

金属中の炭素・硫黄量分析装置

キーワード：金属材料、定量分析法、炭素、硫黄

1. はじめに

鉄鋼をはじめとする金属材料では添加する合金元素の種類や量によって材料の強度や耐食性などの特性が大きく変化します。したがって、金属中の合金元素の添加量を把握することは新しい金属材料の開発や製品のクレーム対応など、あらゆる場面において最も基本的かつ重要なステップとなります。

本稿で紹介する「燃焼法による炭素硫黄分析装置」は、金属中の炭素と硫黄を高い精度で分析するものです。炭素と硫黄は鉄鋼中の基本5元素にも挙げられる重要な元素です。特に炭素は鉄鋼の強度、熱処理特性、耐食性など様々な特性を支配する最重要元素であり、鉄鋼の評価を行う上で正確な炭素量の把握は欠かすことができません。

2. 各種定量分析手法の特長

金属材料の合金元素の定量分析法には、スパーク放電発光分光分析法、ICP 発光分光分析など様々な手法があります。

スパーク放電発光分光分析法は、炭素、硫

黄を含む多くの元素を迅速に分析できる特長があります。しかし、分析には直径 10 数ミリ程度の平らな領域が必要なため、塊状や板状の試料は分析可能ですが、細い線材や切粉は分析できません。また、分析領域が表面から数十 μm と薄いため、成分偏析の強い材料では正確な測定値が得られないことがあります。

ICP 発光分光分析法は、0.2~0.5g 程度の試料を酸分解して溶液とし、溶液に溶けた元素を分析する手法です。細線や切粉などの小さい試料でも分析できますが、炭素や硫黄は分析できません。

このため、当研究所では、様々な形状の試料の炭素と硫黄の定量分析に対応できるよう、燃焼法による炭素硫黄分析装置を導入しています（図1）。

燃焼法による炭素硫黄分析は、試料をルツボに入れて酸素気流中で高温に加熱して燃焼させ、発生した CO_2 と SO_2 の量を測定することにより試料中の炭素と硫黄の含有量を求める手法です。1回の測定に 0.5~1g 程度の試料を使用するため、局所的な偏析が平均化され、精度の高い分析が可能です。鉄鋼だけでなく幅広い金属種を含め、細線、粒状などの形態でも分析可能です。また、分析手順が非常に簡便な点も特長の一つです。

3. 炭素・硫黄燃焼法の測定原理

図2に、当研究所の炭素硫黄分析装置、CS-844における実際の分析フローを示します。まず、ルツボに測定試料と助燃剤（試料の燃焼を促進する薬剤）を入れ、高周波炉内の石英ガラス燃焼管内にセットします。燃焼管内の空気を酸素でパージした後、酸素を流しながら燃焼管の外部から高周波誘導加熱し、ルツボ中の試料を燃焼させます。この時、試料中の炭素は CO および CO_2 ガスに、硫黄は



図1 Leco 社製 CS-844 外観

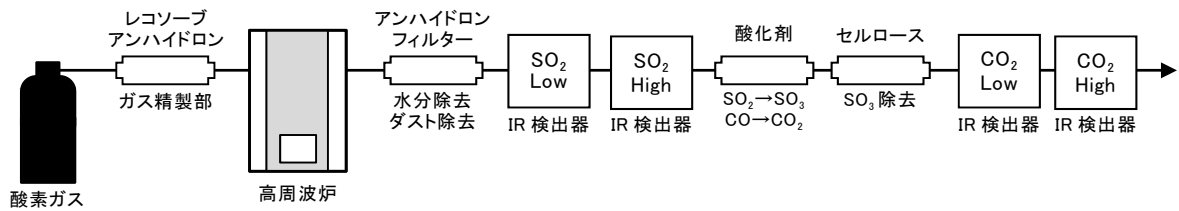


図2 CS-844 ガスフロー図

SO₂ガスになり、酸素気流とともに燃焼管から取り出されます。

燃焼管から取り出された混合ガスは水分とダストを除去するために、最初に吸湿剤とフィルターに通されます。つぎにSO₂ガス対応の赤外線吸収セルに通され、SO₂ガスによる赤外線吸収量が計測されます。続いて高温の酸化剤に通され、混合ガス中のCOガスがCO₂ガスに、SO₂ガスがSO₃ガスに変換されます。生成したSO₃ガスはすぐ下流のセルロースフィルターで除去されます。最後にCO₂対応の赤外線吸収セルに通され、CO₂ガスによる赤外線吸収量が計測されます。

実際の分析では、図3のように炭素と硫黄の含有量が既知の試料（標準物質など）についてあらかじめ測定を行い、炭素・硫黄の含有量と赤外線吸収量の関係式（検量線）を求めておきます。その後、未知試料による赤外

線吸収量を検量線に代入することにより、未知試料中の炭素量と硫黄量を求めることができます。

前述したように、1回の測定に用いる試料は0.5~1gですが、測定は数回繰り返しますので、数g以上の分析試料が必要です。また、試料表面にめっきなどの表面処理層、脱炭層、浸炭層、塗装、サビなどが存在する場合は、これらを除去し、炭素と硫黄の含有量が安定した母材に仕上げた後で分析試料を採取する必要がありますので、ある程度の大きさの試料が必要となります。

なお、分析試料にゴミ、油、切断砥石の粉などが混入すると、分析値に直接影響し、正しい分析ができません。異物の混入を防ぐには繊細なノウハウが必要ですので、事前にご相談下さい。

4. おわりに

当研究所では、金属中の成分の定量分析法として、スパーク放電発光分光分析法、ICP発光分光分析法、原子吸光分析法、炭素・硫黄分析法（燃焼法）など、様々な手法を実施しています。それぞれの手法には、分析できる金属種、合金元素種とその濃度範囲、試料の形態（塊状、細線、切り粉）などに制限があります。分析のご相談では、経験豊富な担当者が皆様のお話を直接お聞きし、目的に応じた最適な分析手法をご提案いたします。お気軽にご相談下さい。

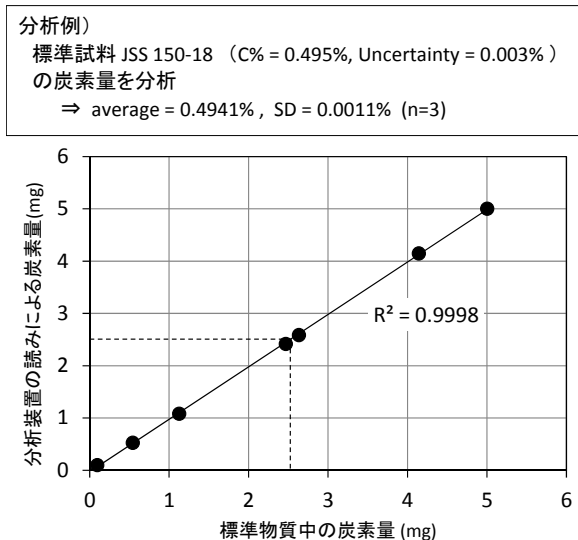


図3 炭素量の検量線

作成者 金属表面処理科 柴川 元雄 Phone:0725-51-2694
発行日 2016年12月22日