

(271) アルゴンガス中溶融—ガスクロマトグラフ測定法による
高窒素含有鋼中の窒素迅速定量法

大同製鋼・中央研究所 ○佐藤昭喜 館 要

1 まえがき

窒素含有量0.1%以上の高窒素含有鋼溶製時における溶鋼中窒素の炉前分析を実施するため、アルゴンガス中溶融とガスクロマトグラフ測定法とを組合せた鋼中窒素迅速定量装置を試作し種々の検討を行いほぼ満足すべき迅速定量条件を確立することができたのでその概要について報告する。

2 装置および分析方法

装置 : 試作した装置は、アルゴンガス洗滌装置、高周波誘導加熱抽出炉、抽出ガス捕集瓶、およびガスクロマトグラフの4部からなり、これらを順に連結したものである。

分析方法 : アルゴンガス中で約2000°Cに加熱した黒鉛ルツボ中に試料を投入溶融し、試料より放出した窒素ガスと他の放出ガスと共にアルゴンガスで搬送し、抽出ガス捕集瓶に捕集する。捕集ガス量が一定量に達した後、捕集ガスの一部をガスクロマトグラフに導入し、記録計に記録された窒素ガスのピーク高さを測定し、あらかじめ作成してある窒素ガスのピーク高さと窒素含有量との検量線より鋼の窒素含有量を算出する。

3 検討結果

(1) 試料溶融時の捕集ガス量1.5ℓ~3.0ℓの範囲において、捕集ガス量が1.5ℓと2.0ℓの場合と、2.5ℓと3.0ℓの場合とでは、後者が前者に比し窒素定量値は高値を示し、かつ化学分析法による窒素定量値とよく一致した値を示した。

(2) 試料溶融温度1650~2000°Cの範囲において、試料溶融温度が低いと窒素定量値が低く、試料溶融温度が高いと窒素定量値が高い。試料溶融温度1850~2000°Cの範囲では窒素定量値に差がなく化学分析法による窒素定量値とよく一致した値を示した。

(3) 試料を黒鉛ルツボに投入し溶融する場合、試料投入順1ヶ目の試料の窒素定量値は化学分析法による窒素定量値と一致した値を示すが、投入順2ヶ目、3ヶ目の試料の窒素定量値は投入順1ヶ目の試料に比しそれぞれ約0.005%、0.014%低値となり試料投入順によって窒素定量値が低値となる傾向を示した。

(4) ガスクロマトグラフの認定条件について、窒素ガスの保持時間が短いこと、窒素ガスと他の成分ガスとの分離性がよいこと、感度が高いことおよび記録計のベースラインが安定していることなどを考慮してつぎの条件を選定した。尚、カラム充填剤に活性炭を使用した。

○カラム長さ: 2m(カラム内径4mm) ○キャリアーガス圧: 1.3 kg/cm²(流量約100 ml/min)

○カラム恒温槽温度: 40°C ○検知器電流: 190 mA

(5) 種々の窒素ガス濃度のアルゴンと窒素の混合ガスと調製し、ガスクロマトグラフに10ml分取導入したときの窒素ガス濃度と窒素のピーク高さとの関係と検量線を作成した。この検量線はよい直線性を示した。この検量線より窒素ガスのピーク高さ10mmを定量下限とすれば0.06%以上の窒素含有量の試料に適用可能である。

(6) 検討結果とよびに確立した定量条件によって実際試料の分析を行った。その結果、本法と化学分析法による窒素定量値とはよい一致を示した。

(7) 本法の分析所要時間は約10分であり炉前分析に適用し現状では充分炉前分析として実用可能であることを確認することができた。