

(294) ヘリウムガスキャリア・熔融熱伝導度測定法による鋼中微量窒素の迅速定量法について

八幡製鉄(株)堺製鉄所 技術部 三浦 登 鹿野秀文

本田正治

東京研究所

○大槻 孝

1. まえがき

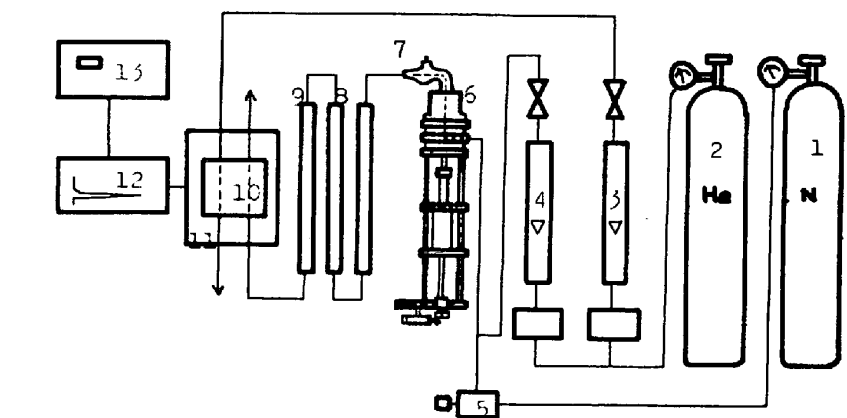
鋼中における窒素は、真空熔融法によって定量すると、低値が得られるので、専ら、湿式化学分析法に頼っていたが、鉄鋼分析の機器化が進むにつれ鋼中の窒素も機器分析的な方法で、自動的に迅速に定量できることが強く望まれてきた。ここでは、すでに発表されている二・三の文献¹⁾²⁾を参考にして現場分析室に容易に使用できる乾式窒素定量装置を完成したので、その装置を用いた基礎条件の検討、実際試料への適用例などについて述べる。この装置は国際電気㈱に試作してもらったものである。

2. 原理および装置

ヘリウム気流中で約1900℃に加熱された炭素るつぼに分析試料を投入し熔融させると、窒素は他のガス成分とともに抽出される。これらをヘリウムガスで搬送し、シュツェ試薬層とモレキュラーシープ層を通過させ、残った窒素と水素を分離させて、熱伝導度差を測定しあらかじめ作成してある検量線より窒素含有量を求める。このとき使用する炭素るつぼは定量のつど新しいものに取替え、鉄浴表面に浮上する過剰の炭素層による窒素ガス抽出阻害の影響による低値の原因を避ける必要がある。この装置を開発するに当たっては、(1)いかなる形状の試料に対しても温度制御をしやすくしたこと、(2)るつぼ以外にほかの充填剤を使用せず、空試験値の低減と一定化を図ったこと、(3)切粉試料への適用を図ったこと、(4)抽出部容量を少くし、抽出率の向上と分析時間の短縮を図ったことである。この装置の構成は下図のとおりである。

3. 分 析

新しい炭素るつぼを抽出炉内にせう入し、ヘリウムガスを送気しながら(250 ml/min)、るつぼ温度を1900℃に保つ、このるつぼに分析試料0.4~1.5g(Nとして5~50μgとなるようにする)を正確にはかりとって落し入れる。引続いてヘリウムガスを送気しながら、Nの位置に生じたピーク部の面積を積分して、あらかじめ作成してある検量線を用いて窒素含有量を求める。



①窒素ボンベ、②ヘリウムボンベ、③、④ガス流量計、⑤計量管

この分析方法によるくり返し測定精度は切粉試料を分析した場合、一カラム、⑩恒温槽、⑪熱伝導度測定セル、⑫記録計、⑬積分計、変動係数として3~5%であった。湿式化学分析法との差のバラツキ(σ_d)は1.5 ppmで、湿式化学分析法のくり返し精度2.8 ppmと比較して有意差はなかった。分析所要時間は試料調製を含めて、1試料当たり5分間である。

参考文献 1) 後藤、大沼、細谷：学振19委8337(1966)

2) 神森、山口：学振19委8578(1967)