

(282) 酸素ガス中の微量窒素の定量

住友金属 中央技術研究所

○杉谷泰夫

井上俊輔

1. 緒言

転炉製鋼法においては吹き込み酸素ガスの純度が鋼浴の窒素含有量に影響を及ぼすことが知られており、一般に99.5%以上の高純度のものが使用されている。この高純度酸素ガス中に含まれる不純物としての窒素ガス量を正確に知る必要が生じたため、微量窒素分析装置を試作し、種々な酸素ガス中の微量窒素の分析を行った。今までにも酸素ガス中の微量窒素の分析について2, 3報告がなされているが、その場合窒素含有量は0.1%程度でかなり高く、分析精度も不十分と考えられたため、今回はさらに微量域について分析精度の向上を計った。

2. 分析方法及び装置

窒素の定量はガスクロマトグラフィー（以下ガスクロと略す）で行ったが、酸素ガスそのまゝでは酸素と窒素の分離不良及び窒素に対する感度不足のために定量できず、今回は予め試料ガス中の大部分の酸素を加熱したCuと反応させることによりCuOとして除去し、不純ガスの濃縮を行なった後ガスクロにかけする方法を用いた。使用したガスクロは柳本製作所製GC-3型（カラム：MS5A 5mmφ×2m, カラム温度：60°C, キャリヤーガス：He 50cc/min）で窒素に対する感度は0.001ccであり、酸素ガス中の窒素を0.0001%まで分析するには最低500ccの試料ガスを分析にける必要がある。今回は1回の分析につき1000cc～3000ccの試料ガスを使用した。又Cuは0.5mmφの針状CuO 2000grを水素で還元したものを使用した。分析は先ず試料ガスを封入した瓶とCuを封入した管とをコックを通じて連結し、Cuの部分を 10^{-3} mmHg以下の真空中で450°Cに加熱した後コックを開放して試料ガスをCu部に導入し、酸素を吸収させる。酸素が吸収されて圧力が1mmHg以下となった試料ガスは水銀滴下ポンプで再び捕集してガスクロに送入する。Cuは数回の分析により酸素の吸収能力が低下するため、適時水素で還元して使用した。又濃縮に必要な時間はCuの使用回数により多少異なり5分～30分であった。図1に分析装置の系統図を示す。

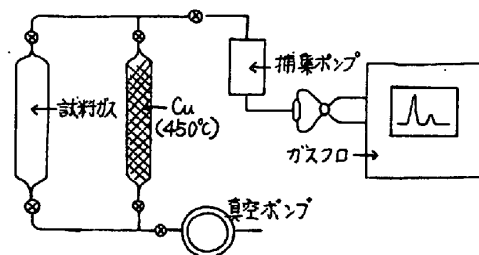


図1

3. 分析結果

本分析に先立ち分析過程での窒素ガスの吸収及び放出について調査した結果、Cu等による窒素ガスの吸収は全く考慮する必要がないことがわかった。又容器壁或はガラス等からの吸蔵ガスの放出による窒素ガスの増加は分析時間1分当り0.0005cc以下で非常に少ないことがわかった。次にボンベ詰の酸素ガスについて繰返し分析した結果の一例を表1示す。以上よりこのような分析方法により酸素ガス中の窒素を0.001%までは十分に分析できることがわかった。又市販の種々のボンベ詰の酸素ガスを分析した結果、窒素含有量は0.001%～0.2%の間でばらついており、0.01%～0.03%のものが最も多かった。

表1 酸素ガスの繰返し分析結果

分析 No	分析値 (N ₂ %)	分 析 条 件			
		試料初重量 (cc)	N ₂ 量 (cc)	濃縮率 (倍)	濃縮時間 (min)
1	0.0080	1732	0.138	>346	26.5
2	0.0073	1655	0.121	>332	38.0
3	0.0072	1665	0.120	>336	52.0
4	0.0074	1553	0.114	>311	11.5
5	0.0072	1584	0.114	>317	17.0
6	0.0075	1685	0.127	>337	9.0
7	0.0074	1705	0.126	>341	9.5
8	0.0080	1685	0.134	>337	11.0
9	0.0077	1687	0.130	>338	9.5
10	0.0082	1700	0.139	>340	7.5
平均	0.0076	R = 0.0010			