

(91) 分光分析に依る銑及び鑄鐵定量法の研究

〔附〕 積算電力計による露出調節

(Study on Determination of Pig and Cast Iron by Spectroscopic Analysis.)

株式会社日本製鋼所室蘭製作所研究部
前川静彌・〇鈴木孝範

I. 緒言

分光分析に依る銑及び鑄鐵の定量は、試料採取の繁雑並びに分析値の再現性不良等の原因により日常作業にはあまり行われず、専ら化学分析に依存している。然し分光分析によつて簡易に定量し得れば作業員の節減、所要時間の短縮等を図り得るので、著者等は試料調製の簡易化、定量値の安定化等に就いて二、三の実験を行いその実用化を検討した。ここにはその実験経過の概要と撮影時に於ける露出調節の一方法として積算電力計の利用に就いて報告する。

II. 試料採取

(1) 熔銑の場合

既に今春の本講演に於いて発表せる熔鋼の直接或いは間接採取用金型を使用して白銑試料を得た。

(2) 塊状鼠銑の場合

径 7m/m のコアードリルを考察して任意の箇所より簡易に試料を採取した。

III. 銑及び鑄鐵の組織と黒度比との関係

銑及び鑄鐵は冷却速度によりその組織が著しく異なることは周知の通りであるが、これと化学分析による定量値との関係は今春の本講演会に於いて詳細に報告した。

分光分析の場合も励起電圧を一定にしてもその組織によつて火花の発生状態が異なり、示される各元素の特性線に変動のある事実から冷却速度による影響及び熱処理との関係を調べた。

(1) 鼠銑

鼠銑鉄よりコアードリルによつて 10 対の試験片を各部より採取し火花法により各元素の黒度比を求めたが著しい差異は認められなかつた。

(2) 冷却速度の異なる鑄鐵

冷却速度の影響を知る為肉厚及び重量の異なる鑄型に鑄込んだ同一熔銑試料の中心よりコアードリルによつ

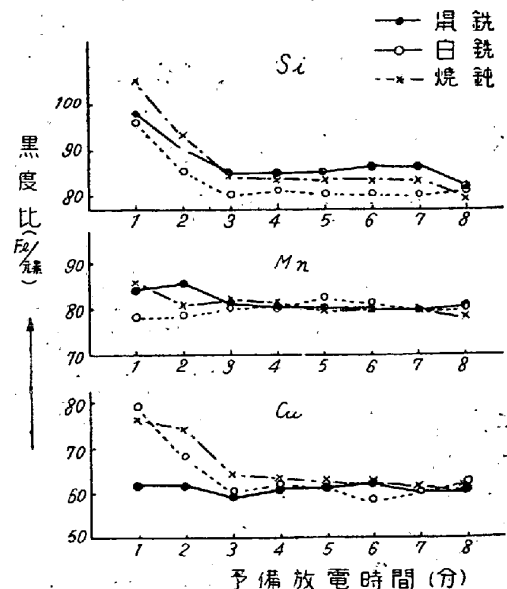
て試験片を採取して黒度比を調べた。その結果は第 1 表の如く Si は冷却速度の速い程その値は低く、Mn は逆に高く又 Cu は高低不定である。

第 1 表 冷却速度による黒度比の變化

試料	Si の ΔS の眞數	Mn の ΔS の眞數	Cu の ΔS の眞數
10×10×100m/m	0.920	0.580	1.045
20×20×100m/m	0.985	0.560	1.075
30×30×100m/m	0.985	0.530	1.055
50×50×100m/m	0.990	0.510	1.065
70×70×100m/m	1.015	0.530	1.080
100×100×100m/m	1.035	0.510	1.045

(3) 白銑、鼠銑及び焼鈍試料の黒度比の比較

上述の如く冷却速度によつて Si, Mn 等の黒度比は変化するが、これ等の現象を更に確認する為同一熔銑の冷却速度を変えて白銑及び鼠銑試料を調製し、又白銑を焼鈍したものに就いて各元素の黒度比の變化を調べた。その結果は第 1 図に示す如く Mn, Cu の変動は顯著ではないが Si の場合黒度比が増減し熱処理を行つたものは白銑と鼠銑との中間値を示す点より黒度比の差は Si の偏析によるものではなく組織による影響であると考えられる。従つて定量時試料の組織によつて標準試料を区分して使用する必要がある。



第 1 圖 冷却速度並に熱処理による Si, Mn 及び Cu の黒度比の變化

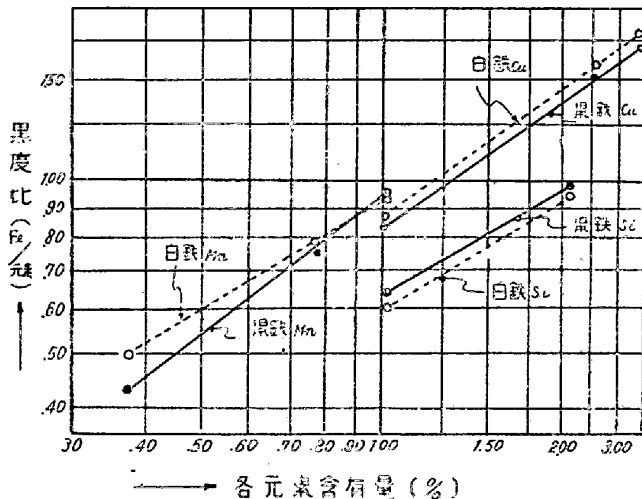
VI. 標準試料

(1) 標準試料の調製

炭素抵抗炉にて C と Si を組合せた 4 種の鑄鐵を 2 kg 宛溶解し冷却速度を変えて白銑及び鼠銑の標準試料を調製した。

(2) 標準試料の検量曲線

同一乾板に同一条件で毎回研磨して白銑及び鼠銑の3組を各々5回宛撮影し各元素の黒度比を求め、その平均値からそれぞれの検量線を描くと第2図の如く両者は一致せず組織により異なる傾向を示すことが判る。



第2圖 白銑及び鼠銑の検量曲線(1例)

V. 定量結果

白銑と鼠銑とを類別してそれぞれの検量線によつて測定した結果は、両者共に4~7%の偏差率を示した。

VI. 結 言

分光分析に於ける銑及び鑄鉄試料調製法の簡易化とSi定量値の安定化に就いて二、三の実験を行つたが、その結果を括約すると次の如くなる。

(1) Si 定量値の再現性不良の原因は組織による影響と考えられる。又 Mn, Cu も若干変動する。

(2) 化学分析による Si の定量値と分光分析による黒度比の値とは組織に対して傾向は逆である。従つて分光分析に於いてはその組織により区分して定量することが必要である。

(3) 熔銑の場合は金型により試料を白銑化すると好都合である。

(4) 鼠銑の場合はコアードリルを使用すると試料の採取が容易である。

(5) 焼銑、焼入等熱処理に依つて組織を変化したものも同様に、黒度比に変化があるので注意を要する。

尚誘導型積算電力計を使用して露出調節を行うことによつて容易に $100 \pm 2.5 V$ の範囲内に於ける電圧の変動による黒化度の差異を抑制し微光度計も迅速に操作し得る様になつたのでその概要も併せて報告する。

(92) 磁気水銀陰極電解装置による鐵の分離について

(Iron Separation by the Electrolytic Apparatus with Magnetic Mercury Cathodes)

住友金屬工業製鋼所技術部研究課

○桐山静男・岸 俊也

I. 結 言

我々は工場分析に於いて一つの元素の定量に際し圧倒的に多量共存せる妨害元素を予め除去するの必要に屢々遭遇する。特にその定量する元素が微量である場合、例えば Nodular 鑄鉄中の Mg, 鉄鋼中の B, 及び微量の Al の定量等に於いては多量の鉄を予め簡単に能率よく除去する事が出来れば後続操作は非常に容易になる。

従来よりこの鉄の除去に対しては(1)鉄を錯塩として抑える方法、(2)沈澱として分離する方法、(3)エーテル抽出による方法、(4)水銀陰極電解装置により電解分離する方法等が行われているが、(1)はその錯塩化の条件に種々なる難かしい問題があり、(2)は可検元素の吸着吸蔵による損失の懸念があり、(3)のエーテル分離法はその抽出能率に影響する因子が多く、これによる完全分離の困難なる事、火気の危険等何れも実際使用上種々なる難点を有している。

これに反し(4)の電解分離法はこの目的のためには鉄を完全に分離し得ると云う点に於いて最も信頼出来るものとされている。然し乍らこの電解分離法は従来より工場分析に於いて日常余り利用されておらない現状の様である。それは一つに電解能率が悪かつたからである。即ち八幡製鉄、池上博士によれば Melaven の電解装置を用いて Fe, 0.2g の電解では 70~120 分を要し(電流密度 $0.16 A/cm^2$) 尙最低 0.5mg 位の Fe が残留する。Fe, 0.5g では 30 分で残留鉄は 62% であり、約 10% 以下になるには 120 分を要し 270 分を経過するも残留鉄は 1mg 以下にならぬとし且つ Fe, 0.5g 以上の如く大多量の Fe になると他の方法により予め大部分の Fe を除去した後電解法によらねばならぬと述べている。

かくの如く本電解法は Fe の完全分離に対し長時間を要し又大多量の Fe の分離には更に能率が悪いため使用出来ない。この事は著者等の最終目的とする微光元素の定量に対し勢い試料を多く採らねばならぬ場合に適用不能となり、この定量のため Fe を能率よく完全に除去せんとする言々工場分析者にとつてはまさに致命的であ