

第 2 表 粒 度 と サ ン ド 量 の 關 係

度 料	Mesh	G. C.	Si	全サン ド量	組 成			
					SiO ₂	FeO	Al ₂ O ₃	MnO
No. 4 1-外	+ 20	2.25	1.55	0.0102	69	9	22	tr
	45	2.12	1.56	0.0160	49	7	43	1
	-150	3.02	1.75	0.1390	85	3	10	2
No. 4 1-中	+ 20	2.14	1.57	0.0085	70	14	16	tr
	45	1.84	1.59	0.0187	59	6	30	5
	-150	3.77	1.62	0.0784	69	6	20	5

第 3 表 各 種 方 法 に よ る 比 較 結 果

試 料	篩別重量* (g)	T. C.	G. C.	計 算 値**		金 型	棒 狀	粒 度 (Mesh)	定 量 値 (%)	
				T. C.	G. C.	T. C.	T. C.		T. C.	G. C.
No. 2~1	I 199.0	3.26	2.70	3.74	2.99	3.76	3.72	10	3.73	3.04
	II 16.5	2.98	2.10					20	3.68	—
	III 29.5	7.38	5.82							
No. 3~1A	I 179.0	3.16	2.39	3.56	2.78	3.53	3.45	10	3.48	2.71
	II 24.0	2.67	1.88					20	3.44	—
	III 44.0	5.68	4.89							
No. 3~1B	I 154.0	2.90	2.24	3.51	2.78	3.53	3.45	10	3.49	2.69
	II 19.0	2.52	1.73					20	3.45	—
	III 32.0	7.62	6.59							

* I = 80Mesh; II = 120Mesh; III = -120Mesh

$$** \frac{(I \times \%) + (II \times \%) + (III \times \%)}{(I + II + III)g} = \%$$

後者が最も安定した値が得られることが判つた。尙双先角度 140~150 度の錐を用いて drilling することにより殆んど細粉を生ぜず簡易に 20mesh 以上の粒度のものが 90% 以上得られる。

III. 結 言

鑄鐵の分析試料採取方法を決定する爲に、各元素の定量値に及ぼす試料粒度及び冷却速度並びに機械的諸性質に及ぼす冷却速度の影響等に就いて實驗検討を行つた結果、白銑材が最も安定した分析値を與えるが黒鉛炭素を考慮に入れた場合には、酸による試料の分解或は燃焼の可能なる範圍で出来るだけ大きな粒度のものを分析に供することが望ましい。この爲には双先角度の大きな錐を用いて靜かに旋削することによつて、細粉を生ぜず粗大粒度のものを容易に得ることが出来る。

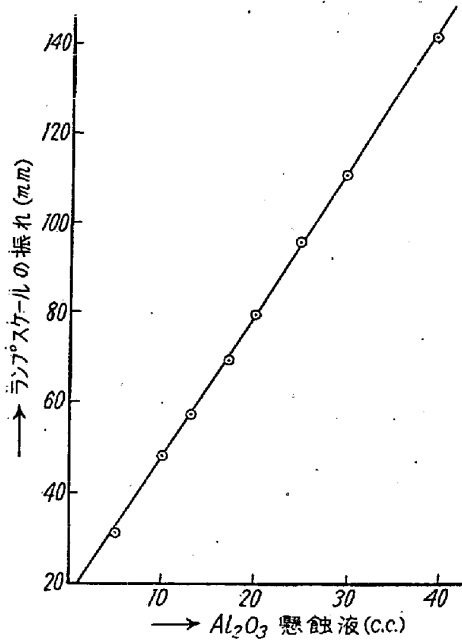
(116) 比濁法による Herty 法の迅速化に就て (I)

神戸製鋼所研究部 工 有 川 正 康
○垣 内 勝 美

學振法による熔鋼中の酸素迅速分析法は重量法に依る爲分析所要時間が最少限 13'30" を要するので爐前分析としてはこの點に難點がある。そこで此の時間を出来るだけ短縮する爲、比濁計及び檢流計を使用する比濁法を本法に應用する事により其の迅速化を計り、上記分析所要時間を短縮せんと試みたので其の結果を報告する。比濁計は日立製 EPO-B 型光電比色計を使用し、檢流計は島津製の感度 55×10⁻¹⁰ A のものを用い、ランプスケールとの距離 50cm で實驗を行つた。液槽はプルフリッヒ光度計キューベット (20×20×20) を用い、其の保持器は入射光側に幅 9mm、高さ 16mm の窓を、散亂光側には直径 13mm の散亂光通過窓を夫々備えたものを手製した。

豫備實驗; 濁濁液と檢流計の振れより得られる檢量線を求める豫備實驗として、純 Al₂O₃ 粉末を蒸溜水中に懸濁せしめた懸濁液を順次蒸溜水で稀めたものを用いて、比濁した結果は第 1 圖の如く明瞭な直線關係が得られたので以下比濁法による鋼中の Al₂O₃ の定量に就て實驗を進めた。

尙此の時液中に於ける Al₂O₃ の懸濁を助ける爲、ア



第 1 圖

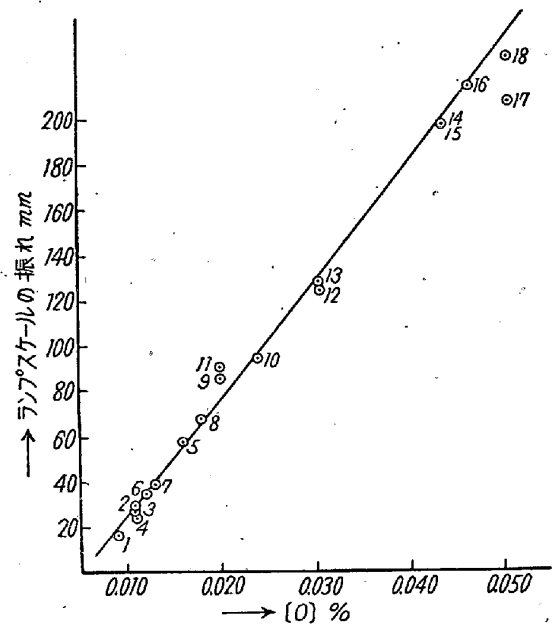
ラビヤゴムを加えてみたが測定前に行う攪拌により發泡を起し檢流計の振れに影響する事があるので此の添加は中止した。

實驗經過；實驗に用いた酸素分析試料は、鹽基性平爐の熔鋼に對しボンベ鑄型法により採取せるものを用いた。分析試料を $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ と硝酸で分解後 HF 5cc を加えコロイド狀 SiO_2 を溶解すると同時に鐵イオンによる着色を成るべく減少せしめると、試料中の C 量が多くなるに従つて着色が著しくなり、或は又酸分解の加熱時間の差により酸の濃度が變化して一定の色調が得られなかつた。そこで液の着色による影響を僅少にする爲フィルターを使用してみたが、檢流計の振れが著しく減少したので此の方法は取敢ず中止した。然し此の目的に合致した比濁計の試作を目下進めている。そこで試料を硝酸と鹽酸で分解後學振法の如く遠心分離機により Al_2O_3 を集め、此れに HF, H_3PO_4 を加えた無色液を比濁せる結果は第 1 表並びに第 2 圖に示す如くである。

圖中の直線は最小自乘法によつて求めた。第 1 表に示す酸素量（學振重量法）は比濁測定後其の液を濾過洗滌し重量法によつて求めた値であるから、比濁用試料と嚴密に同一試料である。又第 2 圖中數個が、此の直線より逸脱しているのが認められる。此の原因として HF に下溶の珪酸鹽の存在によるものではないかと考え、殘渣中の SiO_2 を定量してみたが SiO_2 として 0.001% 以下の order であつたから他の原因によるものと思われる。然し乍ら爐前分析として此の程度の精度 (0.002%) であれば可成り適用可能と思われる。従つて比濁法を Herty

第 1 表

試料番號	[O] % 學振重量法	比濁用スケールの読み	試料番號	[O] % 學振重量法	比濁用スケールの読み
1	0.009%	15 mm	10	0.024%	94 mm
2	0.011	28	11	0.020	90
3	0.011	24	12	0.031	124
4	0.011	25	13	0.031	127
5	0.016	58	14	0.044	195
6	0.012	35	15	0.044	195
7	0.013	38	16	0.047	213
8	0.018	68	17	0.051	205
9	0.020	86	18	0.051	225



第 2 圖 學振法で求めた酸素量%と檢流計の振れとの關係

法に適用する事に依り、學振重量法に要する時間を約 6 分 30 秒短縮し分析所要時間を約 7 分とする事を得た。第 2 表は本法により電氣爐及び平爐製鋼過程の酸素分析結果の數例と學振重量法によるものとの比較を示したものである。(表略)

結論として本法による分析方法は試料 3g をビーカーに入れ、1:1HNO₃ 約 10cc を加え激しい反應が稍々終了した後 conc. HCl 約 10cc を加え加熱分解後溶液を遠心分離機用沈澱管に移し遠心分離により殘渣を沈降せしめ上澄液を廢棄する。次に沈澱管内の殘渣に HF (S.G. 1.28), H₃PO₄ (S.G. 1.7) 5cc を加え攪拌し乍ら 100cc の標線迄稀釋し直ちに其の一部を比濁計用キューベツトに移し、檢流計の振れより豫め作製せる檢量線より [O] 量を求める。此の方法による分析所要時間は約 7 分である。尙本實驗に使用した光電光度計を比濁計として使用するとき光源の變化や光電池の疲勞に對する補正が簡便に行い難いので、この點改良型を試作中である。