

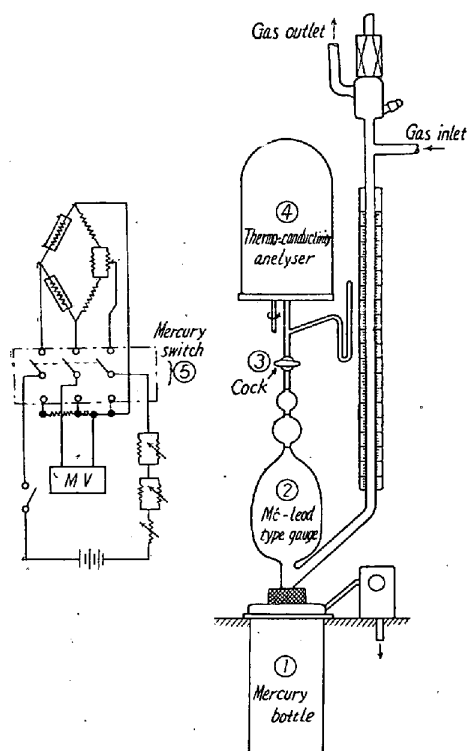


Fig. 5. Apparatus for analysis of extracted gas.

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

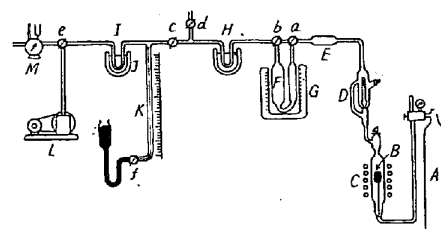
Rapid Determination of Oxygen in Steel by Inert Gas.

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

妨害するので必要であつた。しかる後あらかじめ液酸にて冷却された捕集トラップ (I) にて CO_2 は捕集される。5mn で捕集を完了し、コック (c) を閉じてアルゴンはコック (d) より放出される。このことは、ふたたびアルゴン流量を $200\text{cm}^3/\text{mn}$ に調節するのに時間を浪費することを避けるのに有効であつた。コック (e) を切りかえて装置を油ポンプに連絡し、コック (c) 以後を真空にする。この際高真空は必要ではない。次にコック (e) を閉じてコック (f) を開き、水銀柱 (K) の頭を静止せる位置を読み、捕集トラップより液酸を除き、水にてトラップを暖ため、捕集せる CO_2 を気化させて水銀柱の頭の下降後静止せる位置を読んで CO_2 の圧力および体積を知り、試料中の酸素量に換算する。

III. 予 備 実 験

捕集時間をさらに短縮することはできないかを検討するために 1~6mn に捕集時間を変えて実験を行なつた。真空抽出法による分析値に照らして最終 CO_2 捕集量を 100 として途中の各分ごとの捕集された CO_2 を求めた結果は Fig. 2 の通りであつた。

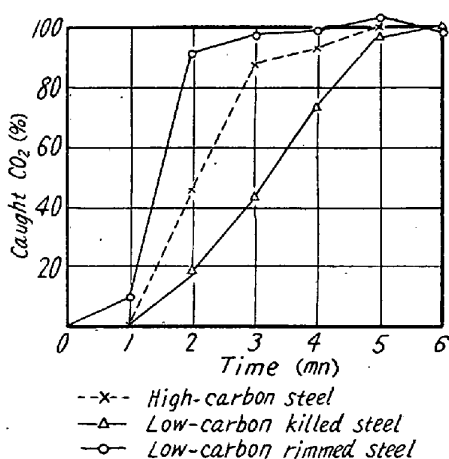


Fig. 2. Relation between the caught amount of CO_2 and time.

この結果よりこれらの鋼種を同一標準で分析するには 5mn の抽出時間は適当であろうと思われる。この際 1 試料は 0.5g 程度を用いた。

つぎに黒鉛坩堝を取りかえた場合、何分間の空焼きが必要かを検討するため、空焼き開始よりブランク値の変化を調べた結果は Fig. 3 の通りであつた。

この結果より少なくとも 1 時間の空焼きが必要である。またアルゴン流量を大きくして分析時間を短縮できるか否かを検討するためにアルゴン流量を $300\text{cm}^3/\text{mn}$ に増して $200\text{cm}^3/\text{mn}$ の場合と比較した結果は Fig. 4 のようであつた。

この結果より、流量を増大すれば捕集時間はいくらか

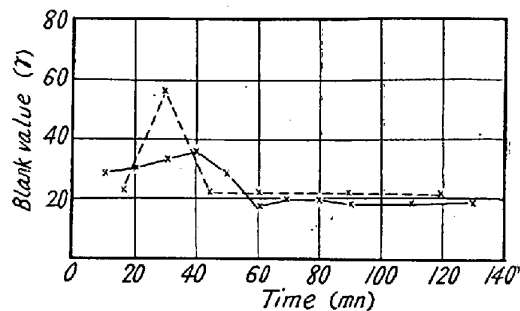


Fig. 3. Relation between blank value and heating time.

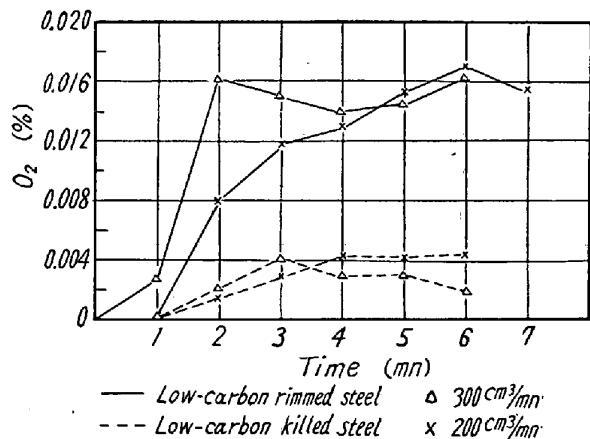


Fig. 4. Relation between the determined $\text{O}_2\%$ and time, in gas flowing speed $300\text{cm}^3/\text{mn}$ and $200\text{cm}^3/\text{mn}$.

短縮されるが捕集後の安定性が悪いことも考えられるので好ましくないとされる。

IV. 分析誤差および真空抽出法の分析値との比較

本迅速分析法の分析誤差を求め、かつ真空抽出法による分析値と比較するため、数種の鋼材について鋼塊のトップ、ミドル、ボトムの各部分より採取せる試料につき 3 回ずつ繰返しのある分析を行つた。その結果は Table 1 の様であつた。

この結果より両法の各試料の 3 回繰返しの R をとり $\hat{\sigma} = R/d_2$ より再現精度を推定すると本法 $\hat{\sigma} = 0.0014\%$ 真空抽出法 $\hat{\sigma} = 0.0017\%$ であり分析誤差はないと考えられる。また分散分析の結果両分析法間には有意差がなく、バイアスはないものと考えられる。

V. 分析所要時間

試料秤量	1mn	} 計 10mn
試料装入	1	
捕 集	5	
真 空	1	
測 定	1	
計 算	1	

約 10 分でおこなえ、連続しておこなう場合にはなお多少短縮できる。

Table 1. Comparison of this method's results and vacuum fusion method's

		This method	V. F. method
Low C rimmed-steel	Top	0·0190 0·0231 0·0257	0·0214 0·0171 0·0196
	Mid	0·0195 0·0201 0·0198	0·0200 0·0184 0·0161
	Bot	0·0091 0·0143 0·0138	0·0195 0·0175 0·0185
High Si steel	Top	0·0064 0·0064 0·0048	0·0068 0·0064 0·0073
	Mid		
	Bot	0·0043 0·0044 0·0045	0·0038 0·0039 0·0053
Low-C killed steel	Top	0·0103 0·0081 0·0080	0·0097 0·0091 0·0095
	Mid	0·0097 0·0065 0·0086	0·0045 0·0069 0·0071
	Bot	0·0111 0·0100 0·0105	0·0104 0·0120 0·0122
Semi-killed steel	Top	0·0083 0·0062 0·0064	0·0048 0·0059 0·0057
	Mid	0·0100 0·0090 0·0089	0·0102 0·0056 0·0089
	Bot	0·0098 0·0114 0·0122	0·0151 0·0157 0·0071

VI. 結 言

本法は真空抽出法と比較して分析精度に遜色なく、バイアスもない。なお高真空の必要がないので装置は簡易化され操作も簡単である。分析時間は極端に短縮される。

また検討の結果つぎのようなことが判った。

- 捕集時間は5分が適当と思われる。
- 坩堝を取りかえた場合には1時間の空焼きを必要とする。

c. アルゴンの流量を増しても時間の短縮は望ましくない。

(7) カントレコーダーによる低合金鋼中Pの定量について

日立金属工業安来工場

○河合 重徳・浦野 元一・宮原 和男

Determination of P in Low Alloy Steels by a Quanto-Recorder.

Shigenori Kawai, Motokazu Urano
and Kazuo Miyahara.

I. 結 言

写真測光にかわる光電測光技術の発達にともない、発光分光分析における分析速度は飛躍的な向上を示した。操作が比較的容易なことなどとあいまって高度の迅速性を要求される炉中分析に対しすでに各所で実用に供されている。当社においても分析の迅速化を目的として昭和34年末カントレコーダーを設置、種々の検討を加えたのち35年3月から実際分析に適用し効果を挙げている。この種の装置の原理、構造および分析結果などについてはすでに多くの報告が行なわれているが、著者らは従来分光分析は困難とされていたPの定量について検討し、かなり良好な結果を得ることができたので、カントレコーダーによるPの分析方法について報告する。

II. 装 置

装置は島津製作所製で、高性能発光装置、分光器、測光記録装置より構成されている。高性能発光装置は高圧火花放電、各種低圧火花放電、直流弧光放電のうち、適当な放電条件を選択して発生を行なうことができる。分光器は2.2mの大型回折格子を使用しており分散能は一次で3.8Å/mm、二次で1.9Å/mmを有する。Pのスペクトル線としてはPI 2149.11Å×2を使用し、内標準はFe II 2714ÅまたはFe I 4404.75Åのいずれかを使用する。P以外には12元素の定量を行ないえる。

PI 2149.11ÅにはCu 2148.97Åが重複し、二次を用いてこの影響を防除し、さらに二次に重複するFe 4298.04Åはプリズムと鏡により除く、通常用いられる光学系を採用しているが、大型回折格子を使用したためスペクトル線の分離はかなり効果的であったと思われる。

付属設備としては室内を温度22°±1°C、湿度50%