

設置機器紹介

酸素・窒素分析装置

本装置は、窒化物含有耐火物（耐火物原料中）の酸素（O）及び窒素（N）の分析に適用される。図1及び表1に当所設置装置の概観写真と仕様を示す。



図1 酸素・窒素分析装置（左よりパソコン、マイクロ天秤、検出器部、酸化器、インパルス炉）

表1 機器名称及び主な仕様

名称	(株)堀場製作所製 EMGA-620W/C (酸素・窒素分析装置/セラミックス分析仕様)
主な仕様	不活性ガス雰囲気中インパルス炉融解 O：赤外線吸収検出－N：熱伝導度検出方式 秤量自動読取－含有率出力方式 定量範囲（粉末試料の場合の概略値） O：0.01～60% N：0.01～60%

測定操作は次の様に行う。微粉試料（約15mg）をNiカプセル（ $\phi 5 \times L10$ ）に量取る（1 μ g単位まで読取）。Niカプセルを専用押潰器で押潰・押曲げチップにする。この試料を図2のインパルス炉の試料投入口に、またSn粒0.5gを溶剤投入口に入れ測定を開始する。下降した下部電極上に黒鉛坩堝（ $\phi 14 \times L20$ ）を乗せ、キーを押し測定を進める。以下自動測定される（約3分/試料）。

装置内では、図3の様に黒鉛坩堝に電力が印加され、坩堝からのガス成分を脱気後、溶剤が坩堝中に投入され、同脱気される。試料が投入され、坩堝内は試料分解に必要な2500～3000℃に昇温される。図4のように試料中のOは、黒鉛と反応してCOガスとなり、Nは還元されN₂ガスとなり、Heキャリアーガスと共にO分析流路系とN分析流路系に2分岐される。O分析流路では、特別な精製工程もなく赤外線検出器でCOガス濃度が検出される。

一方、N分析流路では、熱伝導度検出器で妨害となるCOをCO₂に酸化した後、アスカライトの2NaOH+CO₂→Na₂CO₃+H₂Oの反応によってCO₂を除去し、生成されたH₂Oをアンヒドロンで除去してNの正確な定量を可能としている。

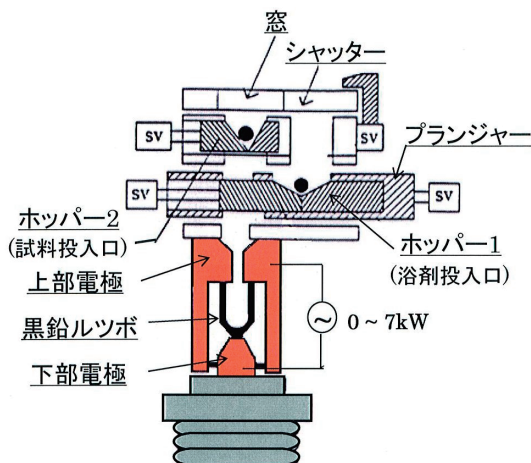


図2 インパルス炉の構造

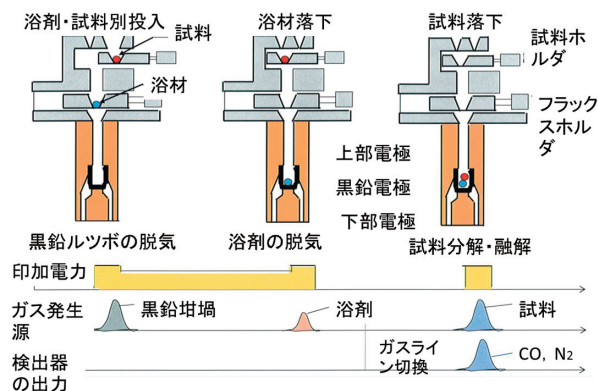


図3 試料と溶剤の投入の流れ

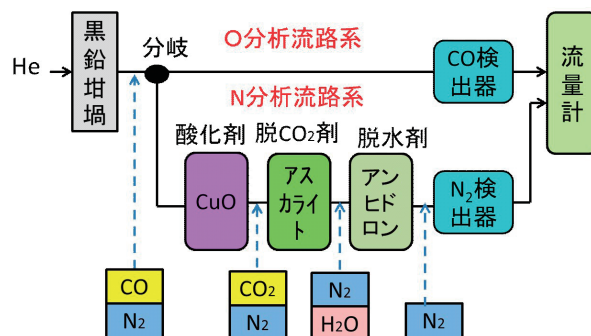


図4 O・N分析ガス流路

（コーディネーター 朝倉 秀夫）