

鉄鋼材料中の炭素・硫黄の定量について

1. はじめに

鉄鋼材料には、性質の向上や特性付与のために様々な元素が添加されています。炭素はこの中でも重要な元素の一つで、材料の強さや硬さなどの機械的性質に大きく関わっています。また、硫黄は不純物として材料中に多量に残存すると割れや折れの原因となります。しかし、マンガンと化合物を作り被削性を向上させるので、快削鋼など意図的に添加される場合もあります。

通常、産業技術センターでの材料の元素分析には蛍光 X 線分析や ICP 発光分析を用います。しかし、炭素はこれらの方法では分析することが難しいため、炭素と硫黄の定量に特化した炭素硫黄分析装置を用いて炭素の定量を行っています。

2. 分析方法について

当センターでは高周波誘導加熱炉方式の炭素硫黄分析装置を導入しており（図1）、日本産業規格(JIS G 1211-3、1215-4)に準じた方法で鉄鋼材料中の炭素・硫黄の定量を行っています。この方法では量り取った試料を酸素気流中で燃焼させ、含まれる炭素・硫黄を二酸化炭素・二酸化硫黄に変換します。これらを酸素気流で検出器に送り、赤外線吸収量を測定して、あらかじめ作成した検量線から含有量を算出します。

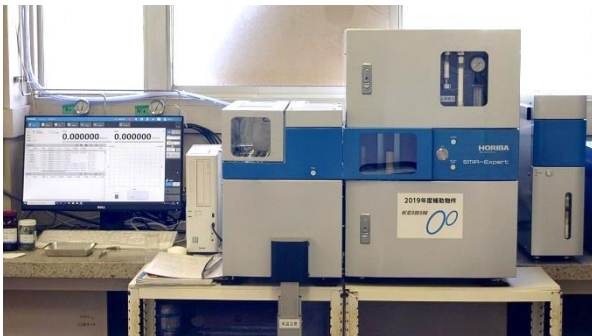


図1 炭素硫黄分析装置

3. 分析事例

3-1. 検量線について

上記方法による炭素・硫黄の定量では、標準試料を用いた検量線の作成が必要です。そのため、ブランクと鉄鋼認証標準物質8種の測定を行いました。測定データから、横軸を装置の検出

値、縦軸を標準試料の認証値と試料重量の積として検量線を作成しました（図2）。検量線は炭素・硫黄どちらにおいても決定係数 R^2 の高い直線となったため、検量線の範囲内では正確に定量できることがわかります。

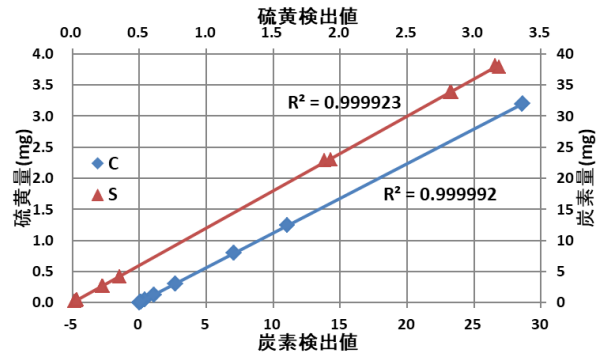


図2 炭素及び硫黄の検量線

3-2. 分析精度について

前述したJISにおいては、鉄鋼認証標準物質による検量線を用いて炭素・硫黄の同時定量を行う場合、測定時の試料重量に規定はありません。そこで、試料重量による分析精度への影響を調べるため、機械構造用炭素鋼S45Cを用いて試験を行いました。試料重量を0.1gおよび1.0gとして各10回測定して相対標準偏差(RSD)を算出し、分析精度を比較しました（表）。

表 測定の平均値及びRSD

	試料重量	平均値(%)	RSD(%)
炭素	0.1g	0.45	1.14
	1.0g	0.45	1.51
硫黄	0.1g	0.02	5.05
	1.0g	0.02	3.05

測定データから、試料重量が0.1g、1.0gの双方とも硫黄のRSDは炭素より大きくなり、特に試料重量が0.1gの硫黄で顕著であることがわかります。これは、硫黄の量が少ないため、試料重量が小さいときに測定時のばらつきが大きくなったためであると考えられます。

4. おわりに

当センターでは炭素・硫黄分析以外にも、鉄鋼、非鉄、セラミックスなどの定量、定性分析を行っております。お気軽にご相談ください。

産業技術センター 化学材料室 中川俊輔 (0566-45-5642)

研究テーマ： 無機分析

担当分野： 無機分析