

日立金属(株)冶金研究所

宮原和男

○ニ岡良一

1. 緒言 鉄鋼中窒素の定量法は、(1)酸溶解法、(2)真空溶融法などであり精度は良好であるが試料の溶解に長時間を要したり差分法のため精度が劣る欠点があり炉前分析はもとより監査分析にも支障を来しているのが現状である。このたび、不活性ガス中で溶融し熱伝導度測定法による装置で実験した結果、良好な結果が得られたので報告する。

2. 原理および装置 不活性ガス(ヘリウム)中で約 1850°C に加熱された炭素ルツボに試料を投入し溶融せしめ窒素ガスを抽出、ヘリウムで搬送し熱伝導度測定セルに導入し、これを電圧に変換、レコーダーに記録し窒素量を定量する。装置は国際電気(製)の迅速自動窒素定量装置 V K-4 型である。

3. 実験結果と考察 分析条件はキャリアー流量 200 ml/min 、抽出炉温度 1850°C 、熱伝導度検出セル温度 50°C 、試料重量 0.5 g で三浦¹⁾らの報告と相異しているのはキャリアー流量であるが 200 ml/min でも感度には別に影響がないので、分析コストの点から 200 ml/min とした。試料重量については常に一定重量を採取することは困難な場合があるので詳細に実験した結果、図1のごとく $0.25\sim 0.75\text{ g}$ 間では影響が認められなかった。標準値とピーク面積の関係は NBS 試料で、図2のごとく原点を通る直線となるので、実校正で充分な精度が得られる。経時変化を調査するため日本鉄鋼協会試料 JSS 368 ($N=140\text{ PPM}$)

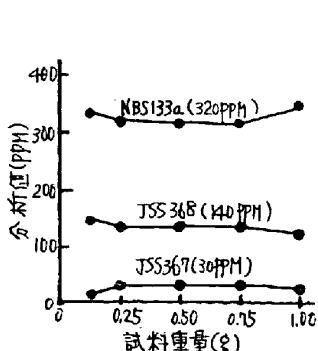


図1. 試料重量と分析値の関係

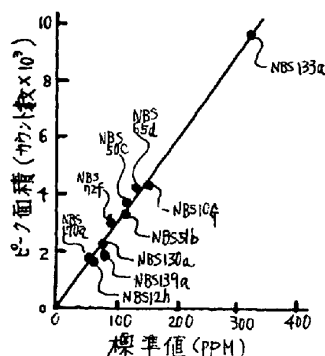


図2. ピーク面積と標準値の関係

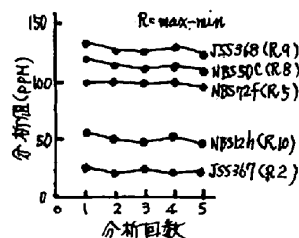


図3. 日別変動

を用いて連続40回分析を行った結果、 $G=3.08\text{ PPM}$ 、 $CV=2.17\%$ と良好であり日常分析において標準試料のチェックは2〜3回程度で充分である。

日別精度は図3に、化学分析値(酸溶解法)との比較は図4に示すとおりいづれも良好な結果であった。分析に要する時間は試料秤量を含めて6〜8分であり炉前分析法として実用に供し得ることがわかった。

4. 結言 (1)標準値とピーク面積の関係は原点を通る直線となり実校正で充分な精度が得られる。(2)経時変化は変動率 2.17% 程度で少ない。(3)試料重量の影響は $0.25\sim 0.75\text{ g}$ 間では認められない。(4)分析所要時間は6〜8分で精度も化学分析(酸溶解法)に比し何れも遜色はない。(4)各部が自動化されており分析操作は簡単であるが、装置の保全に充分な配慮が必要である。

文献 1) 三浦 大樹 伊東 星野 学振19委 8524(ガス371) 1968

2) 高橋 小西 「連続分析と計装」 オーム社

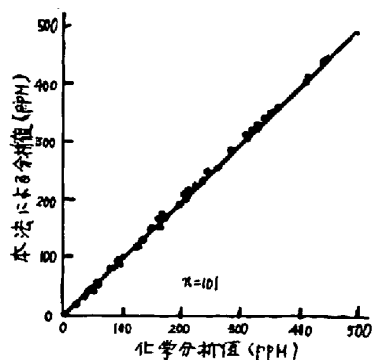


図4. 化学分析値との比較