

(283) 高酸素鉄鋼試料における酸素分析の検討

大阪大学工学部

○上田 満 森田善一郎

緒言 前報¹⁾において著者らは、気体成分が広い濃度域にわたる試料を相対法でガス分析する場合、用いる標準試料により得られる分析結果が大きく異なることを指摘した。さらに窒素分析に対しては、販布元の異なる数種の標準試料を用いて検量線を補正すれば妥当な結果が得られることも示した。一方、酸素分析については、化学分析による決定される絶対法が無いため窒素に適用した手法の適否を判定できない。さらに窒素に比べより広い濃度域の分析を行う必要があるにもかかわらず、高濃度の標準試料が市販されていないため外挿範囲が広くなるなどの問題点がある。そこで今回、著者らは、広い濃度範囲、特に高濃度域(1000ppm以上)の酸素分析を行うため、1)市販標準試料による検量線の差異と分析結果におよぼす影響を検討し、2)高濃度酸素分析用標準試料の作製を試みたので報告する。

実験方法 分析法は不活性ガス搬送-熱伝導度法(Leco TC-30)で行った。標準試料による検討には、日本鉄鋼標準試料およびLeco標準試料を用いた。標準試料の試作には電解鉄粉とニッケル粉にそれぞれ試薬無水珪酸を適量混合したもの、および安息香酸アルコール溶液を用いた。

結果 図1に種々の酸素濃度試料の分析結果を示す。図より、校正に用いる標準試料により得られる結果は大きく異なっていることがわかる。しかし、標準試料の販布元により分析値が偏向する傾向はみられない。このことは、著者らが窒素分析において試みた、数種の標準試料を用いて検量線を補正する方法の酸素分析への適用を示唆するものであるが、前節において述べた事由により、簡便に取り扱える高濃度酸素用標準試料の作製が先決であると考え、以下の手順により試作した。金属試料は、金属粉、珪酸粉を秤量混合後H₂気流中1000℃で10hr加熱し、冷却後一定形状に切り出し通常の分析手法により分析した。溶液試料は適量の安息香酸を溶解したアルコールを一定量に希釈し、空焼き後の分析ルツボにその一部を直接添加しアルコールを揮発させ分析した。金属試料については、珪酸の秤量値から換算される酸素値に近い分析結果を示したが、混合に伴うバラツキと金属粉酸化による経時変化が認められた。溶液試料の結果を図2に示す。溶液0.5ml以下の添加においてよい直線関係が得られた。図中の破線部ではアルコール揮発時に安息香酸の一部が揮発しているものと推察される。この溶液の酸素絶対値は、溶液の炭素分析により決定できるため、この溶液が高濃度酸素分析用標準試料として使用可能であると考えられる。

文献 1)上田 森田 鉄と鋼 67(1981)S1097

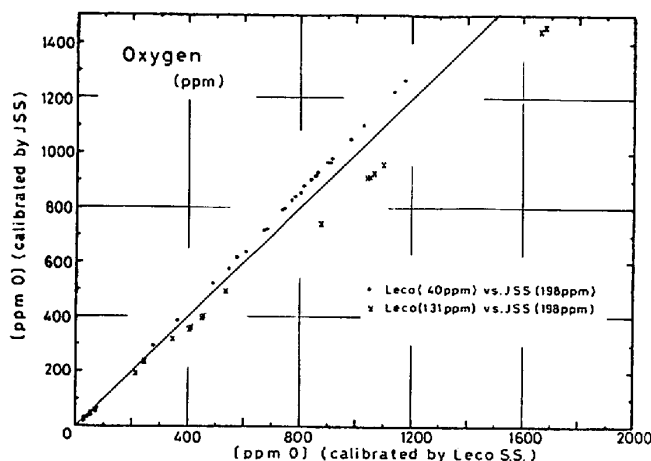


Fig. 1 Comparison of the analytical result calibrated by Leco standard sample with JSS

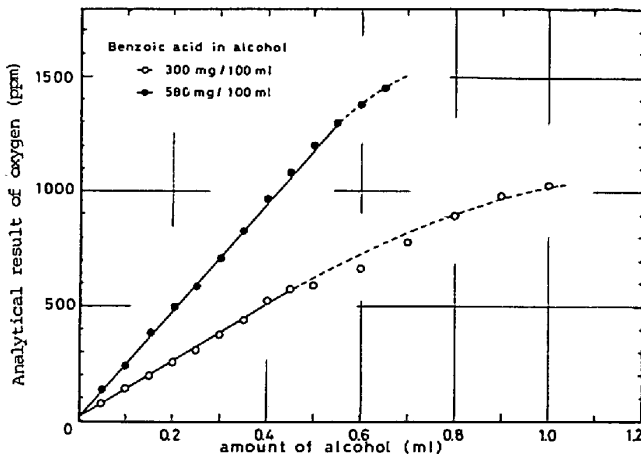


Fig.2 Determination of oxygen in benzoic acid alcohol solution.