

Table 3. Influence of heating temperatures on the determination of arsenic.

Sample	As added (%)	Temp. for reduction (°C)	Time for warming (mn)	As obtained (%)	Difference (%)
Electrolytic iron	0.749	30	15	0.720	-0.029
			30	0.733	-0.016
			45	0.744	-0.005
			60	0.745	-0.004
		45	15	0.731	-0.018
			30	0.746	-0.003
			45	0.744	-0.005
			60	0.745	-0.004
Carbon steel	30	15	0.051		
		30	0.065		
		45	0.069		
		60	0.070		
	45	15	0.063		
		30	0.069		
		45	0.070		
		60	0.069		

この実験によつて AsO_4^{-3} を還元するさいの加熱温度および時間は、HCl の濃度 12N を条件として 45°C, 30mn で十分であり、むしろこのような低温還元のほうが 90°C で同じ時間加熱する従来の方法よりも良好な結果の得られることが判つた。

4. Ti の影響

つぎにこのような低温還元の場合でも従来の方法のように $HClO_4$ の存在のもとに Ti の影響があるかどうかを検討した。この結果を Table 4 に示す。実験方法は電解鉄および銑鉄に As および Ti を加え前述の分析操作に従つて処理し As を定量する。

Table 4. Influence of titanium on the determination of arsenic

Sample	As added (%)	Ti added (%)	As obtained (%)
Electrolytic iron	0.749	1	0.745
			0.744
			0.744
Pig iron	0.074	0.06	0.073
			0.075
			0.073

従来の方法では Ti を極く少量含有している試料でも Met. As の析出が不完全であり、この実験に使用した程度の Ti 含有量のものは定量不可能であるが、45°C で 30mn 加温して AsO_4^{-3} を還元する方法では Ti が 1% 程度共存していても Table 4 に示したごとく全然影響は認められなかつた。

IV. 総 括

1. 銑鉄の場合試料分解のさい残存するグラファイト

は $HClO_4-K_2Cr_2O_7$ で酸化揮散する方法を採用し良好な結果が得られた。このために口過、再蒸発の操作を省略し得て分析所要時間を著しく短縮することができた。

2. AsO_4^{-3} を還元するさいの HCl の濃度は従来の方法では 11N 以上、低温還元の場合は 12N が適當であつた。

3. AsO_4^{-3} を還元するさいの加熱温度および時間は 45°C, 30mn が適當で 90°C の場合よりも良好な結果が得られた。そしてこの方法を採用することにより As の揮散および再溶解のおそれが少なくなるので、還流冷却器の使用が省略でき操作が容易となつた。

4. さらにこのような低温還元では Ti の影響のないことが判つた。したがつてこの方法では Ti を含有する試料でも炭素鋼の場合と同様に $HClO_4$ で処理することが可能であつて操作を区別する手数が省けるようになった。

文 献

1. 神宮, 山田: 学振報告 19 委 2713 (昭和 27)
2. R. H. Steinberg and E. W. Smith: Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 13 (1941), 392.

(119) 硫酸滓の焼結について

Sintering Test of Pyrite Cinder

A. Chida, et alii.

富士製鉄釜石製鉄研究所

八塚健夫・〇千田昭夫・加藤政明

I. 緒 言

硫酸滓は製鉄原料として重要な地位を占め、100% 硫

酸滓焼結を行つている処もある。しかるに硫酸滓はその粒度が微細なため、焼結性がわるいと考えられるのでこれを多量に配合した場合の状況について二、三の実験を行つた結果につき報告する。

II. 実験方法

100% 硫酸滓使用の場合は、余りにも焼結歩留が低かつたので、使用原料の 60~80% を硫酸滓とし残りの 20~40% を砂鉄を用いてコークス配合量を 4~7% と変化させ、硫酸滓の生産地別に四銘柄 (A, B, C および D 硫酸滓) について試験したが、検討の結果、歩留、強度共低すぎるように思われたので、再び粒度の細い D 硫酸滓と比較的荒い B 硫酸滓の二銘柄について若干の補足実験を行つた。使用グリナワルト式試験鍋の形状は上面 170mmφ、下面 120mmφ、深さ 300mm、一装入約 7kg で、排風機はルーツ式 1m³/mn、1,500mm Aq. のものを用いた。排気温度、流量、圧力等は自動記録計により測定した。

III. 実験結果並びに考察

本実験において得られた主なる結果につき述べると、

(1) 焼結成績は 100mesh 以下が 80% 以上を占める D 硫酸滓が最もわるく、100mesh 以下の少い A および B 硫酸滓は比較的良好な成績を示した。又 100mesh 以下が 60% 程度の C 硫酸滓はほぼその中間の成績を示したが、B 硫酸滓は入荷時期によつて著しく粒度等が異つており、100 mesh 以下の多いものは良い結果が得られなかつた。

(2) 歩留はコークス量の増加によつて一般に向上する傾向にあるが、硫酸滓の配合割合が 60% から 80% まで増加すると急激に低下して行く。

(3) 落下強度は同一配合のものについてはコークス量が増加するに従つて大体増加するが、その状況はそれぞれの硫酸滓によつて異つている。Fig. 1 にコークス量変化による歩留と強度変化を示したが、一般に粒の比較的荒い B 硫酸滓は低いコークス量のときも高い落下強度を示し、コークス量が増加してもそれほど増加しないが、粒の細いものは (D 硫酸滓) コークス量が増加するに従つて強度は急速に増大する。ただし粒の粗いものは大体において FeO が高いことも影響していると考えられる。

(4) コークス量は焼結鉄の FeO% に決定的な影響をもつており、これが還元率にも影響している。すなわちコークス量を増すと焼結鉄の FeO% は増加し、逆に還元率は低下する。

(5) 以上の如き傾向から落下強度と FeO% 或いは

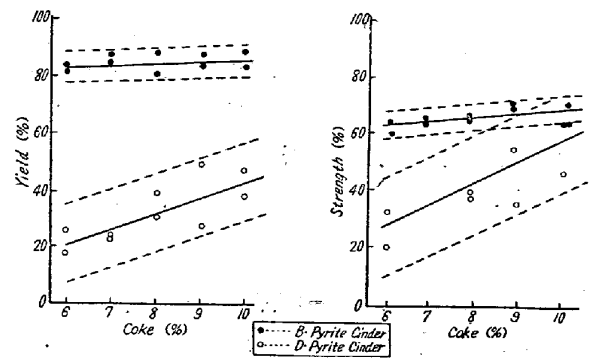
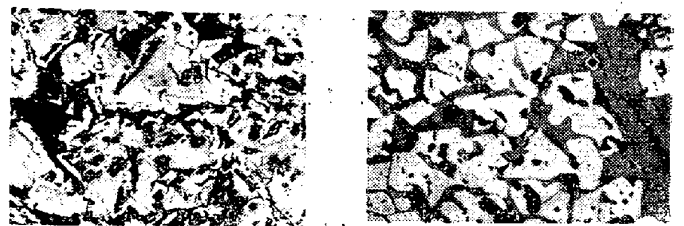
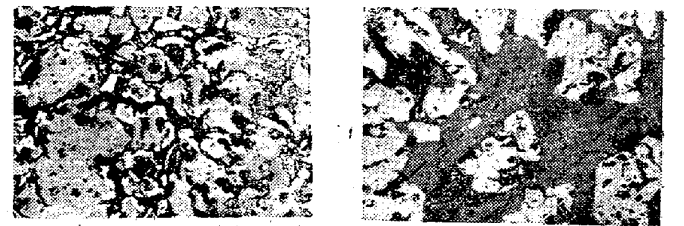


Fig. 1. Effect of coke content on sinter yield and strength.



(a) coke 6% (b) coke 8%

Fig. 2. Sinters from D-pyrite cinder ×200(1/2)



(a) coke 6% (b) coke 8%

Fig. 3. Sinters from B-pyrite cinder ×200(1/2)

還元率との間には一義的な関係は見出せなかつた。

(6) 焼結鉄の顕微鏡組織について検討したが、コークス配合割合が組織に大きく影響していることがわかる。その一例として Fig. 2 および Fig. 3 に D および B 硫酸滓焼結鉄の組織を示す。(i) コークス 6% のときは Fe₃O₄ を主体とし、若干の Fe₂O₃ がある。しかし B 硫酸滓は Fe₃O₄ 結晶の周辺部が若干酸化して Fe₂O₃ になつているのに対して D 硫酸滓の方は Fe₂O₃ の量がかかり多い。(ii) コークス 8% の場合は、両方共 Fe₃O₄ のみで Fe₂O₃ はなくなり、スラッグ層中には Fayalite と思われる組織が生じている。しかし B 硫酸滓の方が D 硫酸滓よりスラッグ量が多くなつている傾向がある。コークスを更に増せばスラッグ層の量が多くなる傾向にある。(iii) 検鏡所見からコークス量が増せば Fe₂O₃ が減じ Fe₃O₄ の析出が増加し Fayalite も増加して FeO% が増し還元率は低下してゆく。