

Table 3. Determination of metallic Fe in basic slags.

Sample	EDTA used (ml)†	Metallic Fe(%)
Basic O. H. slag 1	1.60	0.18
	1.61	0.18
	1.65	0.18
" 2	1.24	0.14
	1.17	0.13
	1.23	0.14
" 3	0.62	0.07
	0.60	0.07
	0.65	0.07

† 0.01 EDTA 1 ml = 0.0005585 g Fe

かに磁石による金属鉄の除去にさいし、鉄酸化物も選択的に吸引されることが認められた。

これらの結果については講演のさい詳しく報告する予定である。

文 献

- 1) 学振編：鉄鋼迅速分析法，(1956)，p. 11 (丸善)
- 2) 住友金属：学振報告 19 委 2394 (1951)
- 3) 東都製鋼：学振報告 19 委 2516 (1952)
- 4) 川崎製鉄：学振報告 19 委 4098 (1956)
- 5) 小柳，須藤，出沢：日本窯業協会誌，48 (1940) p. 317.

(5) 真空熔融・熱伝導度法による鋼中のガス分析について

(真空熔融法による鋼中のガス成分定量に関する研究—V)

日本特殊鋼 工博○沢 繁樹・森 俊雄

Determination of Gas in Steel by Vacuum-Fusion and Thermo-Conductivity Method.

(On the analysis of gas constituents in steel by vacuum-fusion method—V)

Dr. Shigeki Sawa and Toshio Mori.

I. 緒 言

著者はさきに真空熔融法と熱伝導度法を組合せた鋼中の水素の迅速定量装置を研究し，これを現場の作業分析に使用したり，当時の装置は炭素螺旋炉と水銀拡散ポンプおよび水銀滴下ポンプを組合せて，試料より抽出したガスを大気圧下に捕集し，簡単な熱伝導度式水素計によりその水素を定量するものであった。同装置は爾来9カ

年にわたって酷使に堪えたが，工業的分析装置として長年月の使用にはなお若干の問題点があつた。すなわち

a) 水銀面が露出しているために，作業者の健康管理上有害であること。

b) 発熱体スパイラルが振動のために短絡し断線することがあり，ハンマーやコンプレッサーの振動のため平均命数が約4カ月であつたこと。

c) 坩堝内からの蒸発物により，炉体上部のMo板が歪曲し，また蒸着物の堆積により電気絶縁を悪くすること。

今回の報告はこれらの問題点を改善し，堅牢な新装置を完成したので，その概要を述べるものである。

II. 装 置 の 改 良 点

a) 炉の発熱体として，従来の炭素螺旋の代りに，スリットを入れた黒鉛管状炉とした。炭素螺旋炉と比較すると加熱電流は多いが，この種の管状炉としては最低の電流で 2400°C まで達することができる。

b) 真空炉体をガラス容器内に吊下げる従来の日特式構造を踏襲した。そのため坩堝の交換，ガラス容器の洗滌などの操作の簡易さは，そのまま新装置に受継がれた。ガラス容器は従来のなす形プラスチックから単純な試験管形として排気容積を減じ，頭端に鐳を広げてゴムパッキングにより頭部金具と接続した。このため従来の磨合せ接合における真空グリースの影響が除かれた。

c) 真空炉と水銀拡散ポンプ間にステンレス製の特殊の構造をもつ大型バルブを設け，坩堝交換の間に水銀拡散ポンプ内に空気の入ることを防止した。

d) 排気速度を高めるため，排気管は内径 90 mm φ とし，水銀拡散ポンプを2段式内径 100 mm φ の大型とし，さらに水銀エゼクターポンプを加えた。

e) 配管はできるだけステンレス管を採用し，破損のおそれの多いガラス管は止むを得ざる部分のみとし，全体をコンパクトな鋼製デスクに収納した。

f) ガラス製の高性能水銀エゼクターポンプにより，抽出気体を定容積内に溜込み，これを測定する新型式の熱伝導度式水素計を採用し，水銀の露出面を皆無とした。Fig. 1 は装置の外観である。

III. 分 析 系 統

Fig. 2 は分析系統のブロックダイアグラムである。真空炉(1)はステンレス製の水冷式頭部(2)に接続し，排気管を経て大型真空バルブ(3)，4" 水銀拡散ポンプ(4) 水銀エゼクターポンプ(5)を経てガス溜(6)に接続する。

(2)には炉内に電流を導入する電極および真空を破ら

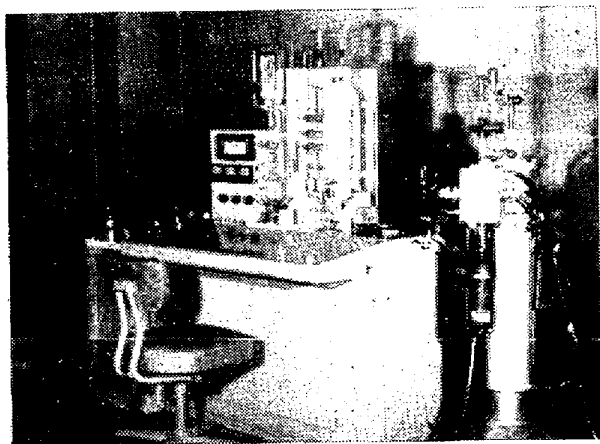
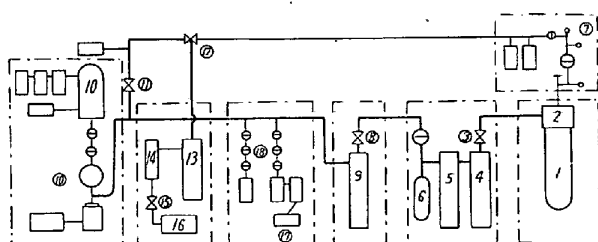


Fig. 1. General view of the apparatus.



1. Vacuum furnace
2. Water-cooled stainless-steel cap
3. 95mm ϕ vacuum valve
4. 100mm ϕ mercury diffusion pump
5. Mercury-ejector pump
6. Gas-storage tank
7. Specimen-inserting device
8. Electro-magnet valve
9. Mercury-ejector pump
10. Gas-measuring apparatus
11. Electro-magnet valve
12. Three-way cock
13. Mercury-diffusion pump
14. P_2O_5
15. Vacuum valve
16. Oil rotary pump

Fig. 2. Schematic diagram of the apparatus.

ずに試料を随時装入出来る試料装入器(7)が付属する、(6)に捕集された抽出気体は、電磁弁(8)を通り硝子製水銀エゼクターポンプ(9)によりガス定量装置(10)に溜込み、その総量と $H_2\%$ を計量する。測定を終った気体は電磁弁(11)、ステンレス製三方コック(12)、水銀拡散ポンプ(13)、 P_2O_5 脱水器(14)、バルブ(15)を通り油回転ポンプ(16)によつて排出される。ガス定量装置の常数を求めるため、純化装置を備えた電解水素発生槽(17)および乾燥空気の定量を装置内に導入するコック系(18)が付属している。

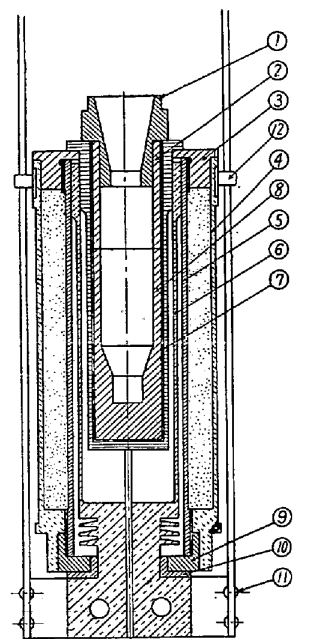
IV. 真 空 炉

真空炉体の構造は Fig. 3 の通りである。炭素管状発熱体(6)は下端より縦にスリットを入れ、薄肉部分を分割して炉体を懸吊する2本のブスバー(11)により下端角部が支持され、電流が供給される。容量約 65 g の黒鉛坩堝(8)は坩堝容器(7)に収納し、不測の坩堝湯洩れ事故

による発熱体の損傷を防止する。発熱体の外周は二重の黒鉛筒(4)(5)およびこの間に充填した黒鉛粉により熱絶縁する。真空炉を包む容器は前述の内径 95 mm ϕ の一端を封じた硼珪酸ガラスで上端はゴムパッキング接続とし、外側は扇風機により空冷する。Fig. 4 は電流、電圧、温度特性を示し、比較的小電力で高温が得られる。

V. ガス定量装置

Fig. 5 のごとく、ステンレス製水銀溜(1)の上部と容量約 600 ml のマクレオド型のガス量測定器(2)をつけ、コック(3)を介して恒温槽(4)内の熱伝導度発信器に接続する。恒温槽内の構造は既報²⁾の通りで、薄肉扁平状の銅管内に 0.02 mm ϕ の白金線を張った



1. Graphite funnel
2. Graphite sleeve
3. Graphite cap
4. Graphite outer case
5. Graphite inner case
6. Graphite resistor
7. Graphite container
8. Graphite crucible
9. Graphite bottom disc
10. Fused silica insulator
11. Molybdenum electrode
12. Fused silica insulator

Fig. 3. Graphite resistor type furnace.

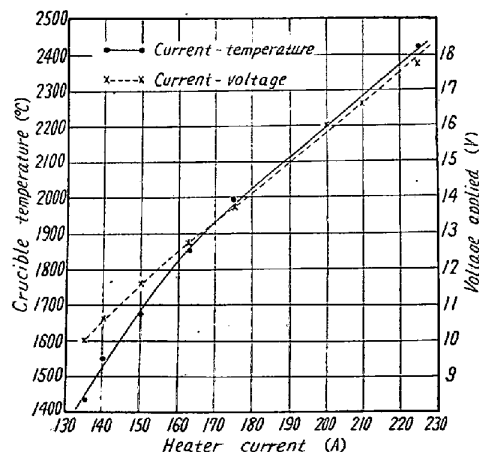


Fig. 4. Change of crucible temperature in accordance with of erational conditions.

ものが熱線となる。これを 0°C の水中に浸漬し、攪拌装置により一定条件で銅管を冷却する。氷片が銅管に接触すると、指示値が安定しないから、金網によつて氷片を融離する。切換スイッチ(5)はブリッジ電流調制用と測定用の切換に使用する。

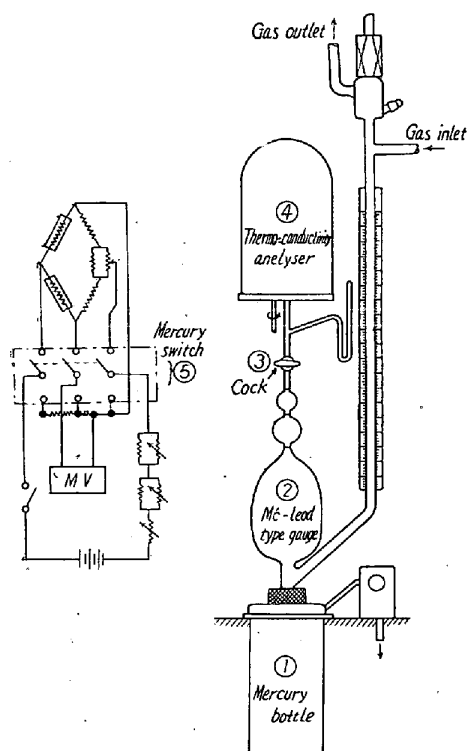


Fig. 5. Apparatus for analysis of extracted gas.

VI. 酸素の定量

熱伝導度法の原理を応用すると抽出気体の CO も定量できる。すなわち抽出気体の H_2 をまず熱伝導度法で定量し、次に CuO で酸化し P_2O_5 で脱水して CO_2 と H_2 の 2 成分ガスとしてふたたび熱伝導度法を適用する。著者はかかる原理³⁾による分析装置を製作し、その特性を検討した。

VII. 結 論

真空熔融法と熱伝導度法を組合せた鋼中のガス分析方法は、従来の化学的方法と比較して操作が簡単で所要時間を短縮することができる。その現場的な厳丈な新装置を完成したが、これには思い切った新らしい試みを数多く採用しておおむね所期の目的を達成した。なお熱伝導法により、抽出気体中の水素のみならず、CO も簡単に定量できる装置についても検討を加えた。

文 献

- 1) 沢 茂樹: 鉄と鋼, 38 (1952) 1026
- 2) 同 上: 鉄と鋼, 42 (1956) 638
- 3) 特許第 250867 号

(6) 不活性ガス使用による鋼中酸素迅速分析法

川崎製鉄千葉研究部

佐々木健二・○原田 俊一・伊藤 庸

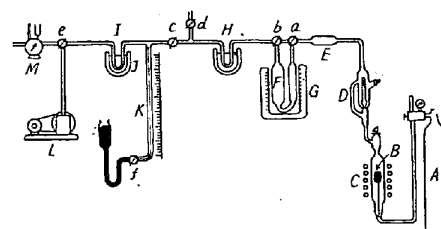
Rapid Determination of Oxygen in Steel by Inert Gas.

Kenji Sasaki, Shun-ichi Harada, and Yō Itō.

I. 緒 言

真空抽出法による鋼中酸素分析は、高真空が要求されるため迅速性を欠くので、鋼試料を黒鉛坩堝に入れ、アルゴン気流中で鋼中酸素を抽出し、これを CO_2 となし液酸にて冷却せる毛細管トラップに捕集し、定量する方法を試みたところ良好な結果であつた。

II. 装置および操作



- | | |
|--------------------------------------|------------------------------|
| A: Argon tank | H: Trap for H_2O |
| B: Quartz tube and graphite crucible | I: Capillary trap for CO_2 |
| C: Induction furnace | J: Dewar's vessel |
| D: Sample holder | K: Capillary manometer |
| E: Glass wool | L: Oil rotary pump |
| F: CuO furnace | M: Flowmeter |
| G: Heater | a, b, c, d, e, f: Cocks |

Fig. 1. Apparatus.

装置は Fig. 1 の通りである。分析に先立ちまずアルゴンを流量 $200cm^3/mn$ に調節して、装置内を完全にアルゴンで置換した後、アルゴンを流しながら石英管および黒鉛坩堝(B)を高周波誘導により $1650^\circ C$ (光高温計の読み) に昇温する。黒鉛坩堝を取りかえた場合は 1 時間空焼きが必要である。分析の操作は先ず、水銀柱(毛細管圧力計)(K)の頭を水準瓶を用いて O 点付近にしてコック f を閉じておく、試料装入装置(D)の栓を抜いて試料を装置内に入れる。サンプルと共に装置内に混入せる空気をアルゴンで置換するのに約 1 分を要する。次に試料装入装置内の栓を磁石により操作して抜き試料を落下させ黒鉛坩堝内に入れる。試料中の酸素が黒鉛により還元されて放出される CO ガスはガラスウール(E)を通過して後酸化銅炉(F)にて酸化されて CO_2 となる。次に水分捕集トラップ(H) (ドライアイス—アルコールによる冷却)を通り水分を除去する。これは捕集トラップ(I)が毛細管であるため水分によりガスの通過を