

## 學振 19 小委第 3 號 鐵及び鋼酸素分析方法

## (水素還元法)

(日本鐵鋼協會第十九回講演大會講演昭和十三年四月)

倭 國 一\*

ON THE ANALYSING METHOD OF OXYGEN IN IRON AND STEEL (HYDROGEN REDUCING PROCESS) IN REPORT No. 3 OF THE 19<sup>th</sup> SECTIONAL COMMITTEE OF THE JAPAN SOCIETY FOR THE PROMOTION OF SCIENTIFIC RESEARCH

Kuniti Tawara

**SYNOPSIS**:—The 19<sup>th</sup> Sectional Committee of the Japan Society for The Promotion of Scientific Research has made investigation on the methods for analysing gases in iron and steel since its foundation and has endeavoured to standardize such methods and devices. Previously the device for the analysis of nitrogen was completed and recently patented, and its method was published in Report No. 1 of the 19<sup>th</sup> Committee and is now commonly adopted in various places in this country.

The analysis for oxygen may be classified in to three processes, viz., (1) residual process, (2) hydrogen reducing process, and (3) vacuum melting process. In future, the Committee is going to make investigation on the three processes, and at first the hydrogen reducing process has been dealt with. On this process, the original scheme was proposed by Mr. Keijiro Kurokawa, and the method of taking specimens, the device and process were examined in the committee meetings which were opened several times. The same specimens extending over various kinds were specially made and sent to various places in order to receive the results of analysis by the proposed method. Finally, it was confirmed that all the results are in good conformity. The author is pleased to publish the method herein, which is the result of the investigation continued for some four years.

日本學術振興會に於ては早くより鐵及び鋼中のガス分析方法の確立に従事した。昭和 11 年 6 月に窒素分析方法の装置及び方法を決定し之を 19 小委第 1 號として發表した其の装置は本年 1 月に特許 123451 號として登録せられ、又其の方法は今日本邦のあらゆる個所にて使用せられてゐる。

鐵及び鋼の酸素分析方法及び其の装置に關しては委員會の設置當初より之が研究に着手したものであるが、漸く本年 1 月に至り水素還元法に依る方法が決定した。之を 19 小委第 3 號として商工省の規格の様式に倣つて印刷し既に配布した。是に就て茲に御話をする。

現今鐵及び鋼の酸素分析方法は世界各國に於て盛に研究せられ、實際の製鋼作業に應用し製品の改良を計てゐる。本邦に於ても諸所に於て研究せられて居たが、未だ充分に之を利用する迄には至らなかつた感がある。各國に於ける酸素分析方法そのものを研究する経路を見るに、未だ何れの方法が最も完全であるか一致して居ないのである。目下研究の歩を進めて居る方法は之を次の 3 つに分つことが出来て

1, 殘渣法 2, 水素還元法 3, 眞空熔融法である。殘渣法は鐵鋼試料を稀い酸又はヨード、臭素、鹽素等に溶解し又は電解にて處理して殘渣を秤量し、其の成分を定量して酸素の含有量を秤るものである。其の方法に依り各々利害を伴ふ上に、試料を溶解する装置も場合に依りて中性雰囲気中にて施行するものや、濾過するに特別の仕掛を備ふるものなどあつて、仲々大掛りのものもある。其の内稍趣を異にするものに Herty 法及び之を色々改良した方法がある。即ち熔融鋼にアルミニウムの針金を差込んで、鋼中の氧化物を還元してアルミナを生成して置き、鋼を酸に溶かして殘渣を秤量するものである。此の方法を爐内作業中の熔鋼に應用し得る爲めには極めて短時間即ち 15 分以内に分析出来る必要がある。目下折角研究中である。

3 の眞空熔融法に就ては矢島忠和氏が度々本協會誌に報告されて居る。高周波電氣爐を用ひて、純粹な黒鉛ルツボ中に試料を入れて 1mm の 10 萬分臺程度の眞空になじ約 1,600°C に熱する。發生したガス主に酸化炭素をオルザット式微量ガス分析装置にて酸素を定量するものである。又高周波爐の代りに螺旋狀に切た炭素筒で熱するものもある

\* 東京帝國大學名譽教授 日本學術振興會第 19 小委員會委員長

が、要するに爐の仕掛に費用が多く、又高熱のものを高度の真空にするに仲々手数がかる。最近英國の鋼塊研究委員會の報告 VII では著しく進んだ結果を出して居る。從來英國では最も此の真空熔融法に重きを置いて盛んに研究して居る。米國では出て來たガスを恒容の下で壓の變化を測定して知る方針に出てゐる。本邦に於て現在製鋼工場に於て直に應用し得るものは水素還元法に依る酸素定量法であると考へられるので、委員會に於ては先づ之が方法、裝置の決定を計る方針に出でた。他日迅速方法として Herty 法の改良と別に真空熔融法を研究する豫定である。

水素還元法に依るものは Ledebur 教授が約 50 年前の 1882 年に懸賞論文に合格して發表せられたもので、酸素を水に變じて定量するものである。各國に於ても多く其の要領に今日も準據して居る。又 1918 年に Goerens が試料に可熔合金錫とアンチモンを加へて水素中で熔融する方法を採用したのと、試料中に炭素のある場合に酸化炭素が出来るから、之を水に變換する爲め 1930 年に Petersen がニッケル・トリア接觸劑を利用したのが主な改良である本委員會に於ては大體是等の改良に従て装置と方法とを決定した。是等の方法の種類及び進歩發達に關しては學振第 19 小委員會報告 III. 139 頁 及び報告 VI を参照せられたい。

扱愈々之が研究にかゝつて昭和 10 年 2 月、現に之に従事せられて居らるゝ本邦内の主なる工場 10 個所に依頼して同一試料を各自の今迄行った方法で分析して貰た。其の依頼せし要領又は結果、分析装置、方法等は本委員會報告 III. 1 頁以下、又 122 頁及び 132 頁に詳しく出て居る。依頼せる試料は炭素鋼 4 種、(C 0.31~0.65% 迄) Ni-Cr 鋼 2 種及び鼠鑄鐵 1 種であつた。其の内水素還元法で分析したものは 8 個所であつたが、其の結果の相違は甚だしい。低い値の 30 倍にも達する高い値を出した所もあつた。是等は試料形状の差、可熔合金及び接觸劑の種類及び之が使用の有無、還元溫度等も一定しない爲めと考慮せられた。

昭和 11 年 4 月に先づ分析方法の装置と案との原案作製を小林佐三郎氏に依頼して、現に室蘭日本製鋼所に於て使

第 1 表 試料化學成分 (%)

試料 番號	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
8	0.05	0.011	0.32	0.016	0.012	0.12	—	—
9	0.26	0.19	0.66	0.022	0.011	0.12	3.50	0.73
10	0.79	0.27	0.54	0.011	0.012	0.24	1.00	0.08
11	0.31	0.31	0.61	0.031	0.014	0.04	3.39	0.87
12	0.75	0.18	0.75	0.030	0.020	0.35	—	—

用せらるゝものに近きものを案として之を審議して終に一つの成案を得た。更に同一試料を送附して此の同一方法で定量せらるゝことを依頼した。試料は第 1 表に示す成分を有する鋼 8, 9, 10 號を新に工場に依頼して造て貰て 10mm 徑のものを削粉にせず塊状の儘分析する様にした。其の分析結果は第 2 表に示す通りである。この成績では低

第 2 表 水素還元法に依る酸素分析値 (%)

分析場所	8號 (低炭素鋼)	9號(ニッケル クロム鋼)	10號 (高炭素鋼)	空 實 驗 値 g
科 研	0.0088	0.0074	0.0038	0.0002
技 研	0.0074	0.0058	0.0062	0.00036
室 蘭	0.0078	0.0063	0.0077	0.0002
八 幡	0.0091	0.0077	0.00105	0.00020~0.00036
佳 友	0.0071	0.0042	0.0074	0.00024~0.00153
神 戸	0.0090	0.0027	0.0077	0.0006 ~0.0009
安 來	0.0079	0.0044	0.0053	0.0002
東 大	0.0082	0.0035	0.0035	0.0001 ~0.0006
鐵 道	0.0083	0.0048	0.0045	0.00056
東 北	0.0088	0.0092	0.0072	0.0002 ~0.0003
吳	0.0087	0.0075	0.0091	0.0004
大 阪	—	0.0080	0.0097	—
大 川	0.0087	0.0099	0.0067	0.00027
川 崎	0.0084	0.0067	0.0058	—
平 均	0.0083	0.0064	0.0068	—

炭素鋼 (8 號) の結果は誠に好く一致するが、合金鋼及び高炭素鋼は尙相當の相違がある。此の原因を調査すると試料がものに依り偏析のあるものがあり、分析方法にも案に依らずに溫度を高くせられた所もあつた。

更に試料 11 號と試料 12 號とを徑 10mm のものを各所へ送附して分析を依頼した。其の結果は第 3 表の通りである。今回は其の成績が良く一致したので本年 1 月 25 日

第 3 表 酸素分析値 (%)

分析場所	11 號 (ニッケルクロム鋼)	12 號 (高炭素鋼)	空 實 驗 値 g
技 研	0.0064	0.0065	0.00031~0.00034
大 阪	0.0061	0.0063	0.00010~0.00028
室 蘭	0.0073	0.0053	0.00020~0.00030
佳 友	—	0.0049	0.0008 ~0.00012
神 戸	0.0066	0.0049	0.00020~0.00036
八 幡	0.0068	0.0053	0.00012~0.00028
鐵 道	0.0056	0.0064	0.00010
東 北	0.0073	0.0059	0.00020
北 大	0.0077	0.0069	—
安 來	0.0049	0.0040	0.00020~0.00060
平 均	0.0065	0.0056	—

の會に種々審議せられた上、附録の如き決定案を得たのである。是等の詳細なるものは學振第 19 小委員會報告 VI に詳しく掲げてある。

本案の審議に當りて出席者の間に問題となつた重要な點を摘記すれば下の通りである。

- 1) 先づ水素發生器に就てはキップ装置で水素を發生す

るとか又はポンプに溜めてある水素を使用するとの説もあったが、最も純粋な水素を得る爲めに自ら電解することゝなつた。水素の清淨装置も種々其の配置及び數に變更があつた。

2) 還元管には石英管、磁製管又は特殊の礮土管を用ふる説もあったが、高温度に於て水素ガスの漏洩を防ぎ、又は普通に購入出来る爲に透明石英管を採用した。電氣爐の形式も還元管を早く冷す爲めに爐を半開にする様式にせんとしたが、遂に横に動かす形とした。其の爲めに圖に示す如く還元管の一方にのみガスの出入口を附けてガス導入管を細管にて熔着せしめた。材料たる透明石英管は 1m である、之から 2 本の還元管が出来るので細管融着の爲めの費用を償ふことが出来る。

3) 秤量用の天秤は精密天秤を用ゐねばならぬ。試料が 20g 以上であり、普通存在する酸素量は 10 萬臺であるから 1mg の不正確は 10 萬分の 5 の相違となつて分析結果は價値のないものになる。従て天秤の感量は 1mg の 1/50 位を望むが案は 1/20mg とした。又秤量管の重量も出来る丈小さいものを用ゐる必要があるから之を小型で肉薄のものにて其の重量 20g 以内とした。

4) 試料に粉状のものを使用することもあるが、試料の表面に吸着する空氣又は水分を完全に驅逐することが困難である。低温度にて一應水素ガスにて還元して置く手段を用ゐる方法もあるが、寧ろ塊状を採用して可熔合金を用ひて熔融する方が良いから徑約 8mm 長さ約 50mm とした其の結果各所の分析値の一致を見た。分析に際しては試料中の  $FeO$  の還元が重であつて、他に  $MnO$  も幾分か還元せらるゝと思われるが  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$  の還元は先づ出来ないもので是等の形にて存在する酸素は定量しないと思ふのが順當と考へる。空實驗をなした後に試料を爐の中央に入れる時に空氣の侵入する恐れがあり、此の爲めに再度還元管内を水素で置換する必要があり、又秤量管の枝部の空氣を除く爲めに、その次に三方コックを設けて外へ追出すことにしてある。管内を水素で置換する手数を省く爲め空實驗後に還元管を開かない目的の爲め、豫め試料を還元管内の冷部に入れて置いて永久磁石にて之を爐の中央に移動することもあるので此のことを備考に入れた。少し熟練をすると之を應用することが出来る。

5) 可熔合金はアンチモンと錫との同量合金を採用した其の量は種々研究の結果試料の重量の 1.5 倍を用ゐることゝなつた。

6) 接觸劑に関しては其の製造方法又は空實驗方法を研

究して備考に掲げた。種々考へたのは接觸管の形であつた横型にせば流るゝガスと接觸劑との接觸が充分でない恐れから縦型が段々用ゐられた。澤村氏、的場氏の装置をも考へられたが、種々考慮の末、海軍技術研究所で創製した装置を改良して、接觸劑を裝入した後に出口の所を融着するものにした。

7) 分析方法にては還元時間と温度及び水素ガスの導入速度が問題となつた。其の内温度は最も重要なもので出来る丈高温度にしてあらゆる酸化物を還元せんとしても還元管の材料に依り制限がある。前記の如く透明石英管及び石英ポートを採用して  $1,100^{\circ}C$  とした。此の温度では磁製管では含有物の還元せられ、ガスの透過する恐れもある又之より高い温度では石英管の珪酸が還元せられる恐れがある。分析操作に際して此の温度を案通りでなく、或は高く又は低くしても著しく其の分析結果に差異を來すものと考へる。

試料中に普通以上の珪素を有する場合には含有酸素の多くが、珪酸の形で存在するから、本案の方法にては分析すること困難である。従て鼠鑄鐵であると珪素が多量含むし、又可熔合金を用ゐても存在する黒鉛の爲め熔融困難であるから、本案に依ることは出来ないで、之を省いた。以上述べた次第で日本學術振興會第 19 小委員會にては本案を決定した。

之を要するに本案に於ては出席者相互間の約束に依て其の装置及び分析方法を定めたものである。而して鐵鋼中の重に  $FeO$  として存在する酸素を定量するものと考へる。尙多少  $MnO$  の酸素も出て來ると思はれるが眞の總酸素値又は如何なる形で存在する酸素を決めるかは仲々困難なる仕事である。何れにせよ茲に決定した装置及び其の方法に準據して酸素の分析を行はれたなら、本邦の各個所に於ける分析結果が一致するものなることは確實である。従て此の方法に依て相互に鐵及び鋼中の酸素の多少を比較し、又は同一作業中の酸素量の變化を考究せらるゝ場合、充分に役立つものと信ずる。

私は委員長として協議に預つたに留まるもので、本方法を調査決定する爲めに 3 ヶ年の日數を費し、會議を重ねること 10 數回、會議に出席して此の決定に參與せられし方々は總計 78 名に達した。何れも現在集め得る鐵及び鋼の化學分析に携る權威者である。深く是等の方々の勞を謝し、併せて數次に互り分析試料をわざわざ熔製して提供せられた各工場の方々に御禮申上げる次第である。

(附 録)

## 學 振 19 小 委 第 3 號

## 鐵 及 ビ 鋼 酸 素 分 析 方 法 (水 素 還 元 法)

(昭 和 13 年 1 月 25 日 決 定)

## 第 1 章 總 則

第 1 條 本法ハ鐵及ビ鋼ノ酸素分析方法(水素還元法)ニ之ヲ適用スル。

## 第 2 章 鐵 及 ビ 鋼 酸 素 分 析 方 法

第 2 條 本章ノ酸素分析方法ハ次ノ通りデアル。

## 1. 要 旨

試料ヲ水素氣流中ニ於テ可熔合金ト共ニ加熱熔融シ酸素ヲ水及ビ酸化炭素等トナシ、更ニ酸化炭素ハ觸媒ニ依リ水トナシ之ヲ五酸化磷ニ吸收センメテ酸素ヲ定量スル。

## 2. 装 置 (附圖參照)

## (1) 水 素 發 生 裝 置

本裝置(a)ハ苛性カリ溶液(30%)ヲ電解シテ水素ヲ發生センメルモノニシテ、酸素ヲ發生スベキ陽極ハ成ル可ク高位置トナシテ水素中ニ酸素ノ混入スルヲ防ギ、且其ノ液壓ニテ水素ヲ送り出サシメル。電極ニハニッケル網又ハ板ヲ使用スル。

## (2) 水 素 清 淨 裝 置

本裝置ハ電解ニ依リ發生シタ水素中ノ酸素又ハ水分等ヲ除去スル爲メ濃硫酸ヲ入レタ洗瓶(b)及ビ(c)、粒狀苛性カリヲ填メタ塔(d)、五酸化磷トガラス綿トヲ交互ニ填メタ管(e)、パラヂウム・アスベストヲ填メタ透明石英製又ハ硬質ガラス製ノ管ト之ヲ約 250°Cニ加熱スル爐(f)及ビ五酸化磷トガラス綿トヲ交互ニ填メタ管(g)ヲ順次ニ連結シタモノデアル。

## (3) 還 元 裝 置

本裝置ハ還元管(h)ト之ヲ加熱スルシランダム抵抗爐又ハ其ノ他適當ナル電氣爐(k)ヨリ成ル。還元管(h)ハ内徑約 22mm 長サ約 350mm ノ透明石英製ニシテ、水素ハ一端ヨリ細管ニ依リ導入サレル。還元管ノ溫度ハ熱電高溫計(1)ニテ測定シ、管内ノ溫度ハ之ヲ補正シテ求メル。

## (4) ガ 斯 吸 收 裝 置

本裝置ハ還元管ヨリ導カレタガス中ノ水分ヲ吸收センメル爲メ五酸化磷トガラス綿トヲ交互ニ填メタ秤量管(m)、硫化水素ヲ吸收センメル爲メニ硫酸銅液ニ浸シ乾燥シタ輕石粒ヲ填メタ管(n)及ビ五酸化磷トガラス綿トヲ交互ニ填メタ管(o)ヲ順次ニ連結シ、次ニニッケル・トリア接觸劑ヲ填メタ透明石英製又ハ硬質ガラス製ノ管ト之ヲ約 250°Cニ加熱スル爐(p)、五酸化磷トガラス綿トヲ交互ニ填メタ秤量管(q)及ビ管(r)、濃硫酸ヲ入レタ洗瓶(s)及ビ適當ナル流速計(t)ヲ連結シタモノデアル。管(m)及ビ(n)トノ中間ニハ三方コック(6)ニ依リ側路ヲ設ケ、濃硫酸ヲ入レタ洗瓶(u)ヲ經テ外氣ニ通ゼシメル。

## (5) ガ 斯 置 換 裝 置

本裝置ハ還元管中ノ空氣ヲ水素ニテ置換スル爲メ壓力計(w)、五酸化磷トガラス綿トヲ交互ニ填メタ管(x)及ビ眞空ポンプ其ノ他適當ナル減壓裝置(y)ヲ順次ニ連結シタモノデアル。

## 3. 分 析 操 作

可熔合金約 30g ヲ石英製ポートニ入レテ還元管(h)中ニ挿入シ、コック(2)及ビ(5)ヲ閉ジコック(3)及ビ(4)ヲ開キ、眞空ポンプニ依リ徐々ニ還元管内ヲ減壓シ壓力計ノ讀ミヲ 2mm Hg 以下トスル。次ニコック(3)ヲ閉

ジコック(2)ヲ開キ、水素導入用ノコック(1)ヲ徐々ニ開イテ還元管内ニ水素ヲ滿シタ後、其ノコックヲ閉ジテ前同様真空ポンプニ連結シテ 2mm Hg 以下ニ減壓スル。此ノ操作ヲ 3 回繰リ返シ還元管内ヲ水素ニテ置換シタ後、コック(5)、三方コック(6)及ビ洗瓶(u)ヲ通シ秤量管(m)ノ枝部ニ存在スル空氣ヲ除去スル爲メ約 10 分間水素ヲ通ジ、更ニコック(6)ニ依リ管(n)ヲ經テ約 10 分間全裝置ニ水素ヲ通ズル。

次ニ水素ヲ毎分約 40cc ノ割合ニ通ジツ、電氣爐ヲ徐々ニ移動シテ還元管ヲ加熱シ、管内ヲ約 1,100°Cニ達セシメタ後、其ノ溫度ニ約 40 分間保持シテ可熔合金ヲ還元スル。此ノ操作ガ終レバ電氣爐ヲ徐々ニ後退セシメ還元管ヲ冷却シタ後、コック(1)ヲ閉ジテ水素ノ送入ヲ止メ更ニコック(4),(9)其ノ他ガス吸収裝置ノ各コックヲ閉ジテ秤量管(m)及ビ(q)ヲ外シ、秤量室内ニ約 20 分間放置シテ各々ヲ秤量スル。

次ニ秤量管(m)及ビ(q)ヲ連結シ、各コックヲ開キ前操作ト同様ニ三方コック(9)及ビ瓶(u)ヲ經テ秤量管(m)ノ枝部ノ空氣ヲ除去シタ後、全裝置ニ水素ヲ毎分約 40cc ノ割合ニ通ジツ、還元管(h)ヲ約 1,100°Cニ加熱シ約 90 分間保持スル。次ニ電氣爐ヲ徐々ニ後退セシメ尙約 30 分間ニテ還元管ヲ冷却シ、水素ノ送入ヲ止メテ秤量管(m)及ビ(q)ヲ外シ秤量室内ニ約 20 分間放置シテ各々ヲ秤量スル。其ノ増加セル重量ヲ合シテ空實驗値トシ、其ノ値ハ 0.0003g 未滿ナルコトガ必要デアアル。

試料ノ分析ヲナスニハ、還元管内ノポートヲ引出シ可熔合金ノ上ニ試料ヲ載セテ挿入シ氣密ニ連結シタ後、先ノ操作ニ準ジテ還元管内ヲ水素ニテ置換シ同様ニ秤量管(m)及ビ(q)ヲ連結シ、毎分約 40cc ノ割合ニ水素ヲ通ジツ、電氣爐ヲ徐々ニ移動セシメテ還元管内ノ溫度ヲ約 1,100°Cニ達セシメ、此ノ溫度ニ約 90 分間保持スル。次ニ電氣爐ヲ徐々ニ後退セシメ尙約 30 分間ニテ還元管ヲ冷却シ、水素ノ送入ヲ止メテ秤量管(m)及ビ(q)ヲ外シ、秤量室内ニ約 20 分間放置シテ各々ヲ秤量スル。其ノ増加セル重量ヲ合シテ次式ニ依リ試料ノ酸素量ヲ算出スル。

$$\frac{\{\text{秤量管ノ増量(g)} - \text{空實驗値(g)}\} \times 88.81}{\text{試料重量(g)}} = \text{酸素\%}$$

#### 4. 試料

試料ノ採取量ハ約 20g トシ、徑約 8mm 長サ約 50mm ノ丸棒又ハ之ニ準ズル角形ノモノトスル。其ノ表面ハ研磨紙 00 番程度迄研磨シ、アルコール及ビエーテルニテ油其ノ他ノ附着不純物ヲ除去シ、更ニエーテル中ニ保存スル。分析ニ際シテハ豫メ約 100°Cノ空氣恒溫槽中又ハ適當ナル方法ニ依リテ乾燥シ、デシケータ中ニ冷却スル。

#### 備考

1. 分析裝置ハ附圖ニ準ズルモノトスル。
2. 秤量管(m)及ビ(q)ハ小型ニシテ肉薄ノモノヲ用キ、其ノ重量各々 20g 未滿ナル事ガ必要デアアル。
3. 還元管ノ接續ハ磨合セトシ、接觸管ノ接續ハ融着トスル。其ノ他ノ接續モ成ル可ク磨合セ又ハ融着ニ依ル。尙磨合セ部分ニ使用スル密着劑ハ揮發性ノ極メテ小ナルモノヲ選定スル必要ガアル。
4. 秤量用天秤ノ感量ハ 0.0001g 以下ナルヲ要スル。
5. 可熔合金ノ調製ハ次ノ通りトスル。

優良ナタンマン管ニ純錫 6 及ビ純アンチモン 4 ノ割合ニ装入シ、電氣爐ニテ約 600°Cニ加熱シテ熔製スル。本合金ハ本裝置ト略同様ナ裝置ニ依リ清淨水素ヲ毎分約 60cc ノ割合ニ通ジツ、約 1,100°Cニ約 3 時間保持シタ後、之ヲデシケータ中ニ保存スルノデアアル。

6. ニッケル・トリア接觸劑ノ調製ハ次ノ通りトスル。

硝酸ニッケル 2.59g 及ビ硝酸トリウム 0.263g ヲ少量ノ水ニ溶解シ、之ヲ豫メ精製乾燥シタ磁製品ノ直徑 1 乃至 2mm ノ碎片約 12.6gニ吸収セシメ、ニッケル・ルツボニ入レテ加熱蒸發シ次デ徐々ニ暗赤熱迄熱シテ酸化窒素ヲ驅除スル。之ヲ透明石英製又ハ硬質ガラス製ノ管ニ充填シ、清淨水素ヲ通ジツ、約 350°Cニ約 60 時間保持シタ後、其ノ儘使用ニ供スル。本接觸劑ハ次ニ記ス操作ニ依リ時々其ノ活性度ヲ試験

スル必要ガアル。

最純炭酸カルシウム約 0.1g ヲボート中ニ秤取シ、之ヲ還元管内ニ挿入シ管内ヲ清淨水素ニテ置換シテ後、水素ヲ通ジツ、徐々ニ溫度ヲ 950°C 乃至 1,000°C ニ上昇セシメ此ノ溫度ニ約 1 時間保持シテ後以下第 2 條 3 ニ準ジテ酸素ヲ定量スル。

7. 還元管内ノガス置換ノ際ニ 2mm Hg 以下ノ減壓ヲ得ラレナイ場合ニハ適當ニ置換回数ヲ増ス必要ガアル。

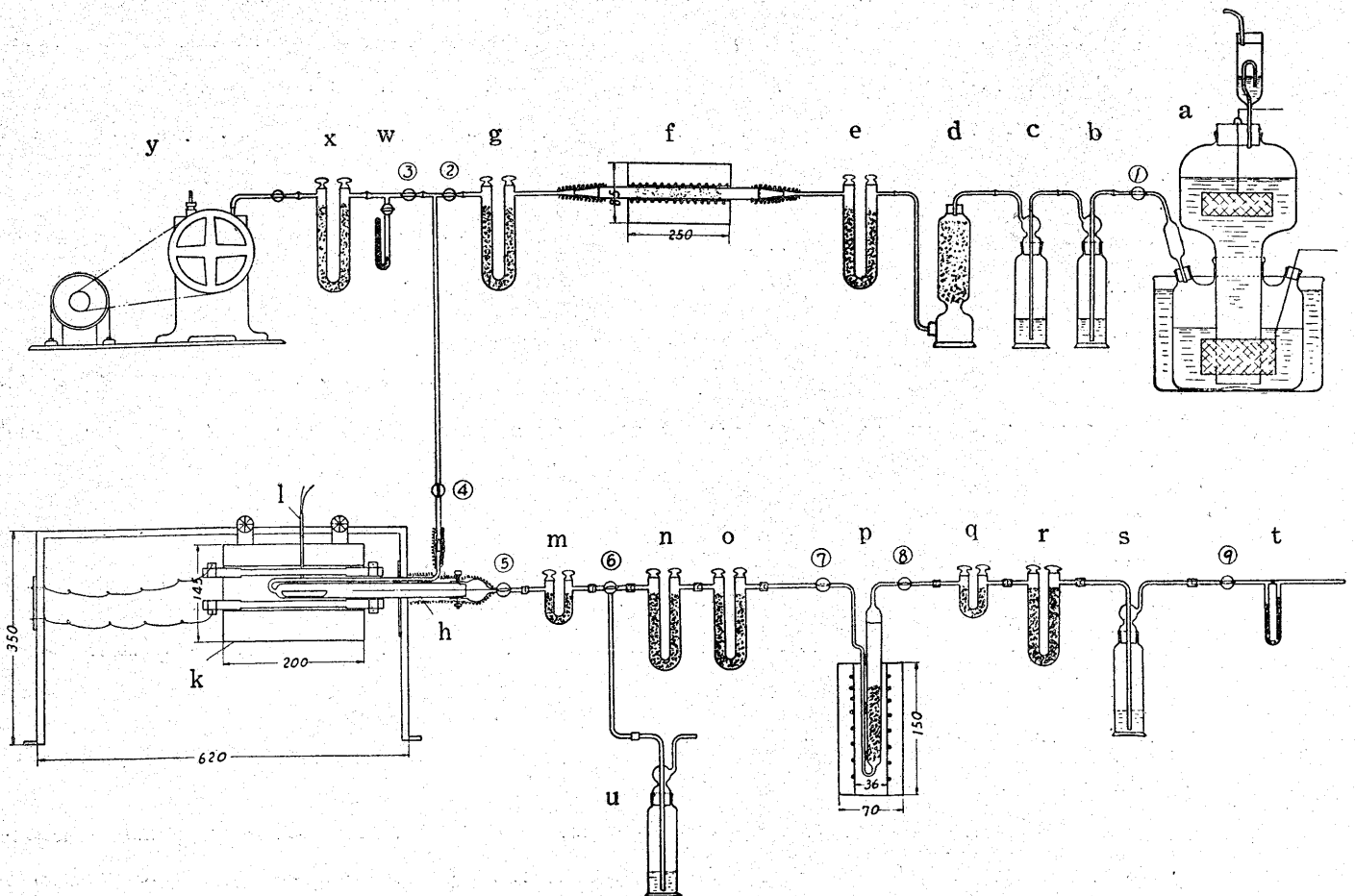
8. 秤量スルニ際シテハ秤量管ノ溫度及ビ其ノ濕度ニ對スル影響等ヲ充分考慮スルヲ要スル。

9. 分析操作ニ永久磁石ヲ使用スル場合ハ次ノ通りトスル。

豫メ試料ヲ還元管内ノ冷部ニ入レ置キ空實驗ヲナシテ後、試料ヲ磁石ニ依ツテボート内ノ可熔合金ノ上ニ載セ、水素ヲ通ジテ秤量管(m)ノ枝部ニ存在スル空氣ヲ除去シテ後、還元管ヲ加熱シ以下第 2 條 3 ニ準ジテ酸素ヲ定量スル。

10. 本方法ハ銑鐵ニハ適用シナイ。

附圖 鐵及ビ鋼酸素定量(水素還元法)裝置 單位 mm



a 水素發生器  
b 硫酸瓶  
c 硫酸瓶塔  
d 苛性カリ塔  
e 五酸化磷管  
f パラヂウム・アスベスト管

g 五酸化磷管  
h 還元管  
k 電氣爐  
l 熱電對  
m 五酸化磷管(秤量管)  
n 硫酸銅管  
o 五酸化磷管

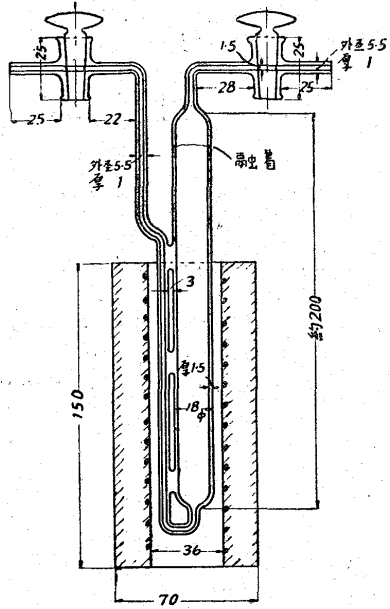
p ニツケル・トリア接觸管  
q 五酸化磷管(秤量管)  
r 五酸化磷管  
s 硫酸瓶  
t 流速計  
u 硫酸瓶

w 壓力計  
x 五酸化磷管  
y 真空ポンプ  
①②③④ 一方コック  
⑤⑦⑧⑨ 一方コック  
⑥ 三方コック

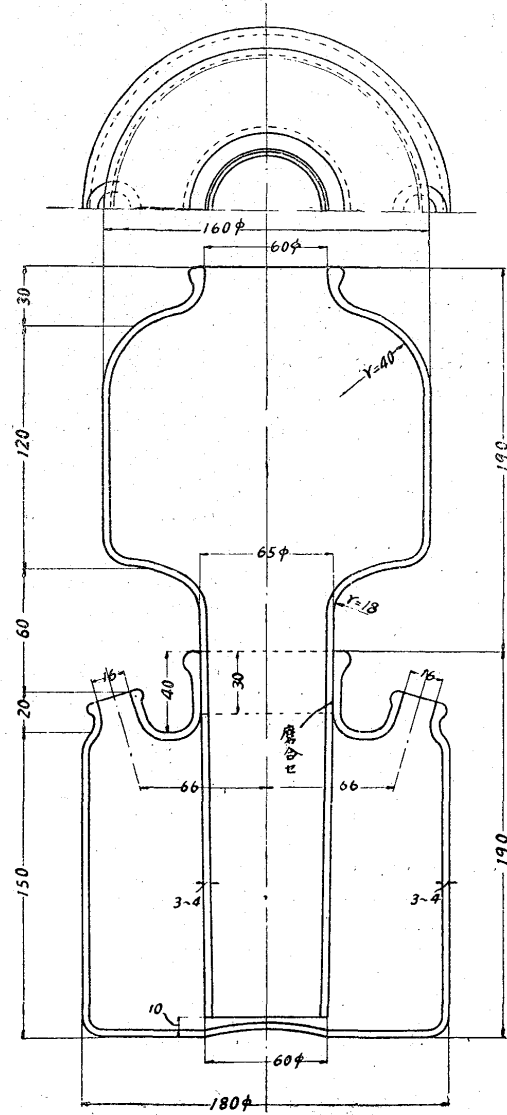
附圖

單位 mm

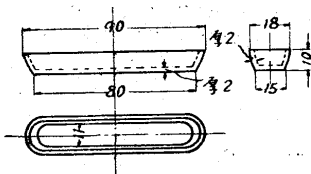
ニッケル・トリア接觸管



水素發生器



ボート



還元管

