

く含んだ試料にはフェライトの量が多く、逆に鑄鉄の黒鉛化を妨げる元素を多く含んだ試料にはパーライトの量が多いことが認められた。又、試料に現われる共晶黒鉛の大きさと含有元素との関係については Ni, W, Mo, Co 或は V 等を含む試料が有する共晶黒鉛は微細であり、その分布状態は均一であることを認めた。

(4) TiC の結晶は殆ど全ての S-H 鑄鉄に認められたが、その結晶の大きさ並にその量と成分間については明瞭な関係が見出せなかつた。これはその結晶の大きさが大なるものが少く、我々の使用した金属顕微鏡の許される倍率の下では認められない程度に微小な結晶が多かつたためとおもわれる。

擱筆するに際し、終始熱心に実験に協力して戴き、又分析に当られた助手中川三三、富田昭津及び平井彩子諸氏に深甚なる謝意を表したいと思う。

(昭和 29 年 3 月寄稿)

文 献

- 1) 鐵と鋼, **39** (1953) 984.
- 2) Arch. Eisenhüttenw., **10** (1936/1937) 65.
- 3) GuBeisen, (1951)797.
- 4) Agte u. Moers,: Z. Anorg. Allg. Chem., **198** (1931) 233.
- 5) Bastien and Guillet,: Iron & Steel Inst. (Carnegie Schol. Mem.), **27** (1938) 77.

鐵鋼の分光分析用試料採取並びに調製法の研究

(昭和 28 年 4 月本会講演大会にて講演)

前 川 静 彌*・鈴木 孝 範*

STUDY ON THE SAMPLING IN THE QUANTITATIVE SPECTROGRAPHIC ANALYSIS OF IRON AND STEEL

Shizuya Maekawa, Takanori Suzuki

Synopsis:

Sampling on the quantitative spectrographic analysis of the silicon, manganese, nickel, chromium and copper contained in iron and steel was improved so as to apply it to the daily work.

By this investigation the authors could obtain practically satisfactory results in view of speed and accuracy of the test.

The results obtained were as follows

- 1) The authors designed two methods for sampling of molten steel. One was to cast in to a metal mold directly from the nozzle of ladle, and another was to pour into a metal-mold indirectly from the spoon.
- 2) The former metal-mold was used for the molten pig iron, and the core drill (7mm diameter) was designed for the grey pig iron.
- 3) The best condition for the discharge was to use the nipple-point type. (1.5mm diameter, 60~80° angle)
- 4) Local analysis was made easy by applying wax and punch to symmetric surfaces. Metallic zinc was applied to the symmetric electrode.
- 5) According to the application of the above-described sampling method, the time required for the analysis was shortened, and at the same time reproducibility was improved to 2~5%.

* 株式会社日本製鋼所室蘭製作所研究部

I. 緒 言

鉄鋼の定量分光分析に於て、試料の採取並に調製法がその定量値に極めて大なる影響を及ぼすことは周知の通りである。化学分析では試料の採取量が割合に多く且つ試験片の各部より採取し、これを平均に混合したものを分析に供し得るが、分光分析に於てはこれに關与し消費される試料が極く微量で、その値を母集団の平均値と断定するには困難な場合がある。更に試料の採取及び調製は化学分析のそれに比して複雑で特に日常作業として行う場合には多数の試料を処理する為に、簡易迅速にして正確に操作し得ることが必要である。

筆者等は以上の観点から試料採取並に調製法に就て種々検討を行い良好な成績を得ているので、その結果の概要を取纏めて報告する。

II. 試 料 採 取

(1) 熔鋼の場合

熔鋼の場合リムド、セミキルド、及びキルド鋼等全鋼種に亘つて、採取法を統一することには難点があるが何れにしても迅速に完全な試料を採取することが必要である。依つて当所では次に述べる2種の金型を状況によつて適宜使用している。

i) 直接採取法

取鍋より直接試料を採取する場合（直接採取法と仮称す）には第1図Aの金型を使用する。この形状及び寸法は

- a. 全重量の軽い事。
- b. 湯口の大きい事。
- c. 試料の離脱が容易な事。
- d. 操作が簡単且安定な事。
- e. 合せ面の規正が容易な事。

等の点を考慮に入れて定めた、金型の全重量は約1.5 kgでこれと第1図aの先端に取付けて取鍋ノズルより流出する熔鋼を直接注入する。この場合次の点に注意が必要である。

- a 全型を清浄にして完全に圧着する。
- b 採取時熔鋼の流出量を適当に加減する。
- c 注入する熔鋼は溢れない様にする。
- d 型の磨り合せ不具合の時はピンを外して擦り合せを行う。
- e 鑄込み温度高く熔着の廣れある場合は予め全型内面に黒鉛を塗布する。

本法によつて採取せる試料の成分偏析は認められなかつた。尙、炭素、硫黄、磷等の化学分析にはFの下部より

試料を採取する。

ii) 間接採取法

熔鋼を一旦匙に汲み取り、これを更に所定の型に注入して試料を採取する場合（間接採取法と仮称す）には第1図Bの金型を使用する。この形状及び寸法は金型の圧着、試料の離脱、静置した時の安定度、現場作業員の取扱い等を考慮して定めた。全重量は約4kgで注入された湯は脚部に於て急速に凝固するが炭素、硫黄、磷等の化学分析用試料をも併せて採取する為にF'の高さは2cm以上を必要とする。本法による試料の成分偏析は認められなかつた。尙、採取時次の点に注意しなければならない。

一旦匙に汲取り更に全型に注入する為温度降下による湯廻り不良の場合があるので注入操作を迅速に行う。

iii) 不鎮静鋼及び精錬過程に於ける採取法

不鎮静鋼及び精錬過程等試料採取時、吹く廣れのある場合は次の要領で行つている。

a 直接採取法

採取試料は500~700gなので予め厚さ約2mmのAl板を熔鋼に対して約1% (wt.)となる様円形に切りこれを金型の中央に置いて熔鋼を注入すると気泡の発生を防止し得る。

b 間接採取法

主として精錬過程に於ける試料採取の場合、匙に汲み取つた熔鋼を直接Al棒にて攪拌し、鎮静せしめたる後金型Bに注入する、尙試料採取時添加Al量による分折値は第1表に示す如く0.5~1.0%の範囲では殆ど影響がなかつた。

第1表 添加Al量による分析値の影響

	Al添加量	Si	Mn	Ni	Cr	Cu
A11	—	0.30	0.64	tr	0.08	0.16
	0.35	0.25	0.65	"	0.08	0.17
	0.36	0.27	0.68	"	0.08	0.17
A12	—	—	0.18	tr	0.09	0.29
	0.43	—	0.19	"	0.10	0.28
	0.42	—	0.19	"	0.10	0.28
A13	—	0.12	0.26	tr	0.45	0.17
	1.95	0.12	0.27	"	0.44	0.18
	1.90	0.13	0.27	"	0.45	0.17

(2) 銑及び鑄鉄の場合

熔銑は熔鋼の場合と同様第1図A、B何れかの金型に鑄込んで白銑試料として採取し得るが、製品或いはナマ銑で黒銑の場合は従来切出し試料を用いていた。然しこの方法では時間と手数とを要するので第1図Cに示す

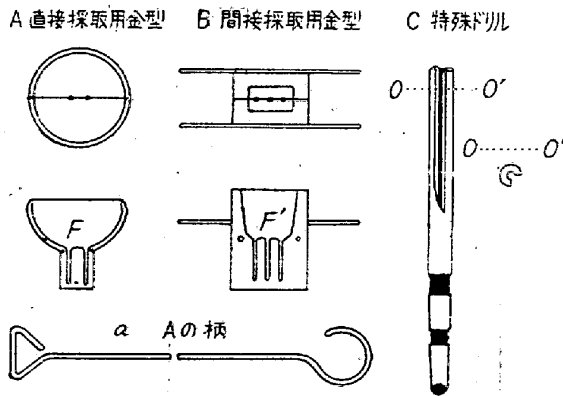
特殊ドリルを試作し使用しているが、任意の箇所より迅速簡単に試料を採取出来、又刃先が平らな為粗大な削層が得られ、炭素、硫黄、磷等の化学分析用としても使用し得る。尚、本ドリルを使用する場合次の点に注意する必要がある。

a. 横滑り防止の為予め 20~25mm のシャンクドリルにてその周縁が没する程度迄穿孔した後、本ドリルを使用する。

b. ドリルの廻転速度は 75rpm/min 前後とする。

c. 試料塊の緊定は確實になす。

猶本ドリルは鼠銼ばかりでなく軟鋼の場合にも使用出来る。



第1圖 試料採取用金型及びドリル

III. 試料調製

試料電極の形状及びその配置が不規則であれば誤差を生じ易い事は周知の通りである。然し実際問題として日常多数の試料を処理する場合、同一の形状並に寸法に仕上げることは困難である。従つて安定性のある火花を得る形状及び寸法を定める必要がある。依つて従来多く用いられた屋根型と円錐型試料に就て比較検討した結果の概要を述べる。

(1) 実験要領

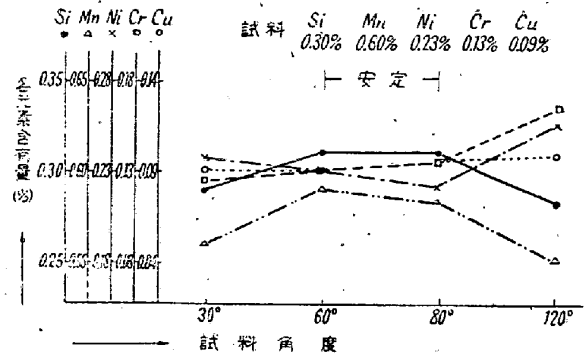
試料調製上の差異、電極支持器に対する取付及び火花の安定性を検討し、試料の取付けはその難易により又安定性に就ては偏差率によつて決定した。

(2) 実験結果

i) 試料調製及び取付

調製に当つては前述の金型 A, B 又は C の特殊ドリルによつて得た試験片の一端をグラインダー及び研磨盤にて研磨し放電面は屋根型 1×2mm, 円錐型 1.5mmφ とし、試料 20 対に就て 10 回調製した。その平均所要時間は屋根型 70 分、円錐型 60. 分で時間的に余り差はないが後者の方が調製容易である。尚試料放電面の成

形角度は予備放電 1 分、露出時間 1.5 分に於て円錐型の影響を調べたが第 2 図の如く 60~80° の場合安定度が高い。



第2圖 放電面成形角度の火花安定に對する影響

註 30° 或いは 120° のものも予備放電時間の調節によつて火花を安定にすることは出来る。

電極支持器に対する取付に際して屋根型は両電極並に放電面の長辺と分光器の光軸とを平行に保持せしめる必要があり、日常作業分析に於て多数の試料を取扱う場合は繁雑となるが円錐型に於ては単に兩極の放電面を平行にすることによつて容易にその目的を達し得る、

ii) 偏差率

同一炭素鋼試料に就て同一乾板に 1 回毎に研磨しつゝ屋根型及び円錐型のものをつゝ 10 回宛撮影してその黒度差の偏差率を求めた。その結果は第 2 表に示す如く兩者間に著しい差異は認められなかつた。

iii) 其の他

放電面積及び放電による試料の消費量は第 3 表の如く兩者間に大差はなかつた。

以上の如く分析結果に対して何れも大差はないが調製法又は電極支持器に対する取付等の点を考慮すれば円錐型が多少有利なので当所では専ら円錐型を使用している。

IV. 局部分析

成分の偏析、濃化或いは拡散試験等の場合局部分析を行う為、従来分析箇所以外を絶縁板にて隠蔽して放電を行つているが、然しこれでは手数を要するので所定の分析箇所に於て割合面積に制約を受けない時は 1~2mm φ のポンチを用いその分析箇所が中央の凸部となる様に打ち込み、試料面に軽く蠟を塗布し凹部に蠟が残る様にして対電極を中央の凸部に位し放電を行う。その一例を写真 I に示す。

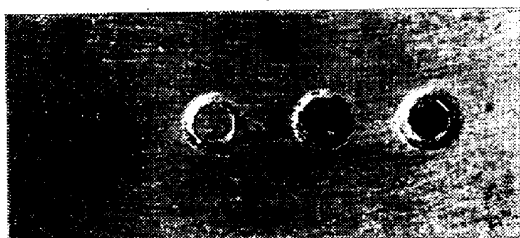
又試料が鋼塊破面等で凹凸のある場合、及びポンチが打刻されない鋼種の場合は蠟燭の煤煙と蠟で試料表面を覆

第 2 表 黒 皮 差 の 偏 差 率

		Si		Mn		Ni		Cr		Cu	
		Fe 2518.2 Si 2616.12		Fe 2944.40 Mn 2939.30		Fe 3399.34 Ni 3414.77		Fe 2689.21 Cr 2677.16		Fe 3286.76 Cu 3273.96	
		ΔS	平均値との差	ΔS	平均値との差	ΔS	平均値との差	ΔS	平均値との差	ΔS	平均値との差
屋根型 1×2mm	S 134	0.445	-0.009	0.647	+0.014	0.989	+0.030	0.453	-0.003	0.590	-0.020
		.475	+ .021	.647	+ .014	.917	+ .008	.462	+0.006	.648	+ .038
		.439	- .015	.645	+ .012	.892	- .017	.440	- .016	.593	- .017
		.439	- .015	.639	+ .006	.927	+ .018	.460	+ .004	.614	+ .004
		.459	+ .005	.611	- .022	.898	- .011	.456	± 0	.597	- .013
		.472	+ .028	.632	- .001	.923	+ .014	.458	+ .002	.626	+ .016
		.444	- .010	.625	- .008	.878	+ .031	.454	- .002	.608	- .002
		.444	- .010	.615	- .018	.925	+ .014	.444	- .012	.628	+ .018
		.425	+ .021	.638	+ .005	.910	+ .001	.471	+ .015	.604	- .006
		.459	+ .005	.638	+ .005	.890	- .019	.465	- .009	.596	- .020
	$\sqrt{\frac{\sum V^2}{n-1}}$	3.54 (%)		1.99 (%)		2.18 (%)		2.03 (%)		3.83 (%)	
圓錐型 1.5 mmφ	S 134	0.434	-0.020	0.632	-0.002	0.930	+0.020	0.470	± 0	0.613	+0.005
		.426	- .018	.615	- .029	.915	+ .005	.485	+0.015	.640	+ .032
		.446	- .008	.625	- .009	.900	- .010	.471	+ .001	.596	- .012
		.480	+ .028	.648	+ .014	.932	+ .022	.476	+ .006	.665	+ .057
		.471	+ .018	.622	- .012	.905	- .005	.460	- .010	.600	- .008
		.458	+ .004	.638	+ .004	.912	+ .002	.459	- .011	.588	- .020
		.464	+ .010	.648	+ .014	.915	+ .005	.468	- .012	.621	+ .013
		.458	+ .004	.655	+ .021	.878	- .032	.482	+ .012	.571	- .037
		.434	- .020	.632	- .002	.890	- .020	.459	- .011	.604	- .004
		.464	+ .010	.625	- .009	.924	+ .014	.471	+ .001	.580	- .028
	$\sqrt{\frac{\sum V^2}{n-1}}$	3.55 (%)		2.39 (%)		1.90 (%)		1.94 (%)		4.64 (%)	

第 3 表 放電面積及び放電による減量

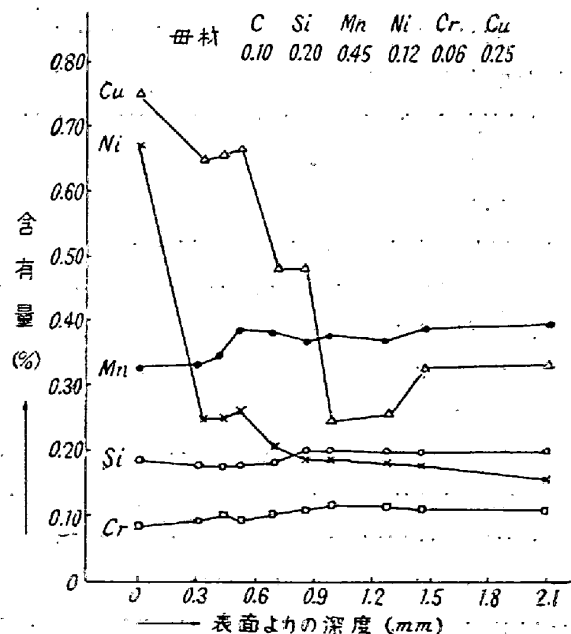
型	放電面積	減 量
屋根型	2mm ²	上 0.00050 gr 下 0.00046 "
圓錐型	1.766mm ²	上 0.00046 " 下 0.00046 "



平面放電痕
ポンの打痕
ポ後の放電痕
刻をにし放電した痕
をにし放電した痕

写 真 1

第 3 図に示す。



第 3 図 濃化試験結果の一例

い、所定の箇所を剝離して放電を行つてもバラツキの少ない火花を得ることが出来る。尚、濃化試験の場合油砥石を用いると深度 10/100mm 迄定量可能でその分析例を

V. 結 言

定量分光分析の鉄鋼への実用化に就ては国内の各所に於ても種々検討され一部日常作業に適用されている様であるが、この実用化に当つては精度の問題も勿論あるが撮影測定が如何に容易であつても日常多数の試料を処理する生産工場に於ては、その試料の採取及び調製を迅速簡易に行い得ることが絶対必須の条件であり、特に試料の採取に関しては現場作業員に依頼することが多

い為に複雑な操作では永続性がない。依つて筆者等はこれ等の点を勘案して試料の採取並びに調製法を検討し、2,3の改良を加へ現在当所に於て行つている方法に就てその概要を報告した。終りに本研究の発表を許可せられたる株式会社日本製鋼所取締役兼室蘭製作所々長皆川孝光氏に謝意を表すると共に御懇篤なる御教示を賜つた技師長泉谷彌一氏に深く感謝する。尙本実験に熱心に協力された研究部中山勝美君に厚く御礼申上げる。

(昭和 29 年 3 月寄稿)

新しくきまつた JIS (鐵鋼關係)

第 60 回標準會議で可決

G 1226	鋼および銑鉄のスズ分析方法	新
G 1227	鋼および銑鉄のホウ素分析方法	新
G 1228	鋼および銑鉄の窒素分析方法	新
G 1229	鋼の鉛分析方法	新
G 1230	鑄鉄のマグネシウム分析方法	新
G 3306	冷間圧延薄鋼板	新

昭和 29 年 5 月号正誤表

頁	行	誤	正
500	右 13 及び 14	重 土	重 さ
"	" 21	6° 及び 50°C/min	6° 及び 20°C/min
578	表 の 下	581 頁よりつゞく	579 頁よりつゞく
579	下 1	以下 580 頁へつゞく	578 頁へつゞく
□ (表 彰 繪 者)	中 の 右 端	第16回香村賞金受領者須賀利一君	第16回渡辺賞金受領者須賀利一君