

また SiO_2 における Si-K_α 測定の高分析器条件は他元素の測定と同じように再現性を確保するために測定者は注意深い操作をしなければならない。

V. 結 言

測定例として CaO および SiO_2 について論じたが検量線の細かい内容は分析誤差および操作上の問題を解決する上で重要な問題である。また測定の迅速化は装置の完全な自動化を要求する点で、使用者側との交流を痛切に感ずる次第である。

文 献

- 1) 36年4月応用物理学会で発表(早稲田大学)

543.272.6:669.14
no.62/09
(109) 鋼中の炭素自記定量装置について

て P.528~529
東都製鋼 工博 若松 茂雄

Apparatus for Determination of the Carbon in Steel with an Automatic Recorder.

Dr. Shigeo WAKAMATSU.

I. 緒 言

電気伝導度法による鉄鋼中の炭素定量方法は従来の諸法に比して迅速性、簡易性において著しく勝り、精度、確度ともいささかも遜色がない。しかも、微量から高含量まで広範囲の炭素定量が可能である。したがって最近では迅速分析、微量炭素の定量などに本法を採用する工場が多くなった。しかし、国産の装置はまだ試作の段階で完全なものも少なく、ほとんどすべて輸入にまつ状況である。よって著者はこれの国産化を企図し、昨年1月電気化学計器KKに作製を依頼してあつたが、この程完成したので、その概要を報告して参考に供する。

II. 分析法の概要

鋼試料を管状電気炉で O_2 とともに強熱燃焼させ炭素を CO_2 としたのち、過剰の O_2 とともに希薄な NaOH 溶液を入れた恒温吸収管に導き CO_2 を吸収させ、吸収された CO_2 量を吸収管の電気伝導度変化として自動的に測定記録して炭素を定量する。

III. 装 置

本炭素定量装置は Photo. 1 のごとき外観を有し、燃

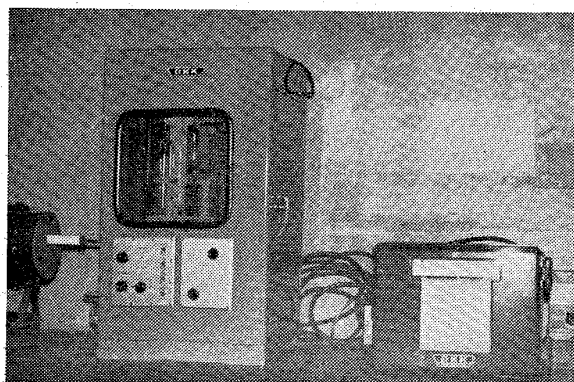


Photo. 1. Apparatus for measuring the conductivity difference.

焼部、吸収部、記録部の3部から成っている。

1. 燃 焼 部

燃焼部における O_2 清浄装置、燃焼炉(管状電気炉)等は従来の燃焼容量法の装置をほとんどそのまま使用している。ただ O_2 清浄装置から燃焼炉への途中において過剰の O_2 を排出する排出口を設けた点と燃焼炉から CO_2 吸収装置への途中において CO_2 濃度を調節するためのガス溜を設けた点が異なる。

本法では希薄なアルカリ溶液に CO_2 を吸収させるので燃焼炉から吸収装置へ送り込むガスの流速、 CO_2 の濃度などの諸条件が常に同一であることが望ましい。このために本装置では上記のような特別な手段を用いた。

2. 吸 収 部

吸収装置は高さ 78 cm、巾 44 cm、奥行 40 cm の大きさ(Photo. 1 左側)で、内部に 5% KMnO_4 溶液を入れた SO_2 吸収瓶、首振り式のピストンポンプ、15 l 入吸収液(0.1N NaOH 溶液)タンク、吸収液計量器、 CO_2 吸収管、電気伝導度測定電極、恒温装置等が内蔵されている。

この内ピストンポンプは油中に浸して作動し一定の流速(300 ml/mn)で燃焼炉から燃焼ガスを吸収管に送り込むようになっている。また一方吸収液タンクに圧力を加えて吸収液を計量器に送り込む。計量器から吸収管へは自然流下によつて一定量(25 ml)の吸収液が入る。

周知のように溶液の電気伝導度は温度によつて大きく影響されるから、計量器、吸収管などは流動パラフィン槽中に入れてあり、槽中の温度は恒温装置によつて常に一定の温度($40^\circ \pm 0.1^\circ \text{C}$)に保たれるようになっている。

3. 記 録 部

記録計は周知の交流ホイートストンブリッジを利用した電子管式自動平衡記録計である。すなわち、基準電極(CO_2 吸収前の吸収液の電気伝導度を検知する電極)と測定電極(CO_2 吸収後の吸収液の電気伝導度を検知する電極)とを直列に接続して交流電圧を与えて電流を流す。それによつて、それぞれの電極の抵抗に比例して電圧が配分されるから、この電圧を電流を流す電極とは別に設けた電圧検知電極によつて検知し、ブリッジ回路で比較測定を行なう。そしてこれは平衡電動機によりスライド抵抗を動かし平衡をとり、自動的に測定を行ない、結果を指示記録する。

この方式では測定、記録をすべて自動的に行ない、人間の手を必要としないばかりでなく、従来の電気伝導度測定の場合大きな問題となつていた分極現象による悪影響を除去することができるのが特長である。

記録部にはこれに必要な調整抵抗、増巾器、指示記録機構が収められている。記録面は 155mm ストリップ型で、チャートスピードは 50mm/h である。

III. 分析操作

燃焼炉の温度を $1200^\circ \sim 1300^\circ \text{C}$ にあげる。ヒーターのスイッチを入れ恒温槽の温度を $40^\circ \pm 0.1^\circ \text{C}$ とする。500 ml/mn で O_2 を送入し、ポンプのスイッチを入れ装置内に O_2 を通す。同時に記録計のスイッチを入れ記録紙の巻取りを開始する。ボタンを操作して計量器に吸収液を入れ、これを吸収管に送り込む。この量は自動的

に常に 25 ml となるようになってい。つぎに他のボタンを操作して吸収管内に 300 ml/mn で O₂ を導入する。これまでポンプで引いていた O₂ は空気中に逃散させてある。また、燃焼炉に送入している O₂ のうち過剰の部分は前述し排出口より排出される。このような状態において測定のスィッチを入れ指示計の零点調整を行なう。

つぎに試料をはかり取ったボートを燃焼管に入れ、引続き 500 ml/mn で O₂ を送入する。試料が燃焼し始めると O₂ 量は 500 ml/mn でも不足し、排出口から空気が逆に流入して来る。このため O₂ が希釈されて試料燃焼速度がやや緩慢となり時間的には不利となるが、従来法のような爆発的燃焼が抑制され燃焼管の損傷が少なくなる効果があり、それに伴う種々な困難が除去できる。燃焼が不完全になるということもない。燃焼ガスはガス溜で CO₂ 濃度を調節したのち吸収管に導入される。

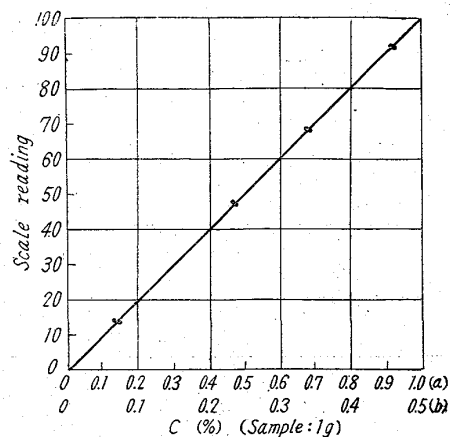
CO₂ が吸収液に吸収され始めると記録計の指針が作動し記録される。CO₂ のすべてが吸収され終ると指針が停止するから、この停止した点の目盛を読みあらかじめ作製してある検量線から炭素量を知る。

測定スィッチを切つたのち、ボタンを操作して CO₂ を吸収した吸収液を流出させ、新たに吸収液を入れ換え(これは 2 回行なう)、O₂ を導入し、零点調節を行ない、つぎの定量を実施する。

分析所要時間は試料を挿入してから、記録計の指針が停止するまで 3~4 mn かかる。また、吸収液の取換、零点の調整等に 2~3 mn を要する。したがって 1 試料の分析に 5~7 mn を要する。しかし、正味の分析時間は 3~4 mn であるから、炉前分析のような間歇的な作業の場合は従来の迅速分析法より、約 2 倍の迅速性をもつていて、カントバックなど物理的な方法よりも有利である。

V. 定量範囲および精度

本法は前述のごとく微量から高含量まで広範囲の炭素を精度よく定量できるのが特長であるが、本装置では一応試料採取量 1g とした場合 0.05~1% の範囲の炭素の定量を対象として設計してある。すなわち吸収液(NaOH 溶液)の濃度を 0.1 N とし、感度は 2 段切換えとし、No. 1 では 0.10~1.00%, No. 2 では 0.05~0.50% の範囲の炭素が定量できる。



(a) Sensitivity No. 1 (b) Sensitivity No. 2
Fig. 1. Calibration curve.

もちろん、吸収液の濃度を変えるか、或いは試料採取量を適当に加減することによつて簡単にこの範囲外の炭素量のものも定量可能であり、さらに感度調整を行なえば極く微量の炭素の定量も可能である。

参考までに数種の日本鉄鋼標準試料および N. B. S 試料を用いて作製した検量線を Fig. 1 に示す。

この検量線を用い、日を変え、分析者を変えて 0.1~0.9% の範囲のいろいろな鋼試料中の炭素を定量させた場合の精度 (σ_M) は 0.0084% で、満足し得るものであった。

VI. 結 言

本装置は外国製品に比して、操作上若干不便な点もあるが、精度的には遜色がない、しかも、簡易にできているから価格も約 1/3 で、購入しやすく十分実用性があると思われる。

no. 621/0
543.272.1:669.14

(110) N. R. C 真空溶融ガス分析装置による鋼中酸素分析値の誤差管理実験 1.529~531

神戸製鋼所高砂工場

長谷場泰造・理博 草道 英武
岩見 敏夫・三浦 正淑

Error Control Experiment on Analysis of the Oxygen in Steel by Vacuum-Fusion Gas Analysis.

Taizo HASEBA, Dr. Hidetake KUSAMICHI, Toshio IWAMI and Masatoshi MIURA.

I. 緒 言

今日の製鋼工場においては酸素の添加によつて製鋼時間の短縮が可能となり、一方真空鑄造、コンセル溶解などの発達により酸素を含めた有害ガスの除去が容易となつた。このように今日の製鋼作業では酸素の挙動が一つの重要な因子であることはいうまでもないが、酸素分析値を日常の製鋼作業のチェックポイントとして利用しようとするといろいろ困難な点がある。

すなわち第一に試料採取法であり、第二に分析操作を含めた分析装置の精度であり、第三に分析速度の問題である。

著者らはこの酸素分析値をあくまで統計的に日常製鋼作業のチェックに利用でき得よう一連の実験を行なつており今回はその一つである N. R. C 真空溶融ガス分析装置による鋼中酸素分析値の精度について報告する。

II. 実験結果の概要

1) 精度の定義

一般に破壊試験の場合の精度はサンプルのバラツキを含めた測定値のバラツキをもつて精度と定義している。本分析の場合も一般の慣習にしたがい、サンプルのバラツキを含めた測定値のバラツキをもつて分析の精度と定義する。すなわち現在の技術標準のもとで十分に管理された状態で作られたと考えられる 3 種の鋼を用い、作業標準で定められたと同じ分析法をもつて繰返し測定を行