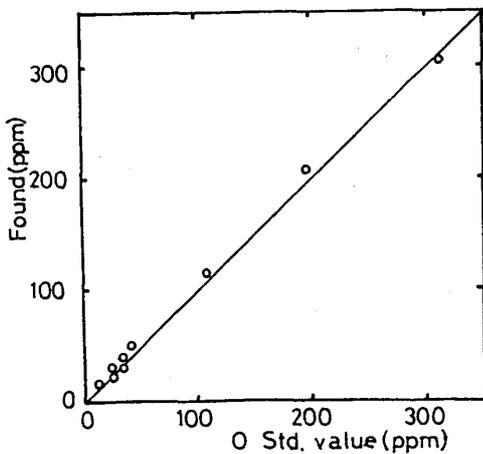


図1 RO-17による定量結果

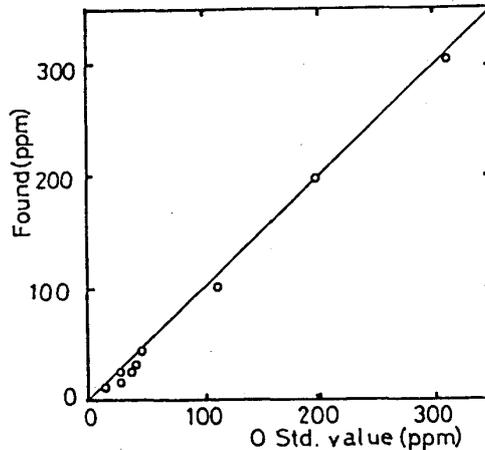


図2 TC-30による定量結果

Sample	Std. value
JSS 181	30 (ppm)
JSS 182	45
GS-2a	17.6 *
GS-3a	38.6 *
GS-4a	198.3 *
BAM ON-1	31
BAM O-4	34
BAM ON-3	113
BAM ON-4	312

\* 推奨値

表1 実験用試料