

値とよく一致した。またこの方法は分析精度も比較的良  
好で、抽出時間もきわめて短かいので、鑄鉄中水素の抽  
出法として十分実用されうると考えられる

文 献

- 1) 加藤: 金属学会誌, 24 (1960) p. 794~797
- 2) B. B. BACH, J. V. DAWSON, L. W. L. SMITH:  
B. C. I. R. A. Research Report No. 397 (1956)
- 3) B. B. BACH, J. V. DAWSON, L. W. L. SMITH:  
J. Iron & Steel Inst. (U. K.), 176 (1954), p. 257

543, 272, 543, 544, 25,

669, 14

(189) ガスクロマトグラフィーによる  
鋼中のガス成分の定量

(真空溶融法による鋼中のガス成分定量に  
関する研究—Ⅵ)

日本特殊鋼

工博 沢 繁樹・森 俊雄・○積田英男

Analysis of Gas in Steel by Gas-  
Chromatography Method. 643~644

(Analysis of gas in steel by vacuum fusion  
method—Ⅵ)

Dr. Shigeki SAWA, Toshio MORI  
and Hideo TSUMITA.

I. 緒 言

著者らは特殊鋼の製造における鋼中ガス成分の影響を  
重視し、現場分析に用いる真空溶融分析装置の改良研究  
を続けて来た。その概要は既に報告したが、これはい  
ずれも炭素螺旋炉または炭素管抵抗炉を用いた真空溶融  
装置と、熱伝導度法を利用した抽出ガス分析装置を組合  
せた迅速定量法に関するものである。この方法は鋼中水  
素の迅速定量には好適であるが、酸素の完全定量には抽  
出ガスの酸化操作が必要であるから、そのために十数分  
の時間を要した。

近年ガスクロマトグラフィーを応用したガス分析方法  
が広く有機物の分野のみならず無機ガスの分析にも利用  
されるようになり、鉄鋼の含有ガス分析にも試みられる  
ようになった。ガスクロマトグラフィーの長所は、

- a) 操作が簡易で熟練を要しない。
- b) 分析結果が自動記録され個人誤差が入らない。
- c) 分析装置が比較的簡単で故障を起しにくい。

など現場分析に適した条件を備えているが、その反面真  
空溶融法による抽出ガス量は通常ガスクロマトグラフ  
ィー装置にとっては微量であるから、感度、精度を上げ  
ることが問題となる。著者らはこの点につき研究を行な  
い、一応の成果を収めたので報告する。

II. 分析装置の概要

a) 分析系統

Fig. 1 に分析系統図を示す。真空炉は外径 65mm φ  
全長 350mm の底を封じたバイコール硝子製の容器、①  
内に坩堝および容器を懸吊し、外部より高周波加熱を行  
なう、①の上端はシリコンゴムの O リングシールによ  
り、不銹合金鑄物製の排気管②に接続する。②の上部に  
は試料装入器を付属する。抽出ガスの捕集には水銀拡散

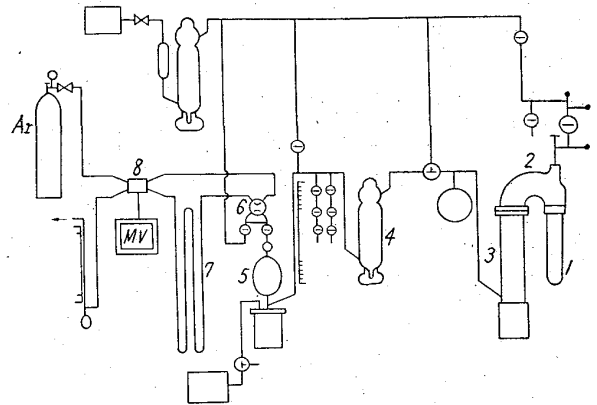


Fig. 1. Schematic diagram of the apparatus.

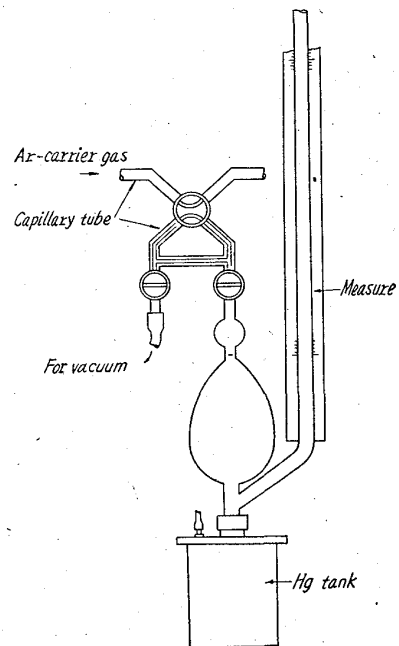


Fig. 2. Gas volume gauge.

ポンプ③および硝子装水銀エゼクターポンプ④を適列に  
接続し、ガス定量部⑤に集める。⑤は第Ⅵ報に述べた大  
型マクレオド型ガス定量計で、水銀面を標線まで上昇せ  
しめ、側管の水銀柱より抽出ガスの総量を計量する。つ  
ぎに予め排気してある試料ガス室(毛管より成る)に抽  
出ガスを圧入し、四方コック⑥を操作してキャリアーガ  
スの流れに試料ガスを乗せる。この部分の詳細は Fig.  
2 に示す通りである。⑦はカラム、⑧は検出器である。

b) 水銀拡散ポンプ

真空溶融法の生命は排気抽出装置にある。Fig. 3 は  
この部分の詳細図である。水銀拡散ポンプはこの目的に  
特に設計製作した内径 70mm 3 段の傘型ノズルをもつ  
鋼製で、直列に接続したエゼクターポンプは抽出ガスを  
約 8mm まで圧縮する能力を有する。

c) カラム

カラム充填剤として珪藻土、活性アルミナ、モレキュ  
ラーシーブ 5A、シリカゲルなどの吸着剤を試験した  
が、分離能、保持時間なば迅速分析の目的には、活性炭  
が最も適していた。カラムの寸法についても多くの実験

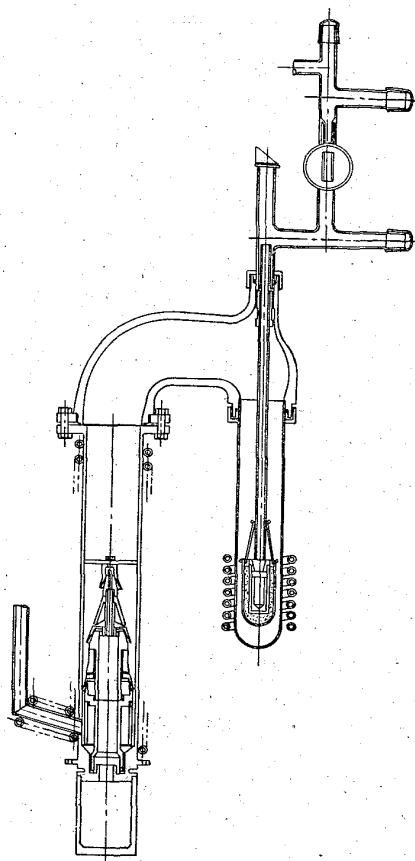


Fig. 3. Vacuum furnace and mercury-diffusion pump.

を重ね、内径 3mm 全長 1.5 m の硝子細管に 30~60 メッシュの活性炭を充填したものが良好な成績を示した。

d) キャリアーガス

Table 1 の熱伝導率を比較すると、CO、N<sub>2</sub> および H<sub>2</sub> を感度よく検出するためには、キャリアーガスとして He、Xe などが適しているが、連日の作業に対する入手の容易さから Ar を使用した。流速は 60 ml/mn 程度が適当である。

e) 検出器

検出感度を高めるために、導管、カラム、検出器の死容積を可及的に少なくした。検出器は内径 3 mm 深さ 10 mm の空隙に直径 0.02 mm の白金線をスパイラルに張った。感度を上げるために微少サーミスタも実験したが、応答速度が遅いため、白金線と高速度計器の組合せが最も良好であった。

### III. 成 果

以上の検討を経て得られたガスクロマトグラフィー装置の成績は Table 2 の通りである。最初に検出される H<sub>2</sub> とつぎにピークの表われる N<sub>2</sub> との分解能 4.08,

Table 1. Thermal conductivity coefficient of various gases at 0°C. (10<sup>-6</sup> cal/s. cm. °C)

He	Ne	Ar	Kr	Xe	CO	CO <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>
343	109	39	21	12	53	34	57	58	419

Table 2. Performance of the gas-chromatography analyser.

	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	CO
Retention time (s)	48	162	222
Retention volume (ml)			
Relative peak separation	0.704	0.370	
Relative peak sharpness	3.43	3.86	5.28
Peak resolution	4.08	1.43	

Note: Carrier gas: Ar. 60 ml/mn

Column: Active carbon 3mmφ×1.5

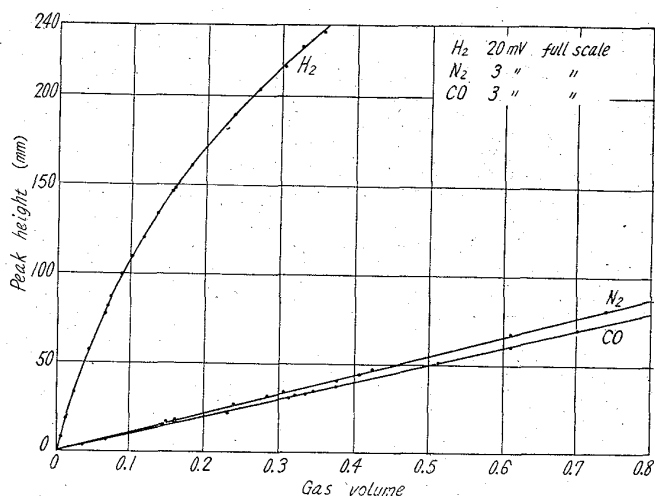


Fig. 4. Relation between peak height and gas volume.

N<sub>2</sub> と CO との分解能 1.43 の数値の示す通り、3つのピークの分離は完全である。保持時間の最も長い CO でも 3' 42" に過ぎないから、分析は至短時間に完結することが知られる。

Fig. 4 は本装置による H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、CO の検出線である。フルスケール 3mV~20 mV 可変の 250mm 巾高速度電子管式記録計による、Ar に対する H<sub>2</sub> の相対感度がいちじるしく高いので、H<sub>2</sub> は 10 mV~20 mV レンジを使用する。CO および N<sub>2</sub> の感度は 0.1 ml が約 1 cm のピーク高さに相当し、一般の分析には充分である。検量線はピーク高さより求めたものであるが、ピーク面積を一々測らなくても精度は充分得られる。

### IV. 結 言

真空溶融法による抽出ガスをガスクロマトグラフィーにより分析する鉄鋼の含有ガス分析方法は、カラム、検出器などを微量ガス分析に適する構造とすれば、現場分析は勿論研究用の精密分析の分野にも実用し得ることが示され、取扱の簡便と分析所要時間の短縮が図られるので極めて応用分野の広い方法と思われる。