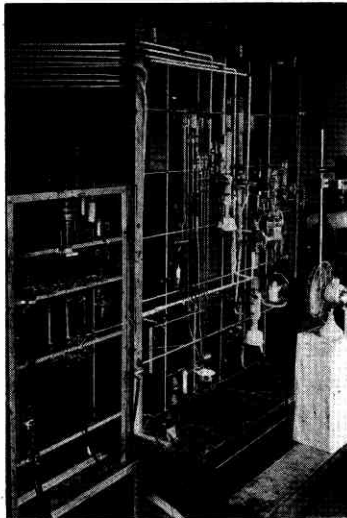


鉄鋼中のガス分析

坂上六郎・松下幸雄・金森九郎

緒言 すでに発表されているように、金森研究室においては、1tの試験高炉を建設し、炉底湯溜りに酸素、水を吹き込むいわゆる特殊吹精によって、溶銑中の有害成分であるS、Crの除去の研究を行っている。このような特殊の操業によって、当然酸素、水素などのガスが一般の高炉銑よりも多く含有されているのではないかと考えられるが、この点の調査確認と銑鉄中のガス成分と、それに密接な関連を持つと考えられる炉内の化学反応およびその他の物理化学的諸条件との相関性を追求するために、真空溶融法によるガス分析装置の試作を行ったが、最近に至って順調に稼動するようになったので、本装置の概略と、これまでに得られた若干のデータを報告する。

分析装置 第1図に全装置を示す。右から順に反応管と水冷キャップ、抽出用水銀拡散ポンプ(2基)、水銀滴下ポンプ、マイクロオルザット分析装置が配置されている。反応管と水冷キャップはモリブデン硝子製で、電極には直径2.5%のMo棒を硝子に封じ込み、この封じ込み部とキャップは摺合せになっており、破損の場合の修理が



第1図 ガス分析装置全景

容易にできるようにした。このMo棒に厚み0.5%、巾10%のMoリボン止め、これに炭素螺旋炉が懸垂している。キャップと抽出用の水銀3段拡散ポンプ間はできるだけ排気速度を大きくするために、直径35%、長さ190%の硝子管を使用した。測温はキャップ上部の測温用窓にプリズムを置き、光高温計によって行う。加熱は外径34%、内径30%、全長100%、ピッチ3%の炭素螺旋管の抵抗加熱によって行い、この螺旋管の内に黒鉛ルツボが位置している。また熱の遮断をできるだけ完全にするために、外側に黒鉛円筒と、Mo板が二重に巻いてある。この炉の温度と電流との関係は次のようであった。

電流 (Amp)	30	27	24
温度 (°C)	1950	1850	1750

水銀滴下ポンプは宗宮博士の考案された学振法のものとはほぼ同一であるが、滴下管には不破氏の提案されたものを使用した。また抽出用拡散ポンプと滴下ポンプ間はデッドスペースをできるだけ少なくするため、滴下ポンプの直前に、水銀3段拡散ポンプを設置した。マイクロオルザット装置もほぼ学振法と同様であるが、ここでは窒素の酸化の危険がないように、爆発ピペットを燃焼ピペットに代え、また電解酸素の洗滌用に塩化カルシウム管とパラジウムアスベスト管を付けた。

分析操作 炉体の取付けが終わったら、まず油回転ポンプによって装置内を排気し、次いで水銀拡散ポンプを働かせて、反応管内の圧力を 1×10^{-5} mm Hg程度にする。その後炭素螺旋炉に漸次電流を通じて30Aにする。ここで約4時間保持し、十分空焼きをしてから、電流を下げ、温度を約1800°Cに調節する。この時の真空度はほぼ 1×10^{-5} mm Hgである。次に回転ポンプをカットし、さらに滴下ポンプと水銀拡散ポンプを働かせて、装置のブランクを求める。これが一定になったら磁石によって試料をルツボ内に投入する。炉内圧力が投入前の圧力に戻ったら捕集されたガスをオルザット装置に送り、次の試料を投入する。抽出に要する時間は、試料1個当たり25~30分である。

ガスは常法によって分析し、酸素、窒素、水素を算出する。

分析結果 次に学振第19小委ガス分析協議会において作成した標準試料(低ニッケル・クロム鋼)、出銑の際とった試料、吹精羽口よりとった吹精前後の炉内試料について行った結果を示す。

種類	分析温度 (°C)	抽出時間 (min)	試料重量 (gr)	[O]%	[N]%
標準試料	1800	30	4.002	0.0042	0.0038
同学振平均値	—	—	—	0.0043	0.0032
出銑試料	1800	33	3.418	0.0037	0.0044
吹精前試料	1800	35	1.483	0.0085	0.0052
吹精後試料	1800	30	1.448	0.0145	0.0023

かくして、一応ガス分析操作そのものは確立されたので、今後炉内冶金反応その他物理的、化学的な条件と結び付けてゆきたいと思っている。(1956. 5. 15)