

固定され之の兩ターミナル間はベークライト及び真空ワックスによつて絶縁し真空に保つ。上方のターミナルは冷却水の通路を兼ねた支柱によつて支持されこの支柱は銅製の水冷圓筒に直結されこの圓筒は真空部全體の保持台を兼ねている。之の保持台と下方ターミナルの一端はアルミニウム製板でトランスと連結し電流を通ずる。石英管と保持台との間は真空用コンパウンドでとめて真空に保つ。又發熱體と石英管の間にモリブデン板を2枚入れ熱輻射を保護する。これによつて石英管の表面温度は發熱體内部が 2000°C に達しても僅か 200°C 程度であつた。坩堝は第2圖Bに示した如く發熱體と同質の黒鉛で内徑 10mm 肉厚 5mm 長さ約 150mm で頭部に黒鉛製漏斗を取付け、ターミナル上に固定する様にしてある。これで1個の坩堝は約 10 ケの試料を分析し得る。併しこの坩堝について 尙改良の餘地があると考えている。試料の穴は直徑 4mm 長さ 20mm の砲彈型で1個の試料の重量は約 4g である。試料は硝子キャップの横に取付けた試料保持器から磁石操作により容易に漏斗を通して坩堝内に投入出来る。

發熱體の加熱には 10KVA の二段の可變トランスを用い、一次トランスで 220V から 120V迄 10V 飛びに 11 段、更に二次トランスで 6V から 11V迄 6段に切り換えられるためこのトランスだけで相當細かく温度調節が可能であるが更に必要な場合には二次トランスの前に炭素抵抗器を入れて微細な温度調節を行うこととした。これ等の装置により希望する温度に加熱部を正確に保つことが出来る。

### III. 操作並びに結果

装置は全部連結し  $10^{-5}$ Hg 迄排氣しターミナル其の他必要個所に冷却水を十分流し電流を通ずる。現在では 2000°C 迄上昇させるのに約 30 分かけているが之の時間は必要ならばまだ短縮出来ると思われる。所要電力量は 4.5V, 1.6KVA で 1500°C, 5.2V, 2.2KVA で 1750°C 6V, 2.7KVA で 2000°C に達する。發熱體、坩堝が新らしければそのまま 2000°C に保ちながら排氣を續ける。0.2% 程度の灰分の黒鉛では 2000°C に達した直後は可成り真空度は悪くなり  $10^{-4}$ Hg の order まで落ちるが空気、水等の漏れがなければ數時間で次第に眞はよくなり 10~15 時間空焼き後には  $4 \times 10^{-5}$ Hg 程度に達し 1200~1800°C の分析温度では空實驗値として 15 分間のガス捕集量 0.2~0.3cc, 内 CO 量は 0.05~0.10cc となり分析可能な空實驗値となる。更に數時間空焼き後一旦スイッチを切つて完全に冷却し空気を入れ

て試料を装入再び同様の操作を行う。坩堝に始め不要の試料を1個落下させて 2000°C に上昇後一時間保ち空實驗値をとる。その空實驗値が上述の程度の満足すべき値であつたらば測定しようとする試料を落下し分析を行う。次いで 15 分間空實驗値をとり次の分析を行うという操作を繰り返す。實驗の一例は第1表に示した通りで

第1表 酸素分析の一例

	分析温度 (°C)	抽出ガス 量 (cc)	CO 量 (cc)	分析値 (%)
空實驗値 (1)	1710	0.27	0.07	
試料 A 1	"	1.85	—	0.020
空實驗値 (2)	"	0.34	0.11	
試料 A 2	"	1.59	—	0.016
空實驗値 (3)	1800	0.19	0.06	
試料 B 1	"	2.12	—	0.023
空實驗値 (4)	1830	0.18	0.05	
試料 B 2	"	1.92	—	0.024
空實驗値 (5)	1820	0.19	0.05	
試料 B 3	"	2.19	—	0.024
空實驗値 (6)	"	0.16	0.05	

ある。第1表の分析を使用した試料は鹽基性平爐の精錬末期の Al でキルした試料であつて Al, A2 及び B1~B3 は同一試料より得たものである。之れより 1800°C に於る分析値は可成りよい再現性を示している事が判る。

普通平爐等で精錬中の試料を探る場合には Al でキルする必要があり、鋼中の非金属酸化物中では  $Al_2O_3$  の還元については尙問題があり脱酸と抽出温度の影響に關しては尙研究の餘地があると考えられるので目下それに關し實驗中である。

### IV. 結 言

本報告は既に述べた如く真空熔融酸素分析装置の加熱部分の改良について述べたものである。従來の高周波誘導爐、炭素螺旋爐に比べて能率よく作製も容易でより多くの工場、研究所にある小型のクマン爐を利用することによつて本装置を自家製することが出来る故大いに利用されん事を希望する次第である。

### (117) 眞空熔融法による鐵鋼中酸素分析について

川崎製鐵 K K 綜合工場研究課

工 今井 光雄・理中山 龍夫

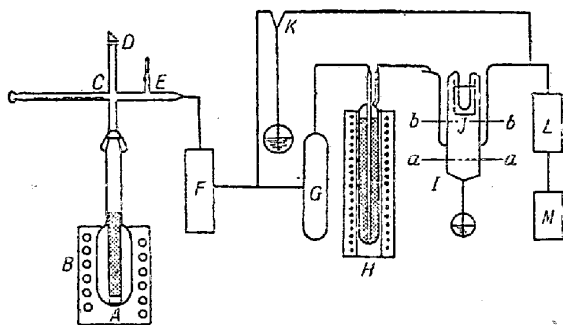
工〇大井 浩

銑鐵中の全酸素を定量するのに最も迅速にして、正確な方法は眞空熔融法であることは今日異議のない所である。

今回高周波電氣爐を用いて、試料を  $10^{-4}$ mmHg の真空の下に黒鉛坩堝中で熔融して鋼中の酸化物を炭素にて還元しその結果發生する CO を坩堝より擴散ポンプで急速に引出し、加熱せる酸化銅を通して酸化せしめて  $\text{CO}_2$  にする。この  $\text{CO}_2$  を當所にて考案せる二重水銀 U 字管を用いて液體空氣で凝結捕集し、再び蒸發せしめて  $\text{CO}_2$  の壓力を測定して酸素量を計算する装置を試作し所期の結果を得たので、ここに報告する。

### I. 分析装置及操作

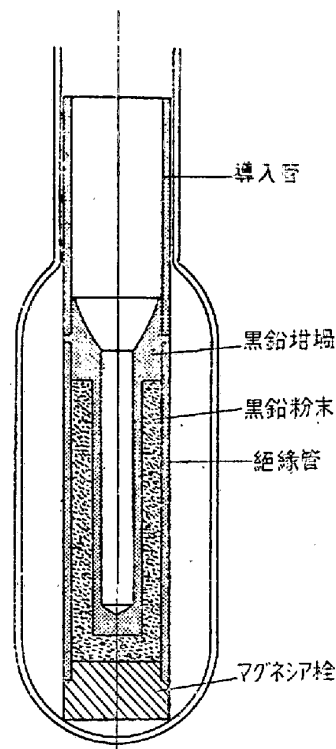
装置の大要は第 1 圖の如くである。系全體は外徑 12



第 1 圖

mm のガラス管で連結している。A は透明石英管で内徑 30mm 下部の長さ 180mm は内徑 50mm にふくらしてここに黒鉛坩堝を設置する。B は高周波加熱用線輪で内徑 65mm 28turn. C は試料を並べる枝管で約 8 本の試料を並べる。D は溫度測定用視窓でプリズムで横から光高溫計で測定する。E は真空度測定用ゲージ。F はガラス製 3 段水銀擴散ポンプでガスの爐壁への吸着を避けて急速に引出す役目をなす。G はガラス製ガス受槽で容量約 600cc 試料よりガス發生の際擴散ポンプの補助真空の壓力が上つてポンプが作動しなくなるのを防止した。H は酸化銅を充填せる硬質ガラス製トラップで長さ 500mm 10 メッシュを通り 20 メッシュに止る粒狀酸化銅を用いて、管全體を  $350^\circ\text{C}$  に加熱する電氣爐を備へている。I は凝結捕集及び測定に用いる 2 重水銀 U 字管で J 部を液體空氣で冷却し水銀を a-a, b-b の位置に下上して捕集及び測定を行う。K は排氣系と爐室の間を開閉する活栓の役目をする水銀カットオフで、活栓、真空グリースによるガスの汚損を避けた。L, M. は装置全體を高真空にする 3 段水銀擴散ポンプ及び補助真空用廻轉ポンプ。

試料を熔融する黒鉛坩堝の形狀及び組立圖は第 2 圖の如くで試料導入用の漏斗を備へた内徑 13mm の坩堝の外側に同じ材質の肉厚 2mm の割目を入れた熱絶縁管を組合せ、その間に 200 メッシュに粉碎せる黒鉛粉末を斷



第 2 圖

熱用につめ底部はマグネシアを成型焼成した栓をして黒鉛粉末の落下を防いだ。これによつて黒鉛坩堝は  $2000^\circ\text{C}$  近く上つても熱絶縁管は  $1000^\circ\text{C}$  程度で外の石英管は水冷する必要なく故障もなく使用し得て優秀な熱絶縁が得られた。

試料はブロック又は薄板より採取し内徑 13mm の坩堝に投入するためブロックは斷面積約 7mm 平方の細長い圓筒又は角柱狀に仕上げ、薄板の場合は幅 7mm の短冊狀に細長く切つたものを數枚用いた。採取量は 2~3gr で特に酸素含有量の 0.02% を越えるものは 1gr 以下で充分であつた。

試料の表面は研磨して丁寧にスケールを除き、要すればアルコール、エーテルで洗滌し乾燥して分析に供した。

かくして調製した試料を枝管 C に並べて黒鉛坩堝を設置し、L, M, F の真空ポンプを作動させて装置全體を  $10^{-4}$ mmHg 以下に排氣する。充分排氣を認めてから高周波を發振せしめて B の線輪で黒鉛坩堝を加熱し始める。坩堝の溫度を約  $2000^\circ$  に上げて 1.5~2hr 排氣を続け坩堝のガスを除去する。爐室内の壓力が充分低くなつてから坩堝の溫度を  $1600^\circ\text{C}$  に下げてブランクテストを試みる。後述の程度の充分低いブランク値を得たら分析を始める。

K の水銀を上げてカットオフを閉じ I の 2 重水銀 U

字管の a-a 迄水銀を上げ J 部を液體空氣で冷却する。電磁石で枝管 C より試料を移動させて坩堝の中に落とす瞬間的に熔融してガスが発生する。ガスは F の擴散ポンプで急速に引出され受槽 G に溜り更に L, M のポンプで酸化銅 2 重水銀 U 字管を通つて系外に引出される、此の間 CO は酸化銅で酸化されて CO<sub>2</sub> になり J に凝結捕集される。抽出が終れば水銀を b-b 迄上げて液體空氣を除き K のカットオフを下げて爐室受槽を排氣する。擴散ポンプ 2 台で排氣するため分析後 2 分間の排氣で次の分析を始めて差支へなかつた。

II. ブランクテスト

黒鉛坩堝よりたえずガスの発生がありこれが分析誤差の原因となるため 2000°C 約 2hr の排氣を行つて発生ガス中の CO が 12min で 4mmHg (17cc) 以下にすることが出来た。試料投入後のブランクの値はやゝ高く投入前の値の 0.2~0.5mmHg 高かつた。このブランク値を實驗値より差引いた試料抽出時間 2gr として 0% で 0.0032% に當る。

鋼中の酸化物が完全に還元され、生じた CO が酸化され凝結捕集が終了するに要する時間を明かにするため第 1 表の如く抽出時間を種々變へて分析して見た。この結果 12 分以上の抽出による値は殆ど同じで 12 分間で再

第 1 表

抽出時間	0%			
	10min	12min	15min	20min
鋼種				
リムド鋼 A	0.0092	0.0103	0.0112	0.0106
リムド鋼 B	0.0280	0.0296	0.0293	0.0306
セミキルド鋼		0.0030	0.0030	
珪素鋼		0.0117	0.0121	
線材		0.0045	0.0037	0.0036

充分であることがわかり抽出時間は 12 分間を採用した。

III. 分析値の再現性

同一試料を數回分析してどの程度の再現性を有するかを調べた所第 2 表の如く ±0.0006% の誤差で良好なる

第 2 表

試料	試料重量 gr	0%	試料	試料重量	0%
炭素鋼	1,0000	0.0066	珪素鋼	2.3930	0.0052
"	1,0058	0.0064	"	2.5206	0.0047
"	1,1070	0.0073	"	2.5291	0.0059
平均		0.0068	平均		0.0053
		±0.0005			±0.0006

現性を有することを認めた。

IV. 分析例

種々の試料につき分析を行つた結果を第 3 表に示す。

第 3 表

鋼種	0%
極低炭素鋼	0.0721
製鋼途上 Mn 前	0.0494
" Mn 後	0.0436
銑 鐵 A	0.0193
" B	0.0180
珪素鋼 ET A	0.0072
" ET B	0.0101

製鋼途上の試料は熔鋼を銅製楔形鑄型にて急冷して採取した。酸素分析に於ける標準試料がないため分析値が絶對的に正しい値であるか、更に研討の餘地があるが、大體に於て正しい範圍の値を與へていると考へられる。

V. 結 言

以上の如き本分析装置の特色をまとめて述べれば

1. 装置は簡單で製作修理に便利である。
2. 分析操作は凝結捕集、測定のみで熟練を要しない。
3. 分析時間は 1 試料につき 15~20min で 1 日 7~10 本分析出來て極めて迅速である。
4. 坩堝のブランクに注意すれば再現性良好で誤差は ±0.001% 以下である。

この様な利點を有するが更に分析値に就て研討すると共に本装置を改良して窒素、水素も同時に定量する装置を試作する豫定である。

(118) ヨード水溶液法による鑄鐵中の非金屬介在物定量法の検討

K. K. 日本製鋼所室蘭製作所研究所

理博 前川 靜 彌

○海老原 三代重

I. 緒 言

終戦後銑及び鑄鐵中の非金屬介在物定量法として各所に於て主に検討されたものは、溫硝酸法、電解法、鹽素法等であつて、これ等の利害得失に就ては既に報告した。その結果を要約すると、組成中 SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は略一致した値が得られるが、FeO に関しては、溫硝酸法では珪酸鹽としての FeO より定量出來ず、遊離 FeO は別途 Herty 法で求められるが、これが爲には豫め熔銑中に Al 棒を加えなければならない。又電解法では燐化