

## (355) 酸化物中の水素定量分析方法

新日本製鐵株式会社 製品技術研究所

佐藤秀之, 渡辺俊雄

○門山耕二, 橋口栄弘

## 1. 緒言

製鋼スラグ、溶接フラックスおよび溶接棒被覆剤等の酸化物に含有されている水素化合物が、鋳片および溶着金属中の水素源であるとの考えが支配的である。従って鋼材およびその溶接構造物の品質向上には酸化物中の水素量を正確に把握し、鋼材侵入のプロセスを解明して対策を講ずる必要がある。

従来これらの水素量は 1000℃ 以下の温度で発生する水分量を定量して換算してきた。しかしこれらの酸化物は 1600℃ 以上の高温で溶鋼と接触し使用されている。従って測定もこの温度で発生する水素を直接定量する分析法の開発が望まれていた。金属では容易なこの水素定量法が酸化物に使用出来ない理由は、①加熱の初期に水素化合物の一部が水蒸気となって逃げる。②水素分析に有害な多量のダストおよび CO ガスの発生等の為に正しい測定値が得られなかったからである。

本報はこれらの問題を二重黒鉛るつぼ還元一ガスクロ法により解決したので報告する。

## 2. 装置および分析方法

この装置は LECO 社製 RH-1 型黒鉛抵抗加熱炉と島津ガスクロ GC-4AP とで構成されてをり、キャリアガスは Ar を使用し、モレキュラシーブ 5A でガス分離を行なった。その主要部は次の通りである。

① 二重黒鉛るつぼ：小葉包紙上に秤取した粉末試料を小黒鉛るつぼに入れ、4枚の黒鉛フェルトで蓋をして発熱用黒鉛るつぼ中に図の様にを入れる。抵抗加熱によって外部黒鉛るつぼは急激に温度上昇し数秒の間に 2000℃ に達するが、内部るつぼ中の試料温度は、これより遅れて上昇する。加熱の初期に発生する水蒸気は赤熱した大小 2 個のるつぼの小間隙を通過する際に充分還元されて水素に分解する。又ダストは 4枚の黒鉛フェルトに捕集され加熱脱水素される。

② 予熱装置：試料を炉に入れる際に炉を開放するので、炉内および空焼後のるつぼを大気に曝すことになる。そのため大気中の湿分が水冷されている炉内壁に付着し、空実験値を高める。この対策として、炉の開放前に冷却水を 90℃ の温水に切換、炉体を予熱し、試料挿入後も 5 分間予熱して、炉内、るつぼ試料等の付着水および、るつぼ内の空気を除いて空実験値の低位安定化を計った。

## 3. 実験結果

黒鉛の還元性能、共存フッ素の影響も標準物質として水酸化ニッケルを使用してチェックした。

検量線は純水素ガスを使用して作成した。その結果、連鑄パウダー 溶接フラックス等のくり返し精度は CV5% であり分析処理能力は 4 試料/時 で定量下限は 10ppm である。

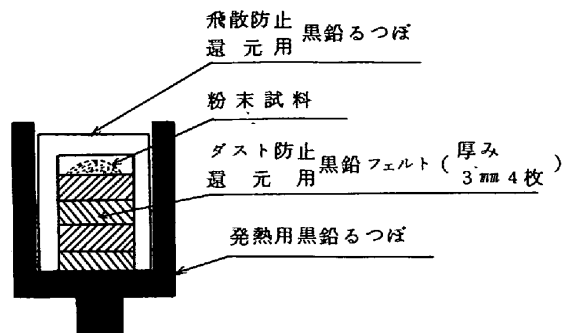


図 二重黒鉛るつぼ