

(114) 吸光光度法による鋼中非金属介在物諸成分の迅速定量法の研究

Study on the Rapid Photometric Determination of Various Components of Non-Metallic Inclusions in Steel.

T. Ikegami, et alius.

八幡製鉄所技術研究所

理博○池 上 卓 穂
神 森 大 彦

I. 現行学振電解法による鋼中非金属介在物定量法では成分の定量を重量法と容量法で行っているが、分析精度が低いために、試料溶解量を多く(約 20 g) とつてこれを補っておりそのため試料の溶解と成分の定量に 3 日間もかかるので、成分の定量法を迅速で分析精度の高い吸光光度法に改めて試料溶解量を 10 g ですむようにし、一回の定量を 2 日以内で終るようにするための研究を行った。

II. 非金属介在物各成分の吸光光度定量法を確立するために新に研究を加えたところはずきの通りである。

(1) SiO₂ の定量については非金属介在物組成に適合したモリブデン青法を決めるため各操作条件, P, Fe, Al, Cr, Mn 共存の影響の調査, P の影響の除去, 適当な還元剤の決定等を行った。

(2) FeO の定量についてはチオグリコール酸法とニトロソ R 塩法を比較し、後者が約 10 倍感度がよいことをみとめこれを採用し、また従来発色に 1 時間以上を要していたところを温浴中で加温すれば約 10 分間でよいように改め、さらに Al, Cr, Mn の影響をしらべた。

(3) Al₂O₃, Cr₂O₃, TiO₂ の定量についてはすでに研究発表した鉄鋼中の Al, Cr, Ti 定量法, すなわちアルミノン法, ジフェニルカルバジット法, H₂O₂ 法を準用すればよいことを認めた。

III. 以上にえた各成分の定量方法, 発色後の色調, 使用フィルター, 試料母液からの分液量, 試料 10 g とし検量線から求めた各成分の定量に適した濃度範囲, 所要時間を表にまとめると次表のごとくであった。

上表中 MnO の定量は TiO₂ の定量をすました全溶液をそのまま利用するので () で示した。

IV. 検量線作成用の各成分の標準液を調合して作った各種調合試料に上記各成分分析方法を応用して、分析方法そのものの繰返し精度を求めこれを用いて危険率 5% における信頼限界を計算し、さらにこれを用いて各

定量成分	定量方法	発色後の色調	使用 S フィルター	試料母液からの分取量	定量に適した濃度範囲 (%)	所要時間 (分)
SiO ₂	モリブデン青法	青	66	25/250	0.0005 ~ 0.05	18
Al ₂ O ₃	アルミノン法	桃赤	53	25/250 × 25/100	0.0005 ~ 0.02	38
FeO	ニトロソ R 塩法	黄緑	72	25/250	0.0005 ~ 0.05	12
Cr ₂ O ₃	ジフェニルカルバジット法	赤紫	53	50/250	0.0005 ~ 0.05	10
TiO ₂	過酸化水素法	黄	43	100/250	0.0005 ~ 0.2	13
MnO	過硫酸アンモニウム法	赤紫	53	(100/250)	0.001 ~ 0.05	30

成分	適用範囲 (%)	許容差
SiO ₂	0.0005 ~ 0.0081	± [0.0001 + (0.025 × SiO ₂ %)]
Al ₂ O ₃	0.0007 ~ 0.0184	± [0.0005 + (0.020 × Al ₂ O ₃ %)]
FeO	0.0013 ~ 0.0182	± [0.0002 + (0.020 × FeO%)]
MnO	0.0014 ~ 0.0255	± [0.0002 + (0.010 × MnO%)]

定量法の許容差を求め上表をえた。

V. 実際試料 6 種を学振電解法の操作に従って電解ヨウ化鉄ヨウ素溶液で処理したのち、上述の分析方法に従って各成分を繰返し定量した結果の平均値からの偏差のうちで上表に示した許容差を超えるものが、SiO₂ では 64%, Al₂O₃ では 36%, FeO では 75%, MnO では 21% に達し、これは当然分析以外から生じたばらつきであると考えられた。

VI. 以上の実験から試料 10 g を溶解したとき新たにえた吸光光度法により現在のところ十分な精度を以つて各成分の定量ができること、また現行学振電解法およびヨウ化鉄ヨウ素溶液処理法には上記吸光光度定量法以上のばらつきの原因があり、さらに検討の余地がみとめられた。

VII. 本法は昭和 30 年 4 月以降当所において実用中である。

(115) 鋼中のリンの迅速光度定量方法

Rapid Photo Metric Determination of Phosphorus in Steel.

S. Wakamatsu.

東都製鋼 若松茂雄

I. 諸言

鋼中のリンの迅速定量は製鋼過程において常に必要とすることは周知の通りである。しかるに製鋼現場の要求