

鐵に相當量の他の元素が添加されても、即ち鐵-炭素合金のみならず、鐵を主體とする他の合金鋼に於ても、恐らく殆ど同じ温度にて現れるべき變態であつて、この AN 點附近の温度に於て一般の鐵及び鋼の化學的乃至物理的性質に、不連続なる變化あるべしと想像し得るものである。従つて 1100°C 以上の高温に於ける鐵及

び鋼の化學的乃至物理的處理に關し、この AN 變態の有する意義は恐らく極めて大なるものであらうと推察する次第である。

終りに臨み本實驗は小林正己君の御援助を受けた。尙この新しき鐵の變態の發見は決して著者の力でなくたゞ亡き母の靈の導きであることを記してこゝに擲筆するものである。

鹽素法に依る鋼中の非金属介在物の定量法に就て (III)

(日本鐵鋼協會第 29 回講演大會講演 昭 18.4. 於東京)

森 脇 和 男*

ON THE DETERMINATION OF NON-METALLIC INCLUSIONS IN STEEL BY THE CHLORINE METHOD (III) FERRO-CHROMIUM

Kazuo Moriwaki

SYNOPSIS:— In determining the non-metallic inclusions in ferro-chromium by the chlorine method, the warm sulphuric acid method, the hydrochloric acid method and the vacuum melting method, the following result was obtained:—

In the chlorine method the temperature of the hydrochloric acid treatment should be raised to 700°C in order perfectly to sublimate the dissolved chromium. At this temperature the chromium oxide in silica and silicate may be perfectly determined, but the chromium oxide in the free state and alumina are entirely attacked and impossible to determine. In the warm sulphuric acid method, the free chromium oxide is not attacked and may be determined, while the silica content is revealed in a comparatively lower value. In determining the alumina the hydrochloric acid method is most suitable. For determining the total oxygen the vacuum melting method is the most accurate.

目 次

- I 緒 言
- II 塩 素 法
- III 温 硫 酸 法
- IV 温 塩 酸 法
- V 真 空 熔 融 法
- VI 非 金 屬 介 在 物 中 の 各 成 分 の 分 離 定 量 法
- VII 總 括

I 緒 言

優良特殊鋼製造のためには、その一方の原料たる合金鐵の品質の優良なることを要するは言を俟たない。近來高級特殊鋼は従來の如く P 及び S の低いことのみにては不十分で、更に酸素、窒素及び水素等のガス成分の含有量少きを要することが、逐次明かにせられた。従つて原料たる合金鐵に於ても、P 及び S のみならずこれ等のガス成分の含有量僅少なることが、望ましいのは當然である。然るに合金鐵中のこれ等のガス成分の定量法は、殆ど研究されず、熔解技術者も自身が使用する、合金鐵中のこれ等のガス成分の含有量及びその存在様式に就て、全くデータを持たなかつたと言ふも過言でない。本著者¹⁾は既に炭素鋼及び含クロム特殊鋼中に於ける、これ等成分の定量法を研究完成し、特殊鋼の性能の向上に貢献したのであるが、その後更に渡邊社長の命に依り合金鐵に就ても同様の研究を進めた。又矢島工學士²⁾は真空熔融法に依て、數種の合金鐵中の全酸素量、窒素量及び水素量

の定量を可能にしたので、著者も亦引續き合金鐵中の介在物の定量法に研究の歩を進め、先づクロム鐵中の介在物の定量法の研究に着手した。

日本鐵鋼協會電氣爐製鋼研究委員會に於ては、製鋼用合金鐵中のガス成分定量法の至急確立の必要を認め、ガス定量法に就ては、日本學術振興會第 19 小委員會に本問題の研究方を依頼された。因て該小委員會に於てはこれを受理し、委員長は鹽素法に依る合金鐵中の非金属介在物定量法の研究を、著者に委嘱されたので、一層研究が促進されたのである。

一般にクロム含有量高き特殊鋼にあつては、精鍊作業に困難多く、非金属介在物に基く疵等を生じ易く、就中 13% Cr 不銹鋼及び 18~8 不銹鋼等の如き高クロム鋼に起る點蝕の原因は、専らこの介在物に基くものである。これ等の高クロム鋼の熔解に際しては、勿論種々の合金鐵が裝入せられるのであるが、他の合金鐵は大部分還元期の初期又は中期までに添加され、たとへその中の酸素含有量が高くと精鍊除去される機會は多いが、クロム鐵は還元期の最終期に、而も多量に裝入せられるので、クロム鐵中に含有された酸化物は、その儘製品鋼中に保有される危険多く、これ等高クロム鋼の熔解に使用されるクロム鐵は、特に優良なるを要するのである。その他近來使用される代用鋼には、クロムの含有量高きものが多いから、その原料たるクロム鐵中の含有成分に就ては十分なる知識を持つことが望ましい。これ即ち著者が他の合金鐵はしばらく措いて、先づクロム鐵の研究に着手した理由である。

含クロム鋼の内でも、炭素量低き鋼種が特に非金属介在物の含有量高くなり易きは、その製鋼法より考へて當然なことであり、

* 日本特殊鋼株式會社研究所

* 矢島工博：未發表

この際には低炭素クロム鐵が使用され、この低炭素クロム鐵は、高炭素クロム鐵よりも、酸素含有量が高くなり易きは、これ亦クロム鐵製造法より考へて當然である。かくの如く實用的價值高く、且定量の容易なることよりして、著者は先づ低炭素クロム鐵中の非金属介在物の定量法の研究を行つた。

定量法としては、鹽素法、溫硫酸法、溫鹽酸法及び眞空熔融法に依り、これ等の結果を相互に比較検討した。次に各々の分析法に就て記す。

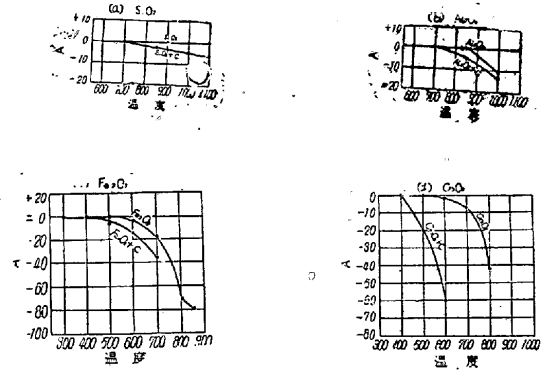
II 鹽素法

鹽素に依て、クロム鐵中の非金属介在物を分離定量するには、先づ第一にクロム鐵中のクロム成分を、完全に鹽化物に置換するに必要なる、加熱温度を確めなくてはならない。前報²⁾に於て記した如く、鋼が 13% Cr を含有するときは、鹽素の作用が著しく緩慢となり、直徑 10mm、厚さ 5mm の圓盤狀試料を、550°にて鹽素處理するときは、十數日後に於て、初めて中心部まで完全に鹽化物となる。又この温度にては生じた鹽化クロムは、殆ど揮發せず大部分が試料の表面に固着し、反應の進行に伴ひ、この鹽化物層は逐次厚さを増し、數箇の大なる割目を生ずる。この鹽化物の層は可なり硬く緻密であつて、13% Cr 鋼の鹽素處理による反應速度の遅いのは、クロムの鹽素に對する、耐蝕性のためのみならず、この生成されたる鹽化クロム層が、鹽素ガスと金屬表面との直接の接觸を妨げるためである。クロム鐵の如き 60% Cr 以上の高クロム合金に於ては、反應速度は更に遅く、550°に於ても少量の鹽化物の昇華は認められるのであるが、到底反應の完結を期待することが出来ない。鹽素處理の温度を更に上昇せしめ、約 650°に達せしめると、生成せる鹽化クロムの昇華が認められ、急激に反應速度が増加する。依て著者は鹽素處理の温度を 700°C に選んだ。試料の大きさも亦、反應の完結に要する時間に大なる影響を有するので、不銹鋼製臼内に粉碎し、12メツシ以下の粒狀にして使用した。而して 12メツシの粒狀のクロム鐵約 5g を 700°にて鹽素處理するときは、約 7h 後に反應が終結する。この温度にて生じた鹽化クロムを初め、その他の鹽化物は、全部昇華し、反應終結後の小舟上には、肉眼的には鹽化物の存在は認められず、炭素と非金属介在物のみが認められる。この事實は Wasmuht³⁾ が 74% Cr のクロム鐵及び金屬クロムを、鹽素處理するときは 700°に於て、初めて完全に氣化すると記した報告と良く一致する。(II 報 第 1 圖参照)。

炭化クロムは 500°にて完全に分解すると Wasmuht に依て報告されて居るから、鹽素處理の温度を 700°C とする時は、完全に分解することが期待される。事實後述する著者の研究に於ても、鹽素處理後の殘渣中に炭化物の存在を認めなかつた。

I 報¹⁾に於て詳記した如く 300°に於て既に或種の酸化物は鹽素に依て侵され初めるのであるから、700°にて鹽素處理すれば相當量の酸化物の減少を見るであらうことが豫期される。酸化物の安定度は同一化學組成の酸化物でもその大きさ、結晶狀態、その他の物理的條件、就中豫め灼熱せられたる温度に依て、著しく異なるのであるから、一概にこれを決定することは出来ないが、Wasmuht³⁾ は數種の酸化物に就て次の如き結果を得て居る。(第 1 圖)。

上で侵される (850°にて 0.68%) (第 1 圖 a)。アルミナは 850°



A: 重量の減少% (Wasmuht)
第 1 圖 各種酸化物に對する鹽素ガスの作用

で明かに侵されるのが認められ、炭素の存在ではこの侵蝕は 700°で起る。(700°, 0.14%; 850°, 4.85%)(第 1 圖 b)。酸化鐵は 500°で侵され始め、700°と 800°の間では、著しく侵される(700°, 17.98%; 800°, 71.50%), 又炭素の存在では既に 400°で侵され始め 700°では 35% を失ふ (第 1 圖 c)。酸化マンガンは酸化鐵に比して更に鹽素ガスに依て侵され易い。酸化クロムは單獨にては 700°に於ても、極めて少量侵されるに過ぎないが、炭素の存在に於ては著しく反應が促進されて 60.6% が失はれる (第 1 圖 d)。

純粹なる酸化物粉末の鹽素ガスに對する作用は、以上の如くであるが、これを以て直ちに、クロム鐵中に介在する酸化物粒子の鹽素ガスに對する安定度を推定することは出来ない。非金属介在物として存在する酸化物は、その粒子が著しく微細なることよりして、一層侵され易いと考へるのが妥當であらう。

著者は更に非金属介在物の組成に近い組成と、灼熱温度を有し一回均一に熔融せられたる酸化物混合物の鹽素ガスに對する安定度を知るために、次の如き數種の鋼滓粉末を鹽素處理した。使用せる鋼滓の組成は第 1 表に示す如くであつて、鋼滓 I* は酸性電氣爐の酸化期鋼滓、鋼滓 II* は酸性電氣爐の還元期鋼滓である。鋼滓 III は 1t 高周波電氣爐にてクロム鐵を溶解した際 (次報に記載する試料 S 420) に生じた鋼滓で、定量せる 7 種の酸化物以外の成分は、ガラスより混入したアルカリの酸化物である。又鋼滓 IV は 3kg 高周波電氣爐内にて、クロム鐵に酸化クロムを加へて溶解し、脱珪素せる際 (次報に記載する試料 S 125) に生じた鋼滓である。これ等の鋼滓を乳鉢にて粉碎し、100メツシの篩にてふるひ、これに單獨又は 0.5g の炭素との混合狀態に於て、500°及び 700°にて 5h 鹽素ガスを作用せしめた。

第 2 表は實驗結果を總括したものである。これに依ると鋼滓 I、鋼滓 II は 500°に於ては、炭素の有無に拘らず殆ど侵されない

第 1 表 鋼滓の組成

試料 %	SiO ₂	FeO	Cr ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	MnO	CaO	MgO
鋼滓 I	45.2	19.6	3.37	3.48	27.1	1.25	
鋼滓 II	52.9	9.12	2.34	5.14	28.5	1.90	
鋼滓 III	42.4	1.2	25.7	3.6	1.2	4.12	15.2
鋼滓 IV	19.5	0.8	39.9	38.9	ナシ		0.9

* 鋼滓 I, II は II 報にて使用せる鋼滓 I, II と同一試料である。

第2表 鋼滓に對する鹽素ガスの作用

試料	鹽素處理溫度°C	炭の有無	摘要	全重量	SiO ₂	FeO	Cr ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	MnO	5種酸化物の和
鋼滓 I	500	單獨	鹽素處理前(g)	0.1017	0.0460	0.0199	0.0034	0.0035	0.0276	0.1004
			鹽素處理後 残留酸化物の%	— 100	0.0460 100	0.0183 92.0	0.0032 94.1	0.0032 91.4	0.0257 93.2	0.0964 96.0
鋼滓 II	700	單獨	鹽素處理前(g)	0.1025	0.0463	0.0201	0.0035	0.0036	0.0278	0.1011
			鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0461 99.6	0.0097 48.3	0.0021 60.0	0.0024 66.6	0.0158 56.8	0.0761 75.3
鋼滓 III	500	單獨	鹽素處理前(g)	0.1014	0.0536	0.0093	0.0024	0.0052	0.0290	0.0995
			鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0530 98.8	0.0091 97.9	0.0019 72.9	0.0053 102	0.0279 96.2	0.0972 97.5
	炭素添加	鹽素處理前(g)	0.1145	0.0606	0.0105	0.0027	0.0059	0.0328	0.1125	
		鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0605 99.8	0.0105 100	0.0025 92.6	0.0046 78.0	0.2314 95.6	0.1095 97.4	
700	單獨	鹽素處理前(g)	0.1008	0.0534	0.0092	0.0024	0.0052	0.0288	0.0990	
		鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0525 98.3	0.0081 88.0	0.0012 50.0	0.0054 104	0.0249 86.4	0.0921 93.0	
炭素添加	鹽素處理前(g)	0.1018	0.0539	0.0093	0.0024	0.0052	0.0291	0.0999		
	鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0531 98.5	0.0084 90.3	0.0013 54.2	0.0038 73.1	0.0269 92.5	0.0935 93.6		
鋼滓 III	700	單獨	鹽素處理前(g)	0.1021	0.0433	0.0012	0.0262	0.0037	0.0012	0.0756
			鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0446 103	0.0005 41.7	0.0281 107	0.0035 94.6	0.0007 58.3	0.0774 102.3
炭素添加	鹽素處理前(g)	0.1051	0.0446	0.0013	0.0270	0.0038	0.0013	0.0780		
	鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0436 97.8	0.0005 38.5	0.0202 74.8	0.0033 86.8	0.0007 53.8	0.0683 87.6		
鋼滓 IV	700	單獨	鹽素處理前(g)	0.1013	0.0197	0.0008	0.0404	0.0394	—	0.1003
			鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0200 101.5	0.0004 50	0.0311 77.0	0.0385 97.7	— —	0.0900 90.0
炭素添加	鹽素處理前(g)	0.1033	0.0201	0.0009	0.0412	0.0402	—	0.1024		
	鹽素處理後 残留酸化物の%	— —	0.0195 97.0	0.0003 33.3	0.0216 52.4	0.0310 77.1	— —	0.0724 70.7		

が、700°に於てはその組成に應じて各成分に若干の減少を見る。即ち45%のSiO₂を含む鋼滓IはSiO₂は全く侵されないが、FeO、MnOはそれぞれ48.3%、56.8%に低下する。然るに52.9%のSiO₂を含む鋼滓IIに於ては、それぞれ88%、86.4%のFeO、MnOが残存する。殊に鋼滓Iと、鋼滓IIとはMnOの含有率に殆ど差異が無いにも拘らず、斯くの如く安定度に相異が有るのは、高珪酸鹽に於ては、MnOが珪酸と結合して、一層安定なる形で存在せるためである。炭素の存在は殆どこれ等の成分の安定度に影響を及ぼさない。又炭素を添加する際は、蔗糖製炭素を用いたのであるが、その中に含まれた少量の不純物の影響に依て、勿論これ等の不純物量は、空値として差引かれて居るのではあるが、實驗結果に偏差が多い。又Cr₂O₃、Al₂O₃は60%前後の收量を與へて居るが、試料中に於けるこれ等の酸化物の含有量が餘りに少いので、正確な處は不明である。依て更に鋼滓III及び鋼滓IVを用ひてCr₂O₃、Al₂O₃の鹽素に對する安定度を確めた。鋼滓III*に於てはCr₂O₃は700°にては、單獨では全く侵されなかつたが、鋼滓IV*の如くSiO₂含有量少くCr₂O₃含有量高き、從つて遊離狀のCr₂O₃を多量に含むと考へられるものに於ては、Cr₂O₃は77%に減少した。更に炭素を添加するときは、一層激しく侵され前者に於ては74.8%、後者に於ては52.4%に減少した。Al₂O₃は

炭素の存在しない場合には、90%以上の收量を與へたが、炭素添加に依て80%前後に低下した。鋼滓IVの如く僅か19.5%のSiO₂を含む場合に於ても、SiO₂は殆ど侵されないことは注目に値する。鋼滓III中のFeO、MnO、鋼滓IV中のFeOはその含有量が餘りに少いから、この表から直に、その安定度を推察することは危険である。珪酸が如何に鹽素ガスに對して安定なるものであるか、次の事實に依ても知られる。即ち鹽素ガス中の酸素を除去するために、市販の鹽素ガスを1000°に加熱された炭素の上を通すのであるが、この際炭素を容れた石英管は、この多量の炭素の存在に於てすら全く侵されない。又試料を容れる石英製小舟も數十回700°に於て、使用後も全く重量の減少が認められない。

以上の基礎實驗の後、鹽素法に依る定量法としては、次の如き方法を採用した。装置及び實驗法は全く前報に於けると同様であるが、反應溫度700°に耐えしめるため、反應管には石英ガラス製のものを使用した。先づ12メッシュ以下に粉碎した試料約5gを700°にて鹽素處理し、處理後の残渣は5% HCl及び5% Na₂CO₃にて洗滌した。試料を完全に鹽素處理するためには、この溫度にて約8hを要した。又クロム鐵は多量の珪素を含むので、かくの如き高溫度にて處理せる際も、矢張り炭酸曹達に依る洗滌は必要であつた。又試料を粉碎する際に、微細にして且脆い非金属介在物が、逸散する危険が有るので、十分清淨にされた試料約5gを取り、これを粉碎した後全試料を残らず秤取するといふ注意をした。

* 次報に述べる如く、これ等の鋼滓中には金屬狀クロムが含まれて居るので、一度空氣中にて1100°に加熱してこれを酸化した。

上記の方法に依り、製法及び成分を異にする各種のクロム鐵に就て定量せる處、次の結果を得た。即ちシリカはそれが純粹なる珪酸でも、珪酸鹽として存在しても、100% 定量可能であり、又珪酸鹽としてシリカと結合して存在する酸化クロム及びアルミナも、定量可能であるが、單相にて存在する酸化クロム及びアルミナは全く定量出来ない。酸化物粉末に対する基礎實驗に於ては、酸化クロム及びアルミナにそれぞれ80%乃至50%の收量を與へたのであるが、非金屬介在物として、合金中に存在する酸化物は、一層微粒子であるので、かくの如く鹽素ガスに侵され易いのであらう。併しながら、酸法に依ると數回の静置、傾瀉を必要とし約4日を要するのであるが、鹽素法に依ると、1日にて介在物を分離し得る利點が有る。如何にしてかくの如き結論を得たか、又定量結果の詳しいデータに就ては、報告の都合上別報「クロム鐵中の非金屬介在物の研究」なる論文*に於て詳細に報告する。

III 溫硫酸法

溫硫酸法に依る定量法は、次の如くである。12メツシ以下に粉碎せる試料約20gを、2lビーカーに採り、硫酸(1:6)1lを加へ約90°に加熱し、試料を完全に溶解せしめる。試料が完全に溶解したる後、これにアンモニア水(1:3)340ccを攪拌しつつ、徐々に加へ、過剩酸の大部分を中和し、更に水約660ccを加へて攪拌し残渣の沈降するまで静置する。次に上澄液をサイフォンにて注意して去り、残渣と溶解液の一部を500ccビーカーに洗ひ移し、硫酸(1:1)約15ccを加へ静置して残渣を沈降せしめる。

以下學振第19小委員會規定の溫硫酸法に依る。鋼中の非金屬介在物の定量法の場合と同様にして、數回の傾瀉を繰返し、残渣を過マンガン酸加里、鹽酸、炭酸ソーダ及び鹽酸にて處理し、炭化物、シリカゲルを除く。

この際珪素量1%以上のクロム鐵にあつては、試料を完全に溶解せしめるために、約4hを要したが、珪素量1%以下のクロム鐵及び金屬クロムは、溶解容易で1h以内に完全に溶解せしめることが出来た。若し不溶の金屬片が残留するときは、鹽素處理後これを磁石で取除いた。炭化物の過マンガン酸カリに依る分解は、比較的容易で、大抵一回の處理にて完全に分解することが出来た。

定量結果は、シリカ量は他の方法に比して、最も低い値を與へ、アルミナ定量値も鹽酸法に比して若干低い場合が多い。これは溶解に長時間を要すること、過マンガン酸カリ處理に依て侵されるためであらう。併しながら酸化クロムを定量し得る點がこの方法の特徴である。

IV 溫鹽酸法

溫鹽酸法に依る定量法は、次の如くである。溫硫酸法の場合と同様に、粉碎せる試料約20gを2lビーカーに採り、鹽酸(1:2)1lを加へ約90°に加熱して、試料を完全に溶解せしめたる後、アンモニア水(1:3)340cc、水660ccを加へて過剩酸を稀釋したる後、残渣の沈降するまで静置する。次に上澄液を除いた後、残渣を500ccビーカーに洗ひ移し、濃硝酸15ccを加へ静置して、残渣を沈降せしめる。上澄液を出来るだけ除去して後、水を加へて約150ccとなし、炭酸ソーダ溶液(5%)を少しく過剩に加へ

て、アルカリ性となし、約80°に約10mn間保つて、シリカゲルを溶解し、水約150ccを加へて3h以上静置する。以下溫硫酸法に準じて傾瀉を繰返し残渣を鹽酸にて處理する。

この方法に依るときは、硫酸法に比して試料の溶解が容易であつて、1h餘りにて試料を完全に溶解せしめることが出来る。鹽酸法に依るときは、合金中の珪素に基く多量のシリカゲルの發生が認められるが、これは後の炭酸曹達處理に依て完全に溶解除去することが出来る。

この方法は過マンガン酸加里に依る炭化物の分解が出来ないため、酸化クロムの定量は出来ないが、アルミナ定量法としては最も適當である。これ等酸法に依る定量結果の個々の數値に就ては、別報*に詳細に記載する。

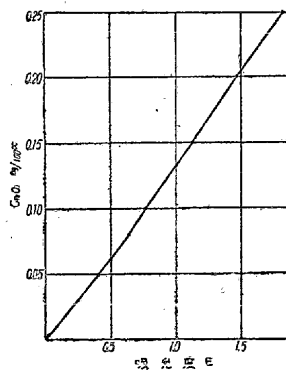
V 眞空熔融法

眞空熔融法に依る全酸素定量は、矢島工學士に依つてなされ鋼の場合と同様、特別の困難なく定量出来た。全酸素量に關する限り、他の何れの方法よりも、最も信頼し得る價を與へる。但しクロム鐵は酸素含有量高きため、試料としては0.5~1gを採取するに過ぎない。従て試料の不均一性に基く若干の誤差が生ずるのを免れ難い。

VI 非金屬介在物中の各成分の分離定量法

非金屬介在物中の各成分の分離定量法はクロム鋼の場合と同様であるが、唯クロムの定量は前回の方法に依ると diphenyl Carbazid に依る紫色の褪色速度が速かた、 Cr_2O_3 量0.05mg以上の場合は、定量困難であるので、W. Agnew*)の方法を參考として次の如き方法を採用した。

混合酸化物の水酸化物の沈澱($Fe(OH)_3$, $Cr(OH)_3$, $Al(OH)_3$)を H_2SO_4 (1:6)30ccに溶解せる溶液一定量を、ピベットにて採り、200ccビーカーに入れる。適當量の H_2SO_4 (1:6)を加へ溶



試薬 1% diphenyl carbazid 2cc H_2SO_4 (1:6) 10cc
容器の厚さ 2cm
フィルター S 53

第2圖 デフェニルカルバチッドに依るクロムの定量曲線

液内の H_2SO_4 の含有量を、 H_2SO_4 (1:6)10ccならしめる。水を加へて液容を40ccとし、沸騰するまで加熱し、スポイトにて飽和 $KMnO_4$ 溶液2滴を加へ、3mn煮沸し、クロムを酸化したる後、ビーカーを加熱金網より下し、直に濃HClをビュレットより滴下して、 $KMnO_4$ の色を消す。この際通常約50滴(1.5cc)を要する。直に水冷し100ccのメスフラスコに移しDiphenyl-Carbazidの1%アルコール溶液2ccを加へ、5mn後比色する。容器の厚さ20mn、フィルター553(第2圖参照)。

* 前出

* 森 脇

VII 總括

製法及び組成を異にする各種の低炭素の鐵クロム系合金中の非金屬介在物を、鹽素法、溫硫酸法及び鹽酸法に依て分離定量し、又全酸素量を真空熔融法に依て定量し、次の結論を得た。

1. 鹽素法に於ては、固溶クロムを完全に鹽化物として昇華せしめるために、鹽素處理の溫度を 700° としたが、この溫度に於ても、シリカはそれが純粹な珪酸でも、珪酸鹽でも 100% 定量可能である。その他酸化クロムも、それが珪酸鹽として存在するときは、定量可能である。併し遊離狀態に於て存在する酸化クロム及びアルミナは、全く定量出来ない。
2. 溫硫酸法は單相にて存在する酸化クロムを定量し得るが、

珪酸鹽は若干低値を與へる。

3. アルミナ定量法としては、鹽酸法が最も適當である。併し本法では炭化物が分解出来ないの、酸化クロムの定量が出来ない。

4. 全酸素量を知るには真空熔融法が最も適當である。

文獻

- 1) 森脇：鐵と鋼 27 (昭 16) 965
- 2) 森脇：鐵と鋼 28 (昭 17) 862
- 3) Wasmuht: Arch. Eisenh. 2 (1929) 829
- 4) Wasmuht: 同上 4 (1930) 155
- 5) W. J. Agnew: Analyst 1930. 24

銑鐵中の磷迅速分析方法に就て

(日本鐵鋼協會第 30 回講演大會講演 昭 18.10. 於大阪)

藤井 定夫*

THE RAPID ANALYSIS OF PHOSPHORUS IN PIG IRON

Sadawo Huzii

SYNOPSIS:—As for the rapid analysis of phosphorus in pig iron, even the Japan Society for the Promotion of Scientific Research (Nippon Gakujutsu Shinko Kai) has not determined the standard method. In the phosphorus analysis in pig iron according to the J E S method, all the procedures are done after samples have been dissolved with nitric acid and phosphorus oxidized by baking. This baking process is, however, not fit for the rapid analysis on account of its long time required for vaporization, drying and baking. In the rapid method for phosphorus determination of molten steel determined at the Japan Society for the Promotion of Scientific Research, the oxidation is done with permanganate, but it must be examined whether this method may be applied to pig iron.

In the manufacture of low phosphorus pig in the basic open hearth at the authors' plant, several experiments concerning the rapid phosphorus determination of molten pig at the refining period were carried out and as the result the authors found that the permanganate oxidation method might be applied to pig iron and the estimation of phosphorus content by nephelometry should be performed by the dilution method. The authors used the method as a rapid phosphorus analysis in the above mentioned manufacturing experiments for low phosphorus pig. As the experiment has progressed, the time required for the analysis was reduced and at the same time the deviation from the value from the standard analysis became within the allowable range. Thus the authors succeeded to suggest this method as a practical standard.

目次

- I 緒言
- II 日本標準試料による過マンガン酸鹽酸化法の檢索實驗
 1. 過マンガン酸鹽注加量の影響
 2. 銑鐵特に白銑鐵に對する過マンガン酸鹽酸化法の酸化效果
- III 銑鐵に對する過マンガン酸鹽酸化法の適用實驗
- IV 比濁法
 1. 豫め磷を沈澱せしめたる標準試料と比較する場合
 2. 同時に磷を沈澱せしめたる標準試料と比較する場合
 3. 稀釋法によつて比較する場合
- V 低磷銑精鍊作業中に於ける熔銑の迅速分析
 1. 迅速分析試料採取法
 2. 銑鐵中の磷迅速分析方法
 3. 精鍊作業中に於ける迅速分析
 4. 迅速分析の所要時

間と正確度

VI 總括

I 緒言

銑鐵中の磷迅速分析に就ては、日本學術振興會に於ても、未だ基準となるべき方法が決定されてゐない。

元來日本標準規格の銑鐵磷分析方法に於ては、試料を硝酸に溶解したる後に燒付法によつて、存在する凡ての磷を正磷酸に酸化し、磷を磷モリブデン酸アンモンとして、沈澱せしめ定量するのであるが、この燒付法は蒸發、乾固及び燒付に可成りの時間を要するので、迅速分析にこの操作を取入れることは適當でない。既に日本學術振興會に於て、審議決定された、熔鋼の磷迅速分析方法に於ては、磷を酸化するに、過マンガン酸鹽酸化法によるのであるが、この酸化法を銑鐵の場合にも適用し得れば、甚だ好都合である。然るに銑鐵特に白銑鐵の場合には、その硝酸溶液中に

* 日本製鐵株式會社富士製鐵所