

(399) インパルス加熱抽出法による鋼中微量酸素の定量

住友金属工業㈱ 総合技術研究所

○猪熊康夫, 遠藤 丈, 安藤雄造

仲山 剛

1. 緒 言

鋼の高級化の一環として製錬技術の進歩は著しく、酸素分析についても10ppm以下を正確に定量することが必要になってきた。鋼中酸素分析にはインパルス加熱・不活性ガス融解法が一般に採用されているが、10ppm以下を精度よく定量するためには、ブランク値の低減と安定化及び分析試料の表面酸素の除去が極めて重要なことがわかった。今回、以下に示す改善をはかりppmオーダーの定量を可能にした。

2. 実験装置及び分析操作

分析計にはアナログ信号の取り出せるLECO社製TC-30型を、アナログ信号のA/D変換及びデータ処理にはWAVE社製TALOS-2型マイクロコンピュータを用いた。定量は、るつぼをSn(1g)と共にHe気流中で1100A・36秒間空焼きした後、直ちに、金やすりで表面研磨した試料(0.5~1.2g)を投入し、900A・30秒間加熱して鋼中酸素を融解抽出し、アナログ出力で取り出されたピークの面積を算出後、検量線を用いて含有率に変換することによって行った。

3. 実験結果と考察

(1) ブランク値の低減化と安定化 ブランクの発生原因には、るつぼに起因するものとキャリアガスに起因するものとがあるが、相互に関連し合っており一般に分離して評価することは困難である。Fig. 1に示すように、るつぼ空焼き後でも、ブランク値は約3ppmと高く、るつぼによってばらつくこともわかった。しかし、3回以上繰り返し使用することにより、ブランク値は大幅に低下して著しく安定し、しかもるつぼによる差も小さくなることがわかった。以上より、同一るつぼを多数回使用するため、Snを添加してるつぼとのぬれを小さくし、3回以上空測定してから使用し、再現精度の向上をはかった。また、Fig. 2に示すように、ブランク値は加熱電流の増加と共にほぼ直線的に高くなった。そのほか、加熱時間及び空焼き後の放置時間も長くすればブランク値が高くなったので、分析条件は鋼中酸素の回収率を優先し、そのほかはブランク値をできるだけ小さくする条件を選んだ。

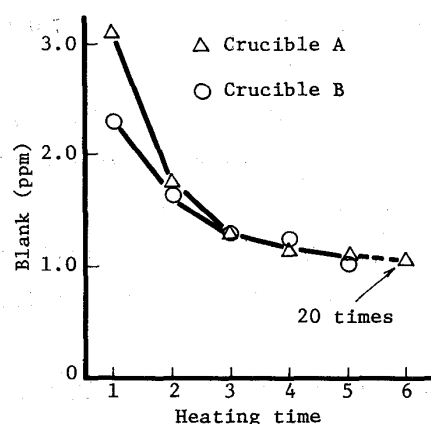


Fig. 1 Effect of heating times in same crucible.

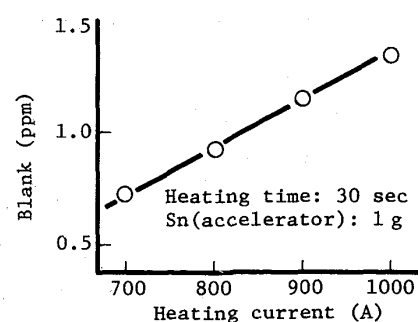


Fig. 2 Effect of heating current of crucible.

(2) 分析精度 表面酸素の除去については種々検討を行ったが、大差がなかったため、操作の簡単な金やすりで研磨する方法を採用した。Table 1に示すように、本法の再現精度は、20ppm以下において約0.5ppmであり、10ppm以下の定量が可能であることがわかった。

Table 1. Reproducibility (ppm)

Number	1	2	3	4	5	$\bar{x}$	σ_m
Sample							
JSS GS2b	15.2	15.1	15.3	16.7	15.7	15.60	0.57
Sample A	6.8	7.0	7.5	7.1	7.8	7.24	0.40
Sample A*	8.8	7.5	6.3	8.1	6.3	7.40	1.10

* Different crucibles were used in each measurement.