

大同特殊鋼(株)中央研究所 鈴木敬彦 ○富山茂樹

1. 緒言 工程分析に用いられる鋼中の酸素定量法は、化学量論的で絶対値が得られる真空融解法から比較法ではあるが分析能率が格段によい不活性ガス融解赤外線吸収法に移行してきた。この方法では、標準試料にもとづく検量線によって未知試料の定量が行われる。そこで、化学量論的なつながりを持たせるため、比較の対象に試薬を用いることを試みた。特に精錬技術の進歩により、微量域のより正確な酸素分析が要求されている清浄鋼の分析を対象に検討し、良好な結果を得たので報告する。

2. 実験方法

(1) 定量装置 LECO社製TC-136を用いた。

(2) 定量条件 脱ガスは約2700℃で30秒、抽出は約2600℃で25秒行った。

(3) 試薬の調製 化合物として酸素を含有する純度のよい試薬を、適当な温度で加熱処理し、水分や炭酸ガスなどを除き、デシケータ中で冷却する。すずカプセル(15mmL×4mmφ)の開口側1/3を用い、一方の開口部を閉じたものに、処理をした試薬をマイクロ天秤で必要量ばかり取り、もう一方の開口部を閉じて分析に供した。

3. 結果

(1) 金属浴の検討 試薬の酸素を完全に抽出するには、適当な金属浴が必要である。実験の結果、Fe, Ni, Cu浴は抽出が不十分で再現性に劣り、良好な検量線が得られなかった。Sn浴とSn+Cu浴で、良好な検量線を得た。検量線からのバラツキ(σ_d)は、それぞれ0.9 ppm, 0.5 ppmで、 σ_d が小さいSn+Cuを用いることにした。

(2) 試薬の選択 取扱い中に、水分や炭酸ガスの吸収・吸着が少い試薬を選択するため、空気中にさらして、重量増加をマイクロ天秤で調べた。重量増加率が0.1%以下の試薬を選択し、検量線を作成した。Fig. 1に示すように、試薬間の差はほとんどなく、これらの試薬による検量線が正しいことを、相互に確かめることができた。

(3) 試薬検量線と鉄鋼標準試料の測定強度の比較 $K_2Cr_2O_7$ による検量線と市販および当社内鉄鋼標準試料の測定強度を比較した。Fig. 2に示すように、鉄鋼標準試料強度は、Sn+Cu浴では、ほとんど試薬検量線上にあり、よく一致する結果を得た。この試薬検量線で求めた鉄鋼標準試料の定量値の、その標準値に対する正確さは、 $\bar{d} = 0.4$ ppm, $\sigma_d = 0.7$ ppmで良好である。一方金属浴を用いないと、鉄鋼標準試料強度は試薬検量線よりも低く、しかもばらついている。したがって、浴を用いずに作成した鉄鋼標準試料の検量線は、正確さに欠ける場合がある。また浴が適正でないときも同様なことはFig. 2より明らかである。

4. 結言

(1) 試薬による検量線を用いて、鋼中微量酸素の定量を、正確に行うことが可能となった。

(2) 鋼中微量酸素の定量時は、適正な金属浴を用いる必要がある。

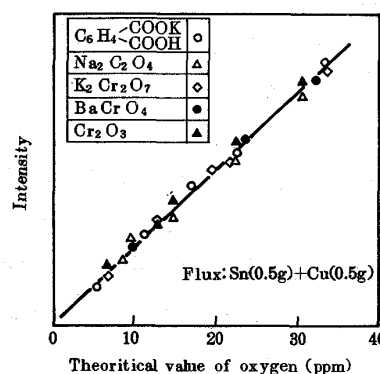


Fig. 1 Comparison of reagent for the calibration

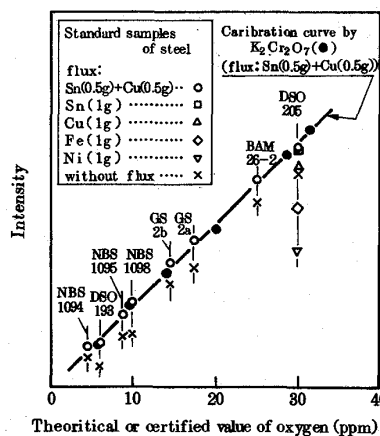


Fig. 2 Comparison of standard steel sample intensity to calibration curve by a reagent($K_2Cr_2O_7$)